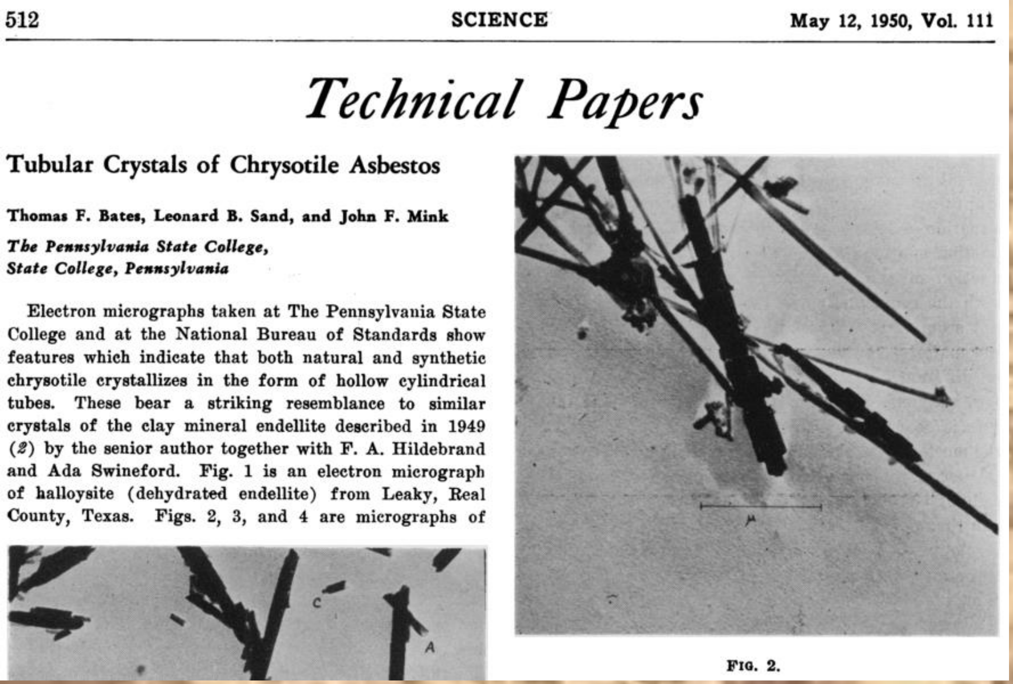
Определение в АСМ модулей упругости стержнеобразного объекта в испытании на изгиб

А.В. Анкудинов[1], М.С. Дунаевский[1], А.А. Красилин[1], М.М. Халисов[1,2], Е.К. Храпова[1]

[1]ФТИ им. А.Ф. Иоффе, Санкт-Петербург, ул. Политехническая 26
[2]ИФ им. И.П. Павлова, Санкт-Петербург, наб. Макарова 6

При поддержке РНФ, грант 19-13-00151 (2019-2023)

- 1949-50 – первая визуализация тубулярной структуры хризотила
- 1991 – официальное открытие углеродных нанотрубок



512 SCIENCE May 12, 1950, Vol. 111

Technical Papers

Tubular Crystals of Chrysotile Asbestos

Thomas F. Bates, Leonard B. Sand, and John F. Mink

The Pennsylvania State College, State College, Pennsylvania

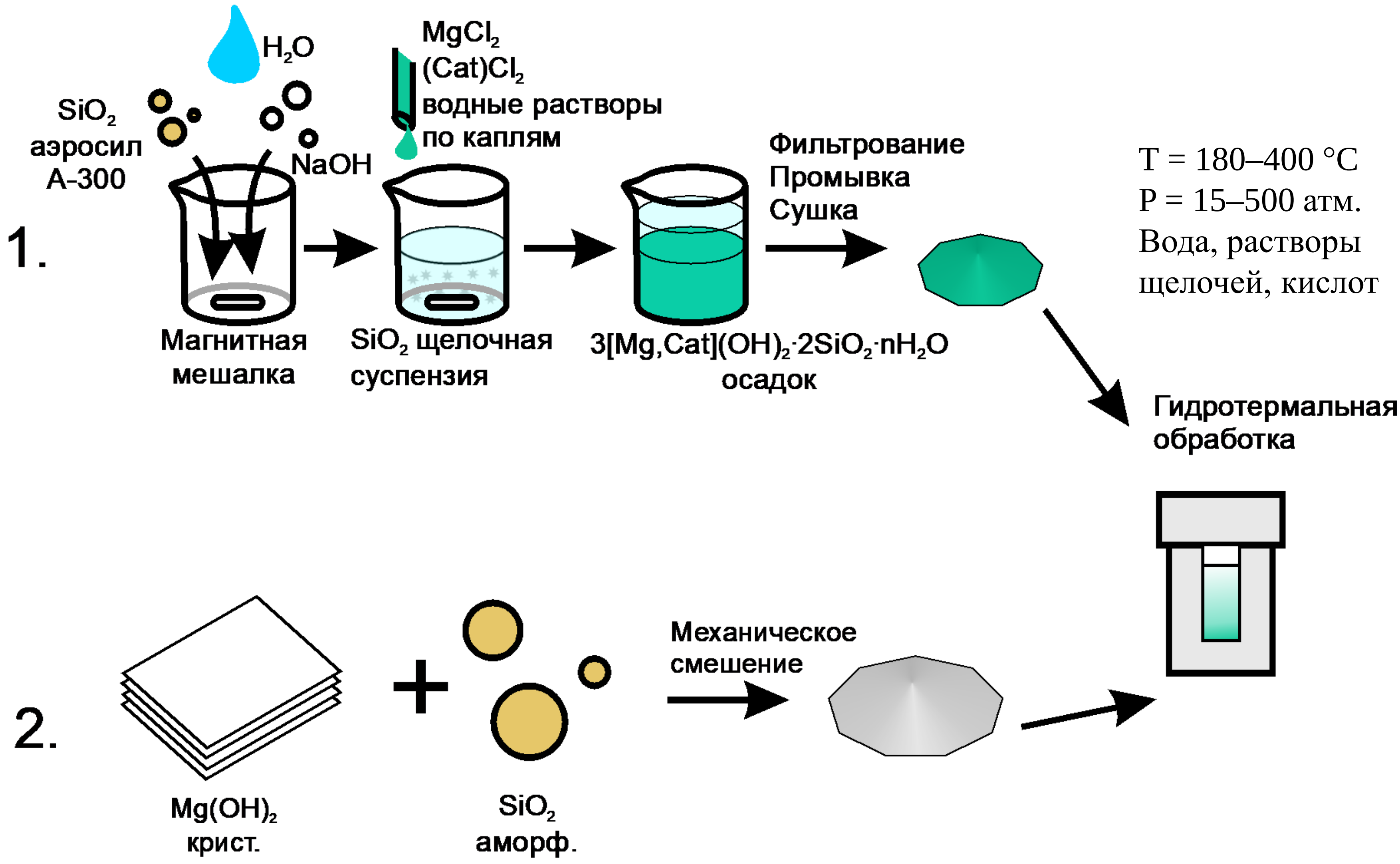
Electron micrographs taken at The Pennsylvania State College and at the National Bureau of Standards show features which indicate that both natural and synthetic chrysotile crystallizes in the form of hollow cylindrical tubes. These bear a striking resemblance to similar crystals of the clay mineral endellite described in 1949 (2) by the senior author together with F. A. Hildebrand and Ada Swineford. Fig. 1 is an electron micrograph of halloysite (dehydrated endellite) from Leaky, Real County, Texas. Figs. 2, 3, and 4 are micrographs of

FIG. 2.

S.Iijima
Nature
1991

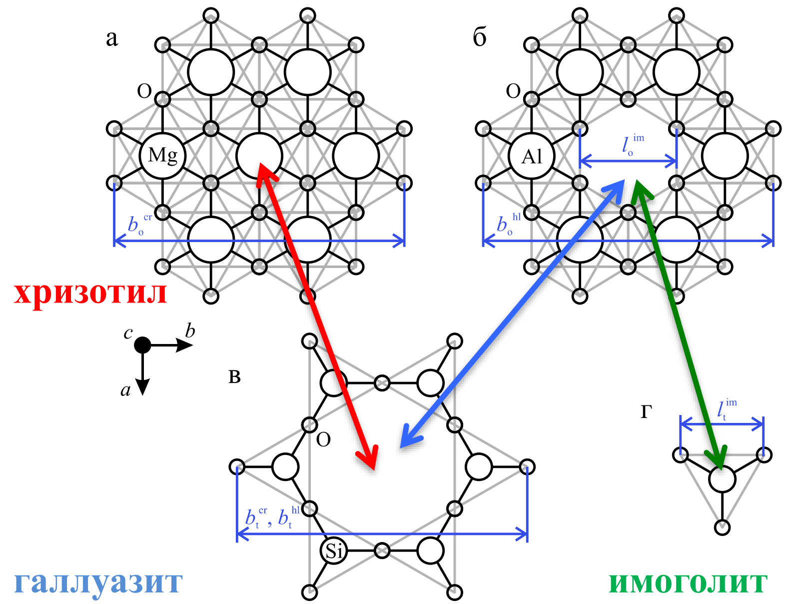
Общая схема гидротермального синтеза

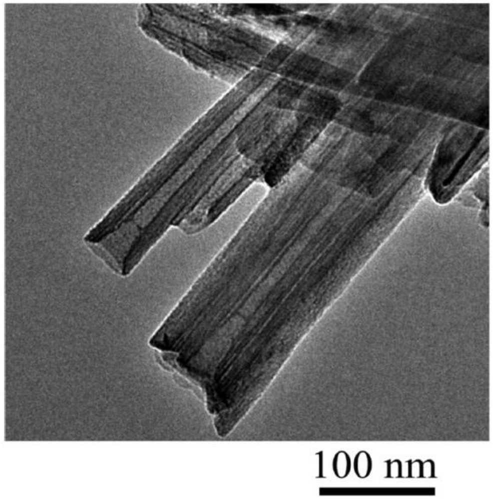
[на примере наносвитков $Mg_3Si_2O_5(OH)_4$]



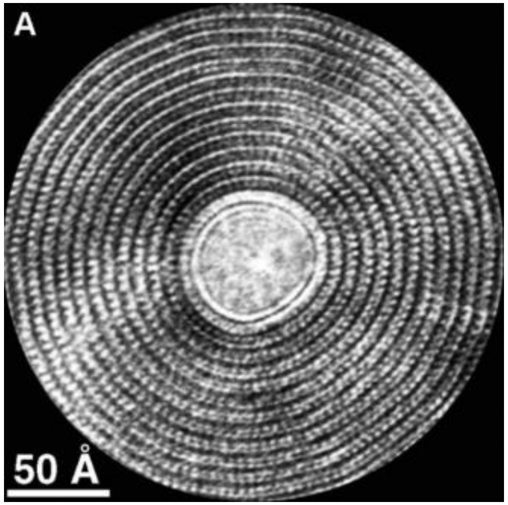
Двойной слой

- Составлен металл-оксидным и кремний-кислородным подслоями
- Подслои соединены друг с другом водородными связями
- Периоды решеток подслоев не совпадают

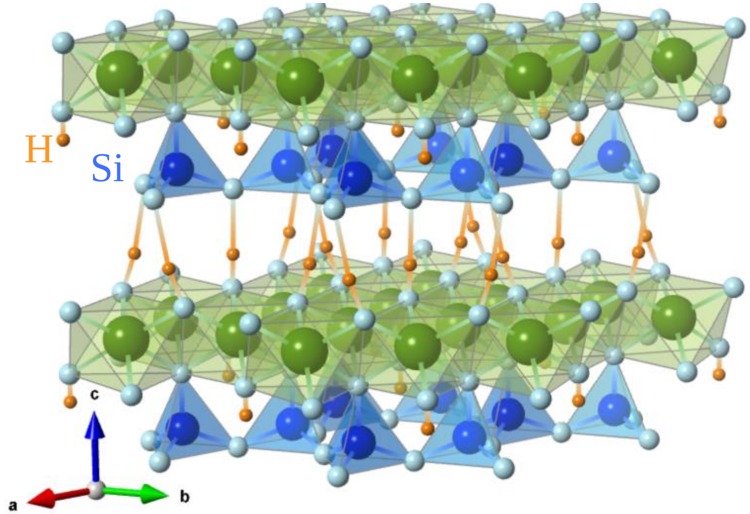




White etal. J.Phys.Chem.C (2012)



Dodony etal. Int.Geol.Rev. 2004



DISCORSI

E

DIMOSTRAZIONI

MATEMATICHE,

intorno à due nuoue ſcienze

Attenenti alla

MECANICA & i MOVIMENTI LOCALI;

del Signor

GALILEO GALILEI LINCEO,

Filoſofo e Matematico primario del Sereniſſimo Grand Duca di Toſcana.

Con vna Appendice del centro di grauità d'alcuni Solidi.

IN LEIDA,

Appreſſo gli Elſevirii. M. D. C. XXXVIII.

БЕСЕДЫ

и

МАТЕМАТИЧЕСКИЕ

ДОКАЗАТЕЛЬСТВА,

касающиеся двух новых

ОТРАСЛЕЙ НАУКИ,

относящихся

к

МЕХАНИКЕ

и

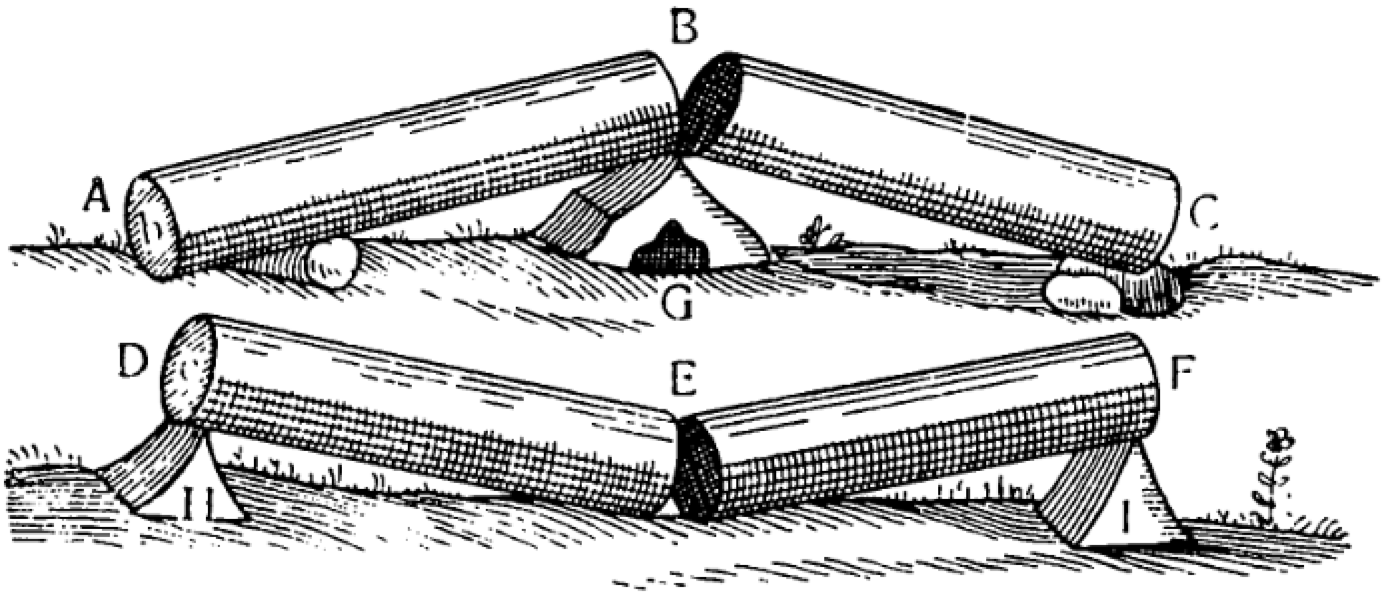
МЕСТНОМУ ДВИЖЕНИЮ,

синьора

ГАЛИЛЕО ГАЛИЛЕЯ ЛИНЧЕО,

философа и первого математика светлейшего великого герцога тосканского

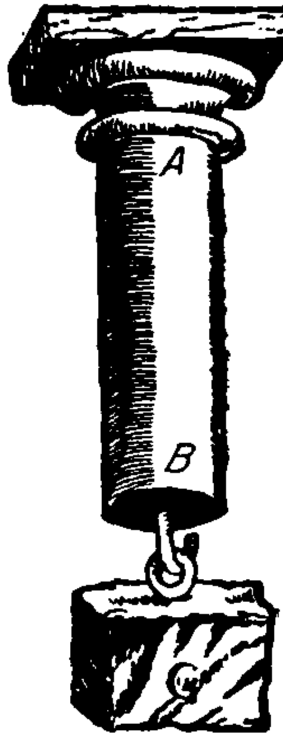
С ПРИЛОЖЕНИЕМ О ЦЕНТРАХ ТЯЖЕСТИ РАЗЛИЧНЫХ ТЕЛ

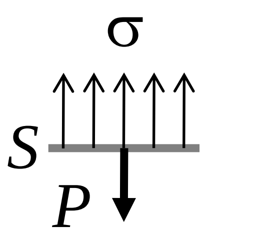


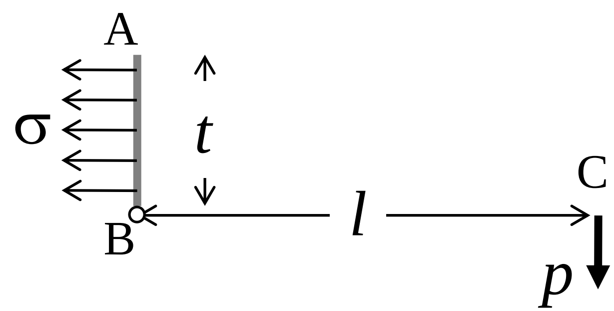
Более тонкого исследования требует решение следующего вопроса, при котором мы отвлекаемся от собственного веса тела: если имеются груз или сила, достаточные для того, чтобы, будучи приложенными в середине, сломать цилиндр, поддерживаемый на концах, то могут ли они произвести то же действие, будучи приложенными в какой-либо иной точке ближе к тому или другому концу. Так, например, если мы ломаем какую-либо палку, взяв ее руками за концы и упираясь коленом в середину, то достаточно ли будет той же силы, чтобы сломать ее, когда мы будем упираться коленом не в середину, а ближе к одному концу палки.

Сагредо. Мне кажется, что Аристотель затронул эту проблему в своих «Проблемах механики».

Сальвиати. Проблема, затронутая Аристотелем, не совсем та же; он задавался лишь вопросом, по какой причине требуется меньшее усилие для того, чтобы переломить палку, держа ее за концы, т. е. достаточно далеко от колена, нежели взяв ее руками ближе к колену, и указал общую причину, сведя случай к действию более длинного рычага, так как плечи последнего увеличиваются по мере приближения к концам палки [17]. Наш же вопрос заключает в себе и кое-что новое: мы исследуем, держа постоянно палку за концы, требуется ли одна и та же сила для того, чтобы сломать палку при различных положениях колена — в середине и ближе к концам.



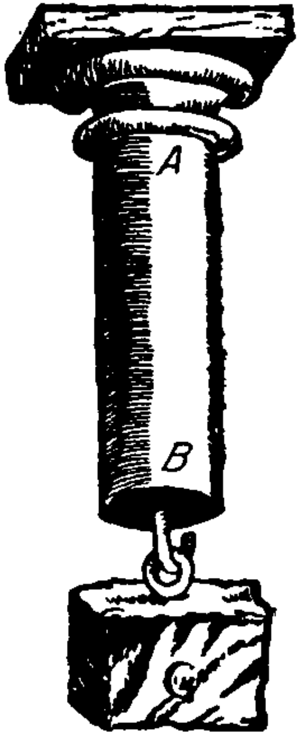


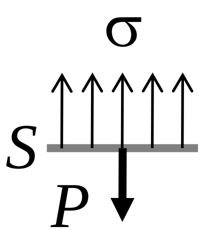


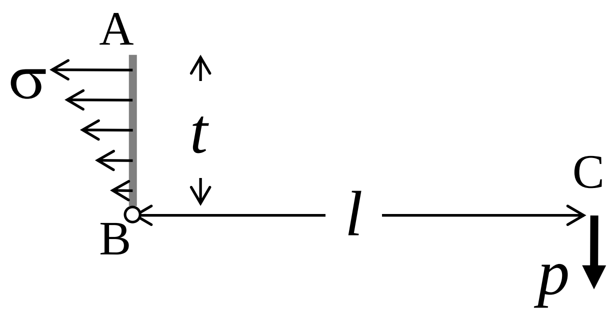
$P = S \times \sigma$

$p \times l = S \times \sigma \times t/2$

Отношение разрушающих нагрузок по **Галилею**: $p/P = t/(2l)$



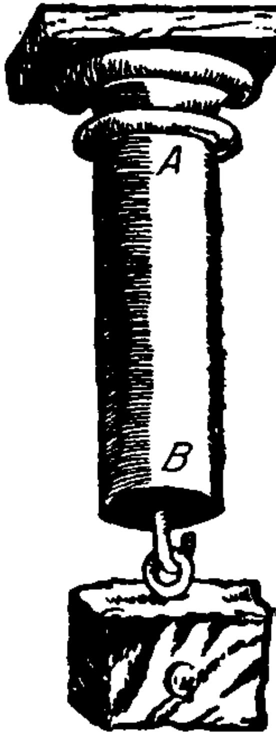


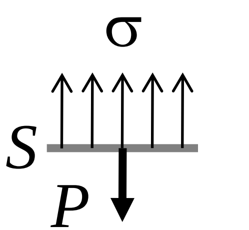


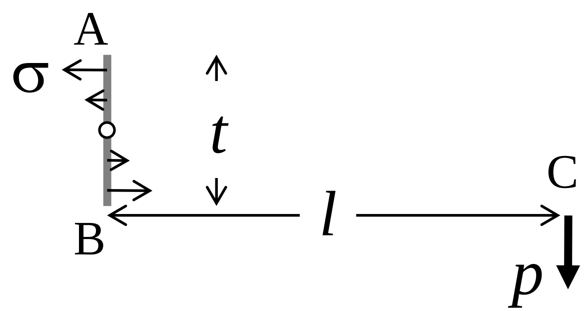
$P = S \times \sigma$

$p \times l = S \times \sigma_{\max} \times t/3$

Отношение разрушающих нагрузок по **Мариотту**, ***Бернулли***, Лейбницу, Эйлеру, ***Навье***: $p/P = t/(3l)$







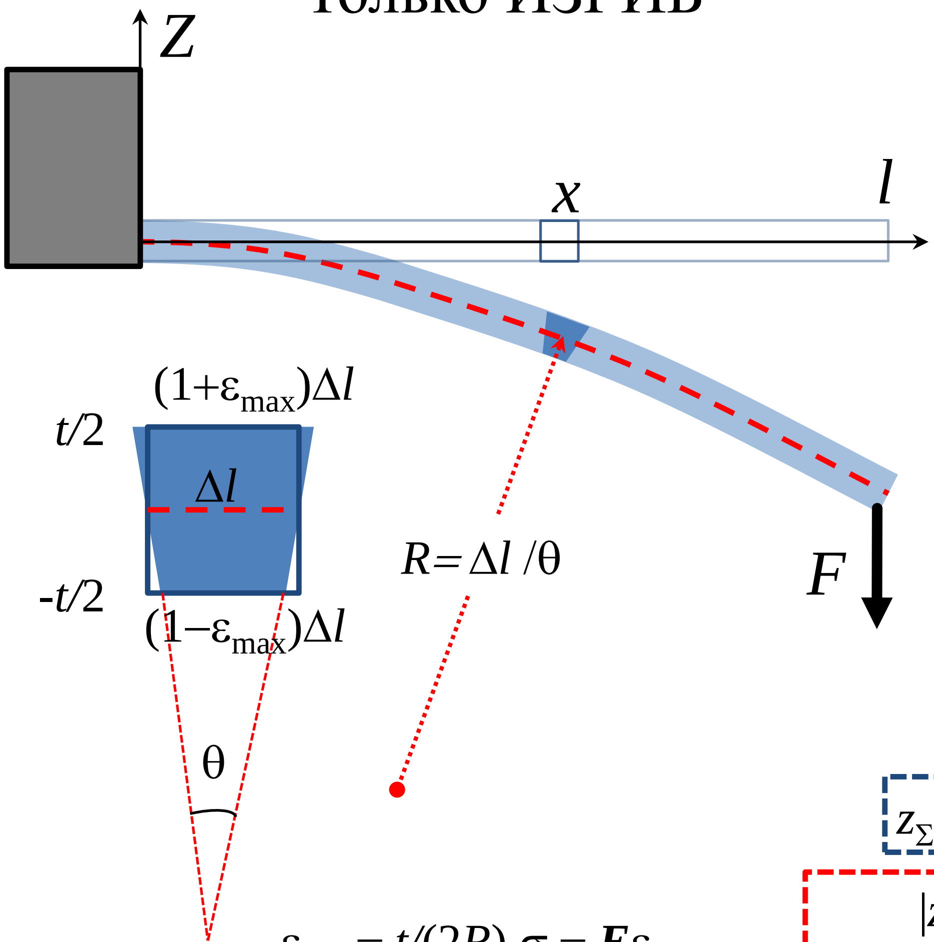
$$P = S \times \sigma$$

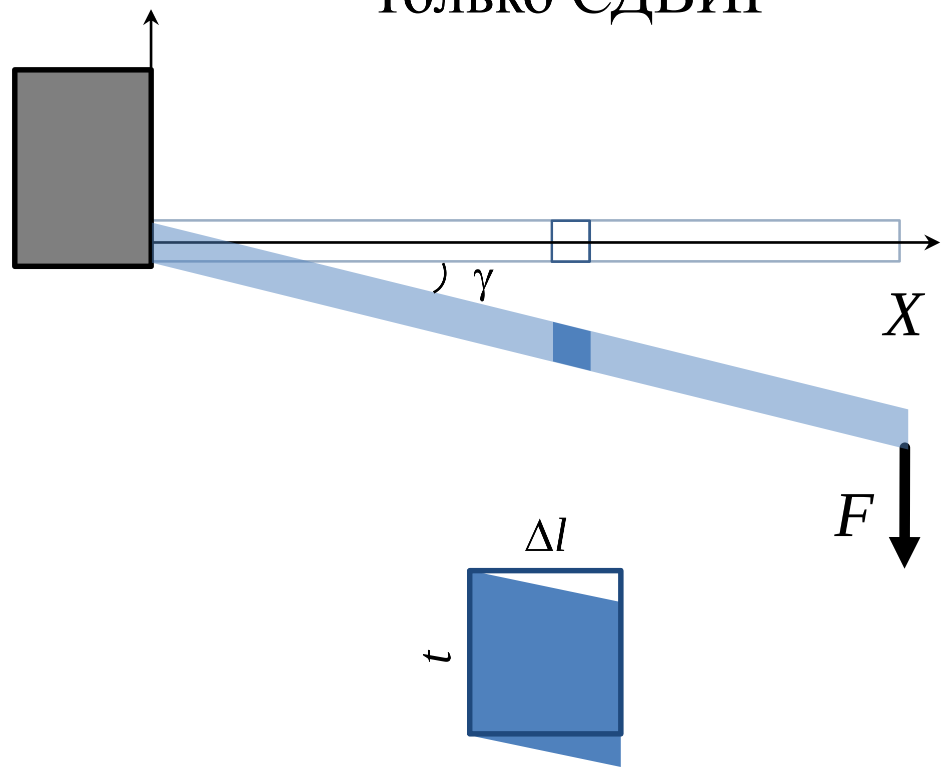
$$p \times l = S \times \sigma_{\max} \times t/6$$

Отношение разрушающих нагрузок по **Кулону**: $p/P = t/(6l)$

Только ИЗГИБ

Только СДВИГ





$$\boxed{z_{\Sigma}(x) = z_B(x) + z_S(x)}$$

$|z_B(x)| \gg |z_S(x)|$, когда

$$l \gg (3\boldsymbol{E}I/\boldsymbol{G}A)^{1/2} = (\boldsymbol{E}/2\boldsymbol{G})^{1/2}\, t \simeq t$$

$$\varepsilon_{max} = t/(2R), \sigma = \boldsymbol{E}\varepsilon$$

$$F(l-x) = \int_{-t/2}^{t/2} (\boldsymbol{E}wz/R)z\, dz = \boldsymbol{E}I/R$$

$$I = \int_{-t/2}^{t/2} wz^2\, dz = wt^3/12$$

$$F(l-x)/(\boldsymbol{E}I) = 1/R = z''[1+(z')^2]^{-3/2} \approx z''(x)$$

$$\boxed{z_B(x) = (F/6\boldsymbol{E}I)(3l-x)x^2}$$

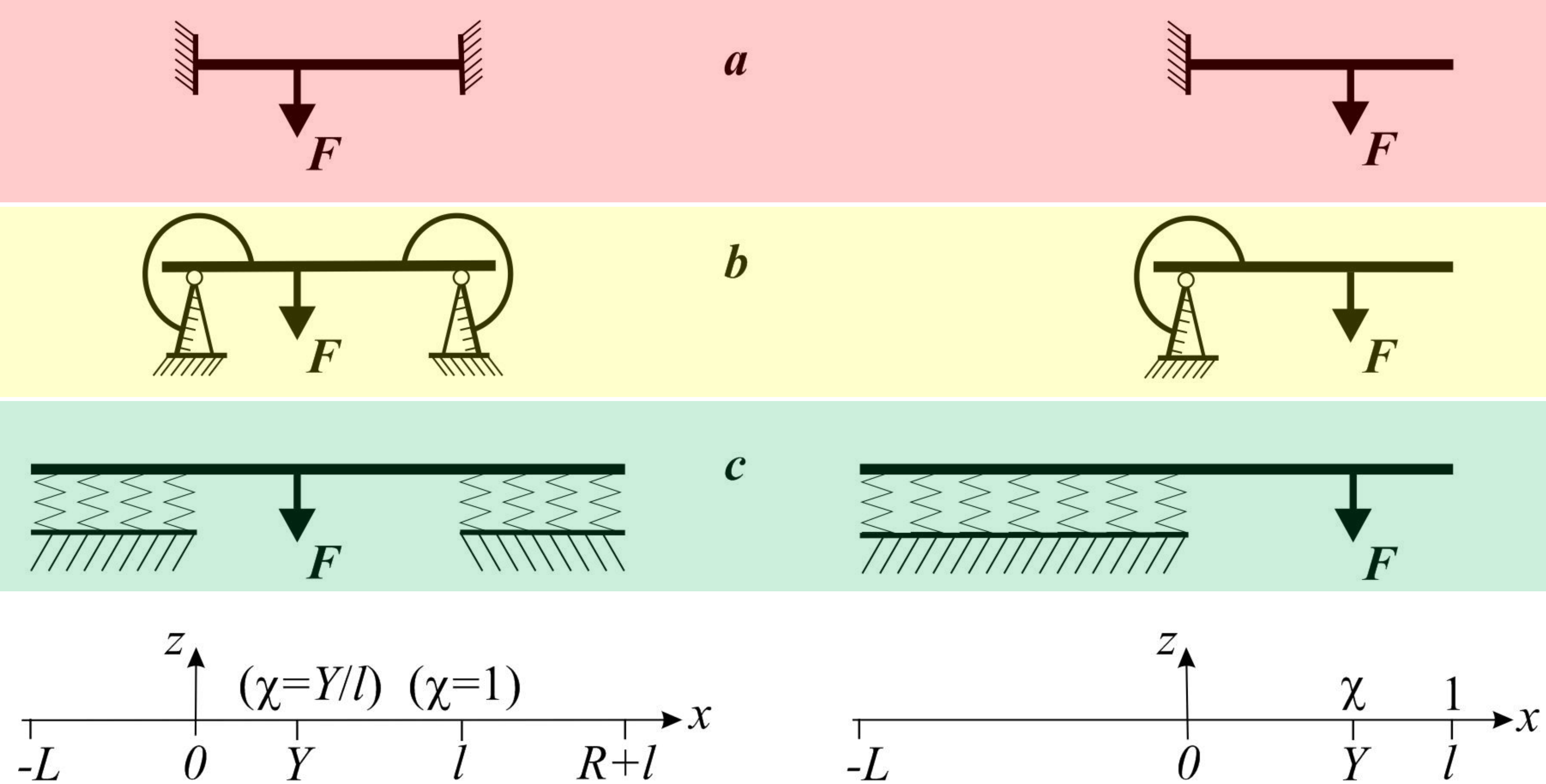
$$F/A = \tau = \boldsymbol{G}\gamma, \quad A = wt$$

$$\boxed{z_S(x) = \gamma x = (F/\boldsymbol{G}A)x}$$

Как из АСМ-испытаний на изгиб сделать метод измерений модулей упругости у стержнеобразных объектов?

1. В рамках теории упругости сплошной среды исследовать изгиб модельных балок с варьируемыми условиями закрепления концов с целью получить компактные формулы для профиля податливости.

2. Улучшить точность АСМ-измерений контактной жесткости и других определяемых по «силовым» кривым наномеханических сигналов (деформация, податливость) .



Зажатая балка и консоль, **модель 0**, ***a***. Балка, консоль на кольцевых пружинах, **модель 1** (*пружина создает момент сил* EIz^{II} *пропорциональный углу отклонения балки* z^{I}), ***b***. Балка, консоль на упругих основаниях с коэффициентом постели E_B, протяженностью R и L, **модель 2**, ***c***. Начало координат расположено на краю левой опоры, длина мостика и консоли l, сила $\boldsymbol{F}$ приложена в $x=Y$.

Линейная балка: сечение A, момент I, модули Юнга и Сдвига E и G

Изгиб по Бернулли-Эйлеру-Кулону

Погонная сила $[N/m]$: $q(x) = EI\frac{d^4w}{dx^4} = 0$

Сдвигающая сила $[N]$: $Q = -EI\frac{d^3w}{dx^3}$

Момент сил $[N \cdot m]$: $\mathrm{M} = -EI\frac{d^2w}{dx^2}$

Угол поворота сечения балки, он же угол изгиба $[Rad]$: $\varphi = \frac{dw}{dx}$

Изгиб $[m]$: w

Основание Винклера: $q(x) = EI\frac{d^4w}{dx^4} + k_w w.$

Граничные условия

1. Защемленный конец: $w = \varphi = 0$
2. Опертый конец: $w = M = 0$
3. Конец на кольцевой пружине: $w = 0, M \sim \varphi \left(\frac{d^2w}{dx^2} \sim \frac{dw}{dx}\right)$
4. Свободный конец: $M = Q = 0$
5. Нагруженный F конец: $M = 0, F = -EI\frac{d^3w}{dx^3}$
6. Нагруженный F пролет: $w_- = w_+, \varphi_- = \varphi_+, M_- = M_+, F = EI\frac{d^3(w_+ - w_-)}{dx^3}$

Линейная балка: сечение A, момент I, модули Юнга и Сдвига E и G
($G = \kappa G$, т.е. в модуле сдвига учтена поправка Тимошенко, $\kappa \cong 1$)

Изгиб по Тимошенко

Погонная сила $[N/m]$: $q(x) = EI\frac{d^3\varphi}{dx^3} = 0$

Сдвигающая сила $[N]$: $Q = AG\gamma = AG\left(-\varphi + \frac{dw}{dx}\right) = -EI\frac{d^2\varphi}{dx^2}$

Момент сил $[N \cdot m]$: $M = -EI\frac{d\varphi}{dx}$

Угол поворота сечения балки $[Rad]$: $\varphi = \frac{dw}{dx} - \gamma$

Угол сдвига $[Rad]$: $\gamma = -\frac{EI}{GA}\frac{d^2\varphi}{dx^2}$

Изгиб $[m]$: $w, \frac{dw}{dx} = \varphi - \frac{EI}{GA}\frac{d^2\varphi}{dx^2}$

***Основание Винклера*:** $q(x) = EI\frac{d^3\varphi}{dx^3} + k_w w, \frac{dq}{dx} = EI\frac{d^4\varphi}{dx^4} + k_w\left(\varphi - \frac{EI}{GA}\frac{d^2\varphi}{dx^2}\right).$

Граничные условия

1. Защемленный конец: $w = \varphi = 0$, а $\gamma \neq 0$
2. Опертый конец: $w = M = 0$
3. Конец на кольцевой пружине: $w = 0, M \sim \varphi \left(\frac{d\varphi}{dx} \sim \varphi\right)$
4. Свободный конец: $M = Q = 0$
5. Нагруженный F конец: $M = 0, F = -EI\frac{d^2\varphi}{dx^2}$
6. Нагруженный F пролет: $w_- = w_+, \varphi_- = \varphi_+, M_- = M_+, F = EI\frac{d^2(\varphi_+ - \varphi_-)}{dx^2}.$

Приближение Бернулли-Эйлера-Кулона. Расчет модуля Юнга, E, для трех модельных условий закрепления: **0** – защемление; **1** – кольцевые пружины; **2** – упругое основание Винклера.

номер модели i, объект	ζ_i – подгоночная зависимость для нормированного профиля податливости	Φ_i – фактор коррекции
0, консоль	χ^3	1
0, мостик	$64(\chi-\chi^2)^3$	1
1, консоль	$\frac{3\lambda\chi^2+\chi^3}{3\lambda+1}$	$1+3\lambda$
1, мостик	$64\frac{3\lambda(4\lambda+1)(\chi-\chi^2)^2+(2\lambda+1)(\chi-\chi^2)^3}{(8\lambda+1)(6\lambda+1)}$	$\frac{1+8\lambda}{1+2\lambda}$
2, консоль	$\frac{3+6\beta_l\chi+6\beta_l^2\chi^2+2\beta_l^3\chi^3}{3+6\beta_l+6\beta_l^2+2\beta_l^3}$	$1+\frac{3+6\beta_l+6\beta_l^2}{2\beta_l^3}$
2, мостик	$32\left\{\frac{3(6+12\beta_l+12\beta_l^2+6\beta_l^3+\beta_l^4)+6(3+4\beta_l+\beta_l^2)\beta_l^3(\chi-\chi^2)}{(2+\beta_l)(12+12\beta_l+6\beta_l^2+\beta_l^3)(24+12\beta_l+6\beta_l^2+\beta_l^3)} + \frac{6(1+3\beta_l+\beta_l^2)\beta_l^4(\chi-\chi^2)^2+2(2+\beta_l)\beta_l^6(\chi-\chi^2)^3}{(2+\beta_l)(12+12\beta_l+6\beta_l^2+\beta_l^3)(24+12\beta_l+6\beta_l^2+\beta_l^3)}\right\}$	$1+\frac{24+12\beta_l+6\beta_l^2}{\beta_l^3}$

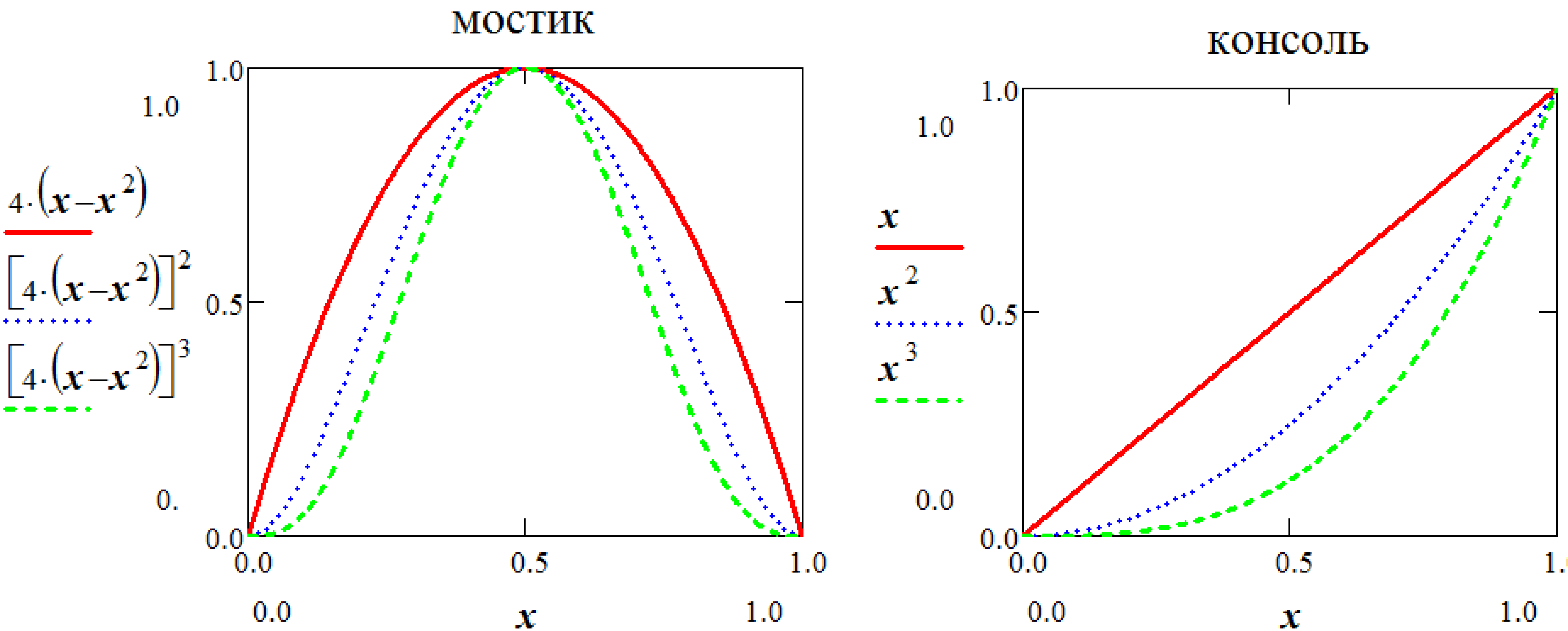
Параметры подгонки $\lambda, \beta_l \in [0,\infty)$ и переменная $\chi \in [0,1]$ безразмерны. Для консоли и мостика: $E_i = \Phi_i E_0$ и $E_i = \Phi_i E_{CB}$, $i = 0,1,2$.

Приближение Тимошенко. Расчет модулей Юнга и сдвига, E и G, для трех модельных условий закрепления: **0** – защемление; **1** – кольцевые пружины; **2** – упругое основание Винклера.

номер модели i, объект	ζ_i – подгоночная зависимость для нормированного профиля податливости	Φ_i – фактор коррекции
0, консоль	$\frac{\chi^3+3\gamma\chi}{1+3\gamma}$	$1+3\gamma$
0, мостик	$64\left\{\frac{(\chi-\chi^2)^3+3\gamma(\chi-\chi^2)^2}{(1+12\gamma)(1+48\gamma)}+\frac{3\gamma(\chi-\chi^2)}{(1+48\gamma)}\right\}$	$1+48\gamma$
1, консоль	$\frac{\chi^3+3\lambda\chi^2+3\gamma\chi}{1+3\lambda+3\gamma}$	$1+3(\lambda+\gamma)$
1, мостик	$64\left\{\frac{(2\lambda+1)(\chi-\chi^2)^3+3[\lambda(4\lambda+1)+(8\lambda+1)\gamma](\chi-\chi^2)^2}{(1+6\lambda+12\gamma)(1+8\lambda+48(2\lambda+1)\gamma)}+\frac{3(2\lambda+1)\gamma(\chi-\chi^2)}{(1+8\lambda+48(2\lambda+1)\gamma)}\right\}$	$\frac{1+8\lambda}{1+2\lambda}+48\gamma$
2, консоль	$\frac{3\sqrt{1+t}+6\beta_l(1+t)\chi+6\beta_l^2\sqrt{1+t}\chi^2+2\beta_l^3\chi^3}{3\sqrt{1+t}+6\beta_l(1+t)+6\beta_l^2\sqrt{1+t}+2\beta_l^3}$	$1+\frac{3\sqrt{1+t}+6\beta_l(1+t)+6\beta_l^2\sqrt{1+t}}{2\beta_l^3}$

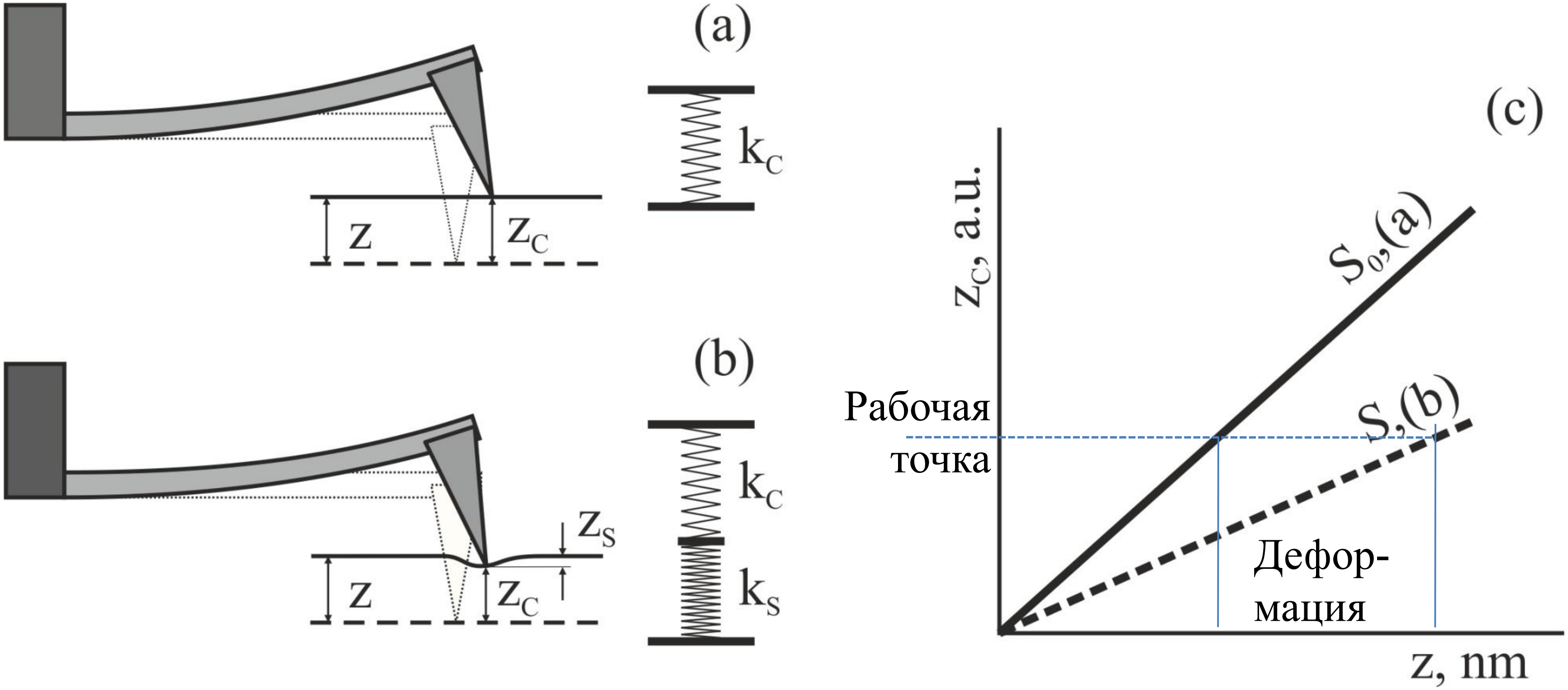
Параметры подгонки $\lambda, \beta_l, t \in [0,\infty)$ и переменная $\chi \in [0,1]$ безразмерны. Для консоли и мостика: $E_i = \Phi_i E_0$ и $E_i = \Phi_i E_{CB}$, $i = 0,1,2$. Для консоли и мостика: $G_i = E_i d^2/(16\gamma l^2)$, $i = 0,1$. Для консоли: $G_2 = E_2\beta_l^2 d^2/(16 t l^2)$.

Модельные профили податливости мостиков и консолей: *ЧИСТЫЙ СДВИГ*; изгиб с *ОПЕРТЫМИ*, *ЗАЩЕМЛЕННЫМИ* концами.



Профиль подгонки, обобщенная формула:

$$\zeta(\chi) = \begin{cases} \dfrac{\sum_{k=0}^{3} c_k \chi^k}{\sum_{k=0}^{3} c_k}, & console \\ \dfrac{\sum_{k=0}^{3} b_k (\chi-\chi^2)^k}{\sum_{k=0}^{3} b_k}, & bridge \end{cases}, \chi = x/l.$$



Контакт АСМ зонд-образец, обычно, моделируется как две пружинки k_C, k_S вместо кантилевера, образца. (с) Зависимости z_C-отклонения кантилевера от z-смещения образца на: твердом образце, калибровочная крутизна S_0, (a); мягком образце, меньшая крутизна S, (b) (z_S - деформация образца). **Не учитывается: тензорная связь деформаций кантилевера с силой взаимодействия, деформации самого зонда, условия контакта!**

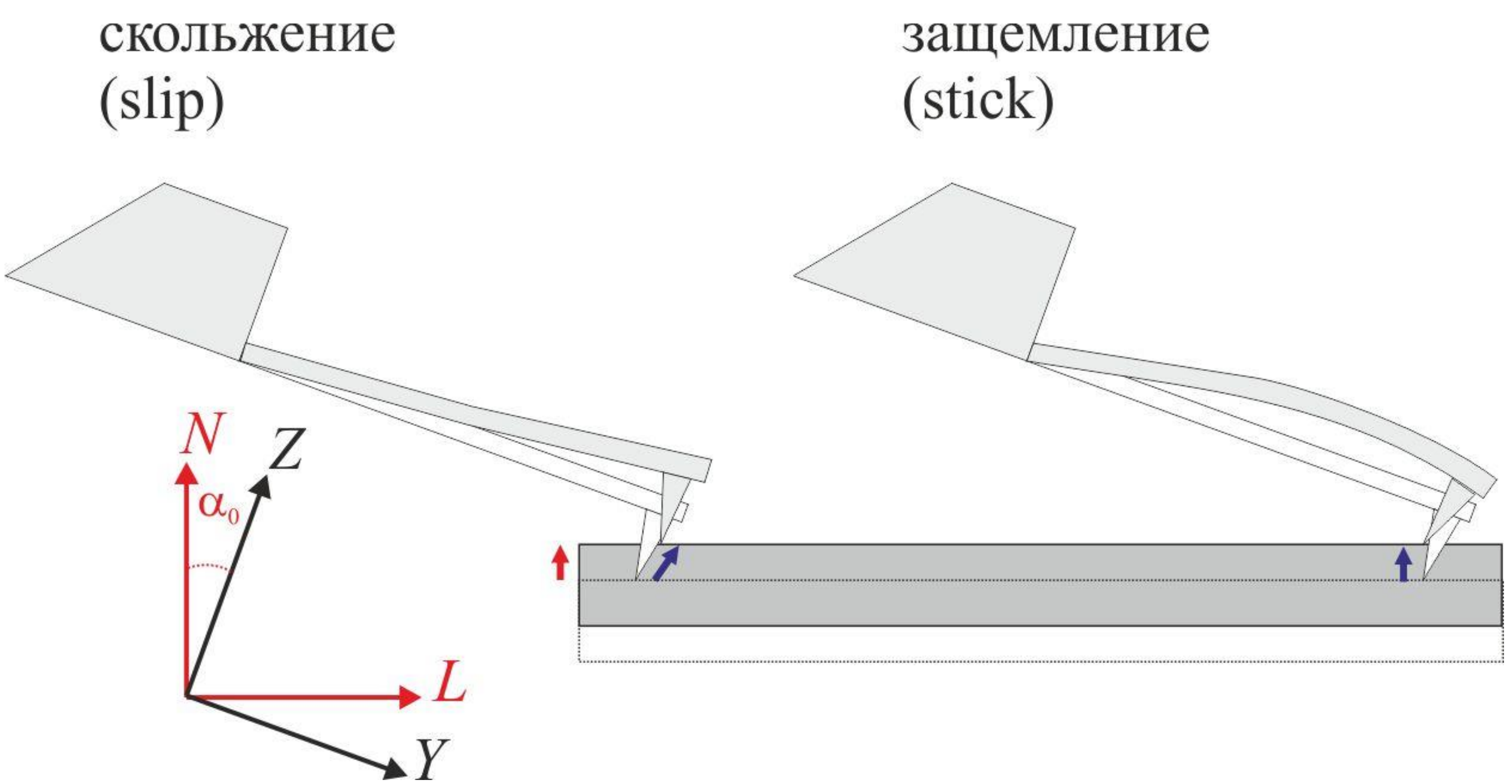
$$k_A = k_C \frac{S}{S_0 - S}, \kappa_A = \frac{k_A}{k_C}, \sigma = \frac{S}{S_0}, \kappa_A{}^{-1} = \sigma^{-1} - 1;$$

$$\delta(k_A) = \frac{\Delta(k_A)}{k_A} = \sqrt[2]{\delta^2(k_C) + f(\sigma)\delta^2(S_0)}, f(\sigma) = \frac{\sigma^2+1}{\sigma^2(1-\sigma)^2};$$

$$\sigma_{opt} \cong 0.453, k_C^{opt} \cong 1.2 k_A.$$

Две крайности для контакта:

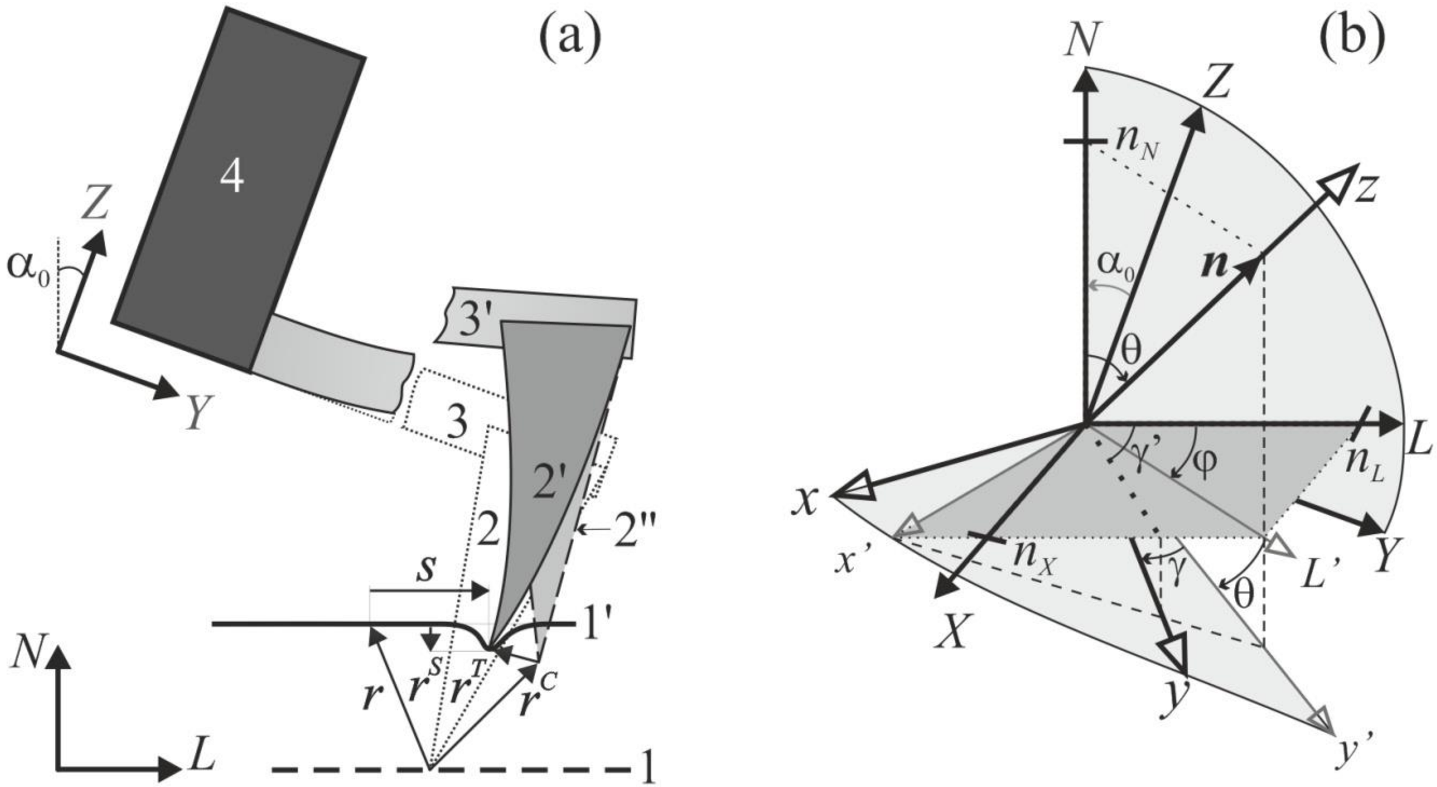
1. зонд скользит по образцу
2. зонд защемлен образцом



Наклон DFL(z) кривых может зависеть от:

1. защемлен контакт или скользит
2. локального наклона поверхности образца
3. формы зонда
4. геометрии кантилевера
5. положения фокуса АСМ лазера на консоли
6. угла установки держателя кантилевера
7. …

Для описания деформаций кантилевера в контактном/гибридном режиме АСМ разработана специальная модель.



<u>Исходное состояние</u>: образец (1) касается зонда (2), сила взаимодействия ноль, консоль (3) не изогнута. **<u>Конечное состояние</u>:** образец (1') смещен на вектор ***r***, деформируется сам, $\boldsymbol{r}^S$ деформирует зонд (2'), $\boldsymbol{r}^T$, и консоль (3'), $\boldsymbol{r}^C$; держатель кантилевера (4) неподвижен; условно недеформируемый зонд в положении (2''). **<u>Обозначены</u>:** вектор проскальзывания контакта, ***s***, угол установки кантилевера, α_0. (b) **<u>Системы координат</u>:** кантилевера, *XYZ*; сканера, *XLN*; точки на образце, *xyz*, локальная нормаль ***n***. Поворот вокруг оси *X* на угол α_0 переводит *XYZ* в *XLN*. *XLN* в *xyz* переводят повороты на углы: 1) φ ($XLN \rightarrow x'L'N$), 2) θ ($x'L'N \rightarrow x'y'z$), 3) γ ($x'yz \rightarrow xyz$). Проекция оси y на плоскость *XL* составляет с осью *L* угол γ', $\tan(\gamma)=\tan(\gamma'-\varphi)/\cos(\theta)$. Проекции n_X, n_L, n_N, углы θ, φ, γ' определяются по топографии.

Энергия всей системы:

$$\boldsymbol{W} = 1/2\sum_{i,j}(C_{i,j}r_i^C r_j^C + T_{i,j}r_i^T r_j^T + S_{i,j}r_i^S r_j^S),$$

C, **T** и **S** – тензора жесткости консоли, зонда и образца.

1) Контакт защемлен

$\mathbf{r}^C + \mathbf{r}^T - \mathbf{r}^S = \mathbf{r}$

2) Контакт скользит, например, в плоскости *xy*

$z^C + z^T - z^S = z = (\mathbf{r},\mathbf{n})$

При измерении силовых кривых сканер двигается вертикально вдоль вектора $\mathbf{r} = (0, 0, N)$ в системе *XLN*. Следовательно, $z = N n_N = N\cos\theta$. Состояние равновесия соответствует условному (в согласии с голономной связью 2) минимуму $\boldsymbol{W}$.

[Ankudinov A.V., Наносистемы: физика, химия, математика, **10**, 6, 642–653 (2019)]

Решения:

1. Контакт защемлен

$\mathbf{r}^{C} = \mathbf{r}(\mathbf{E}+\mathbf{T}^{-1}\mathbf{C}+\mathbf{S}^{-1}\mathbf{C})^{-1}$

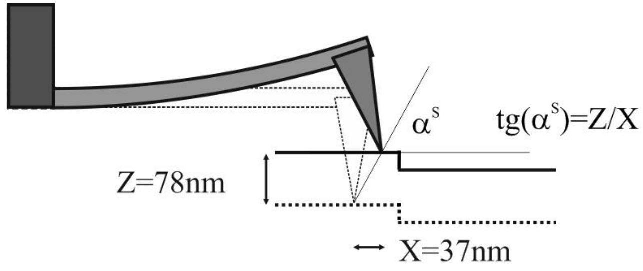
$\mathbf{r}^{T} = \mathbf{r}(\mathbf{E}+\mathbf{C}^{-1}\mathbf{T}+\mathbf{S}^{-1}\mathbf{T})^{-1}$

$\mathbf{r}^{S} = -\,\mathbf{r}(\mathbf{E}+\mathbf{C}^{-1}\mathbf{S}+\mathbf{T}^{-1}\mathbf{S})^{-1}$

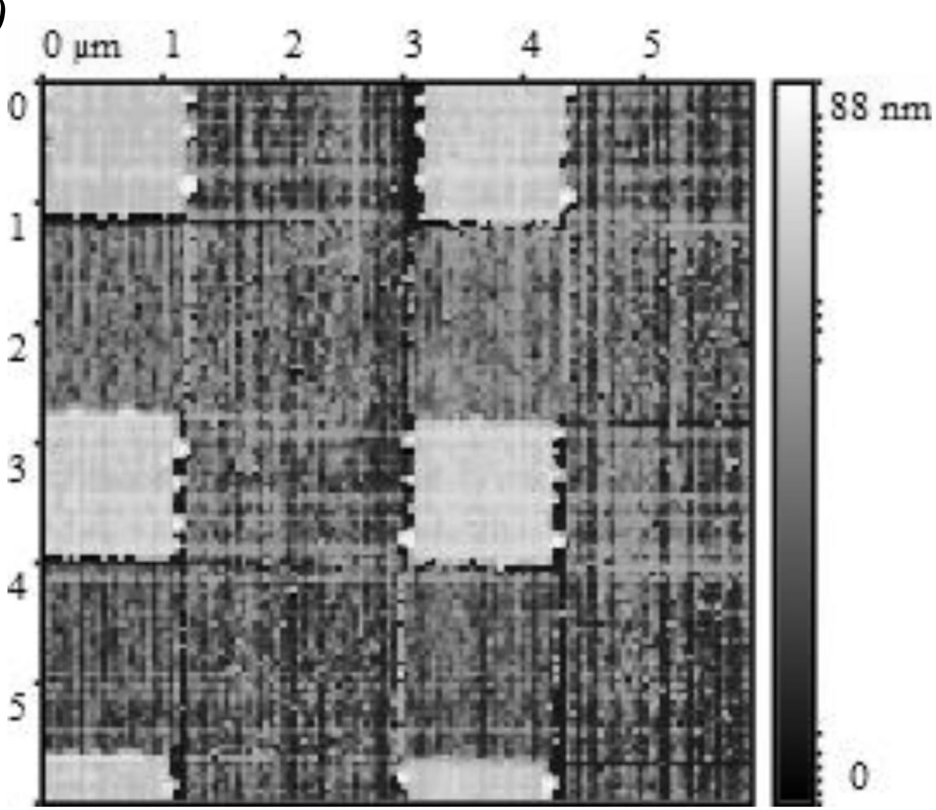
2. Контакт скользит в плоскости *XL*, $\mathbf{r} = (0,0,\mathrm{N})$

$\mathbf{r}^{C} = (X^{C},L^{C},N^{C}) = N(C_{NN}{}^{-1}+T_{NN}{}^{-1}+S_{NN}{}^{-1})^{-1}(C_{NX}{}^{-1},C_{NL}{}^{-1},C_{NN}{}^{-1})$

[Ankudinov A.V., Наносистемы: физика, химия, математика, **10**, 6, 642–653 (2019)] a)



b)

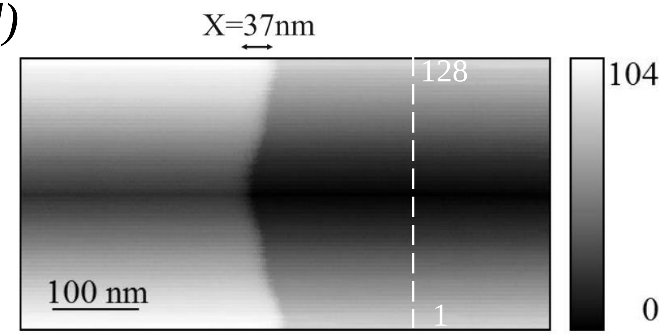


c)

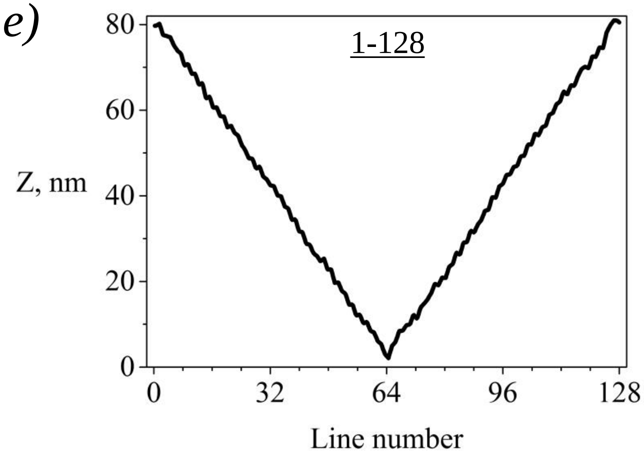
$$tg(\boldsymbol{\alpha}^S+\alpha_0) = [3\lambda\text{-}2ctg(\alpha_0)]/[6\lambda^2\text{-}3\lambda ctg(\alpha_0)]$$

$\alpha^S \approx 64.6°$, что соответствует $\lambda = l_T / l_C \approx 1/15$

d)

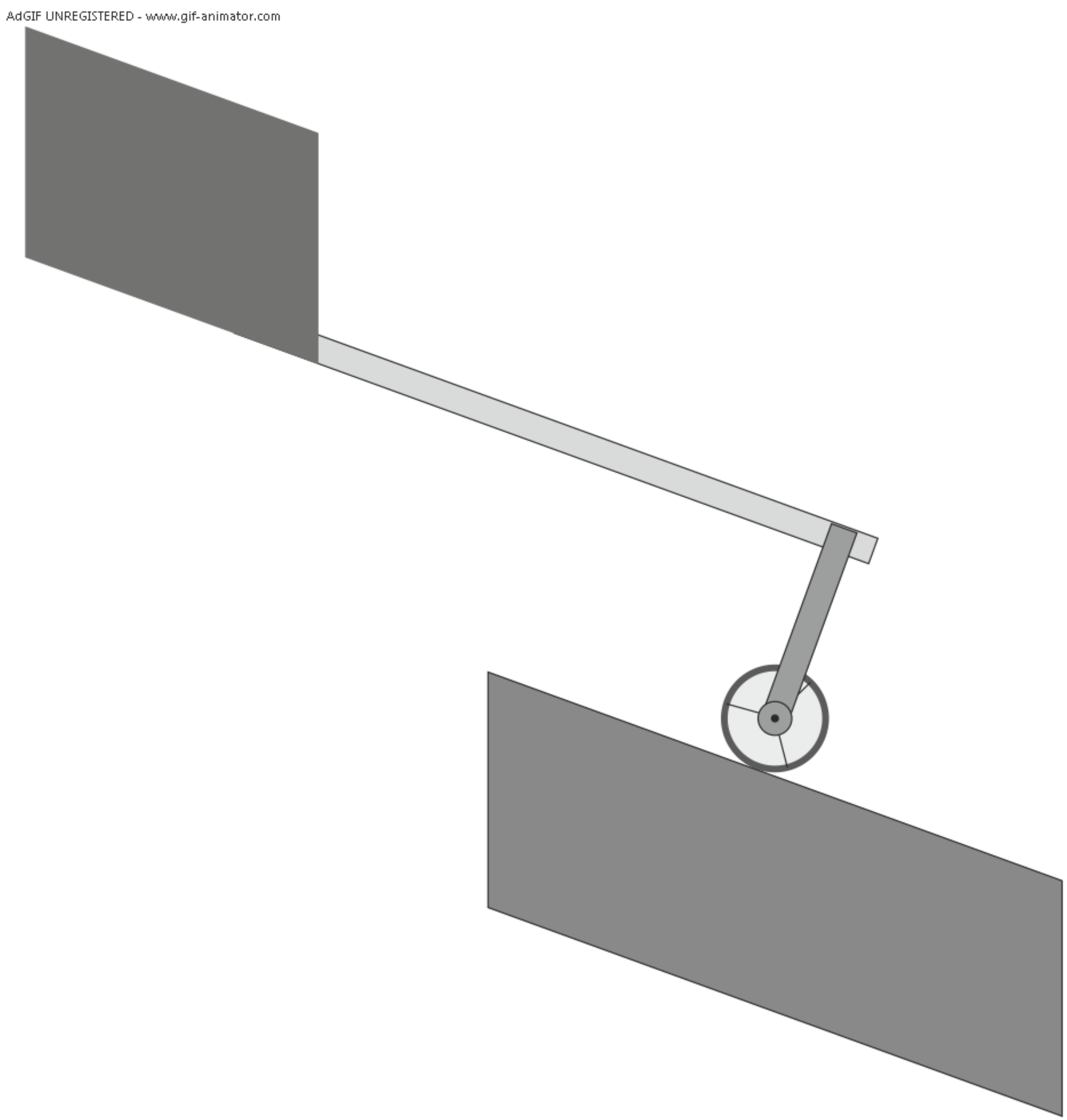


e)



a) Контакт скользит вправо, если поднять образец; *b*) АСМ-изображение TGQ1; *c*) формула для $\boldsymbol{\alpha}^S$ – угла скольжения на горизонтальном образце, α_0 – угол установки кантилевера; *d*) чем сильнее прижим кантилевера, тем левее положение ступеньки на изображении; *e*) max/min Z соответствует min/max прижиму.

Трения нет. Кантилевер изгибается (bending) или прогибается (buckling) в зависимости от угла наклона образца.



Измеряют: наклон σ зависимости DFL(N), кажущуюся жесткость κ_A, деформацию…

$$\kappa_A^{-1}=\sigma^{-1}-1$$

ПРЕДЛАГАЕТСЯ коррекция кажущейся жесткости (податливости, деформации), ***в предположении скольжения зонда по образцу***.

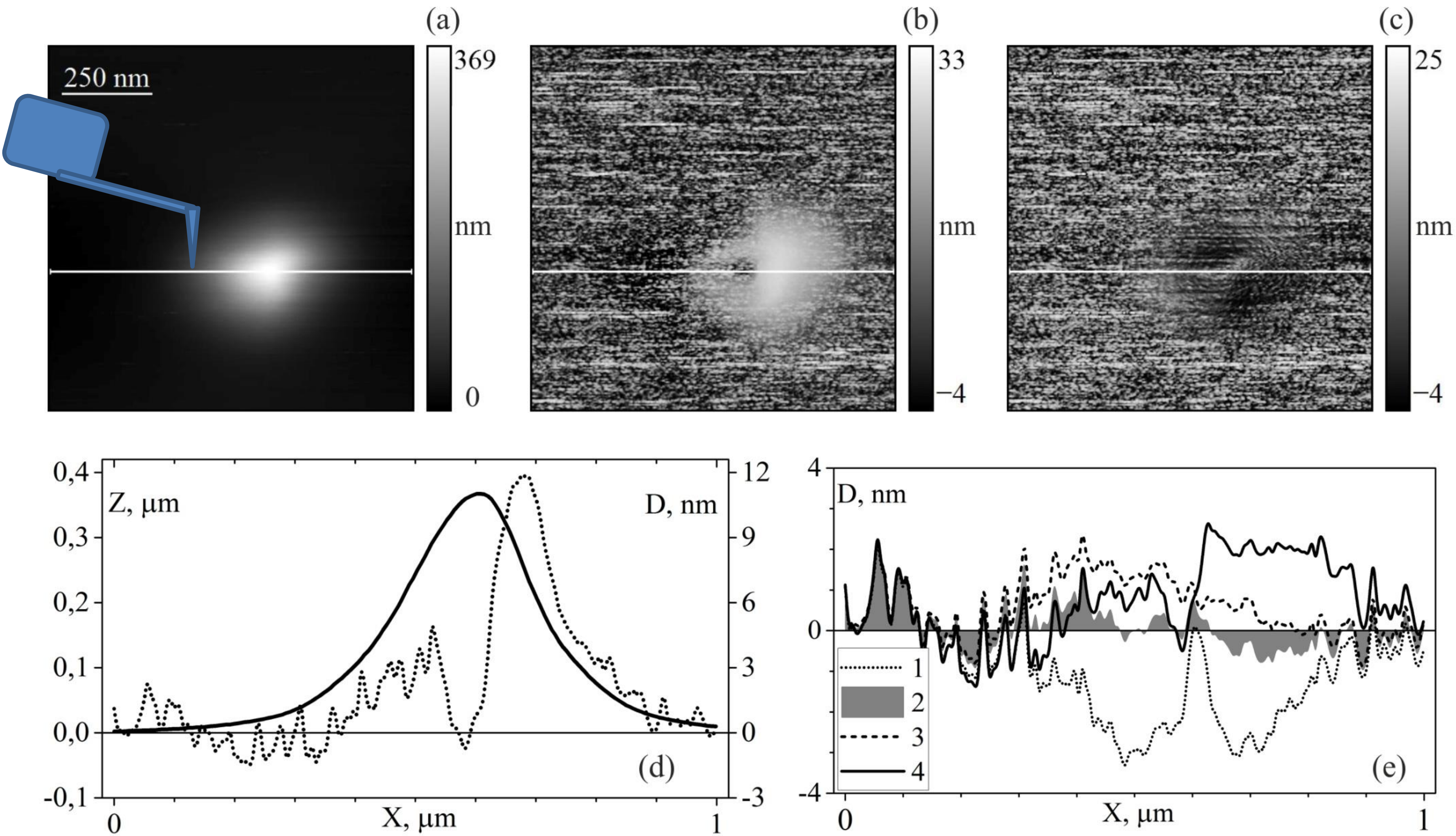
ФОРМУЛА КОРРЕКЦИИ

С помощью Mathcad был определен аналитический вид зависимости

$\kappa_S^{-1}(\kappa_A^{-1}, N_X, N_L, \psi, \alpha_0, \lambda, \delta, \kappa_{Tn}^{-1}, \kappa_{Tl}^{-1})$:

$$\kappa_S^{-1} = CA\sigma^{-1} - CB = C(A\kappa_A^{-1} + A - B)$$

$A = [(1+\kappa_{Tn}^{-1})a_0^2 + (3\lambda^2+\kappa_{Tl}^{-1})b_0^2 - 3\lambda a_0 b_0][(2-\psi)a - 2\lambda b]/[(2-\psi)a_0 - 2\lambda b_0]$			
$B = (1+\kappa_{Tn}^{-1})a^2 + (3\lambda^2+\kappa_{Tl}^{-1})b^2 - 3\lambda ab + (2\lambda^2+\delta^2+\kappa_{Tl}^{-1})N_X^2$			
$C = 1/(1+N_X^2+N_L^2) = cos^2\,\theta$			
$a = \cos\alpha_0 - N_L\sin\alpha_0$	$a_0 = \cos\alpha_0$	$b = \sin\alpha_0 + N_L\cos\alpha_0$	$b_0 = \sin\alpha_0$
$N(X,L)/\partial X = N_X,\ N(X,L)/\partial L = N_L,\ \psi = Y/l_C,\ \lambda = l_T/l_C\ \delta = t_C/w_C$			



TGT1. Рельеф (a). Деформация: (b) нормированная исходная; (c) после оптимальной коррекции. (d) Профили высоты (сплошной) и деформации (точечный). (e) После фильтра: 1- k_{Tl}=10N/m; 2- k_{Tl}^{opt}=32N/m, сечение на (c); 3- $k_{Tl}\rightarrow\infty$; 4- $\cos^2\theta$. PeakForce QNM: 60nN, 1kHz, 50nm; 0.4Hz; FMG01, α_0=10°, k_C=2.76N/m, λ=12.5/225, δ=2.5/32.

Контакт скользящий? [1,2]

да

неизвестно

Комбинированное измерение жесткости [3,4]

Стандартное измерение жесткости

Корректирующий Фильтр [2]

[1] On the accuracy of the probe-sample contact stiffness measured by an atomic force microscope. *Ankudinov AV.* Наносистемы: физика, химия, математика 10, 6, 642-653 (2019)

[2] Измерения контактной жесткости в атомно-силовом микроскопе. *Анкудинов АВ, Халисов ММ.* **ЖТФ 90, 11, 1951-1957 (2020)**

[3] Оптимизация измерений вектора силы взаимодействия в атомно-силовой микроскопии. *Анкудинов АВ, Минарский АМ.* **ЖТФ 91, 6, 1045-1058 (2021)**

[4] К вопросу об АСМ-измерениях вектора силы взаимодействия посредством интерферометрии, оптического рычага и пьезорезистивного метода. *Анкудинов АВ.* **Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования 5, 67-73 (2022)**

Контакт скользящий? [1,2]

да

неизвестно

Комбинированное измерение жесткости [3,4]

Стандартное измерение жесткости

Корректирующий Фильтр [2]

[1] On the accuracy of the probe-sample contact stiffness measured by an atomic force microscope. *Ankudinov AV.* Наносистемы: физика, химия, математика 10, 6, 642-653 (2019)

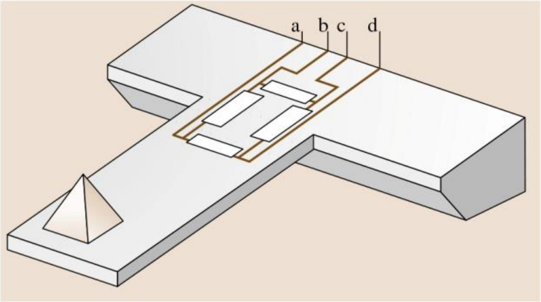
[2] Измерения контактной жесткости в атомно-силовом микроскопе. *Анкудинов АВ, Халисов ММ.* **ЖТФ 90, 11, 1951-1957 (2020)**

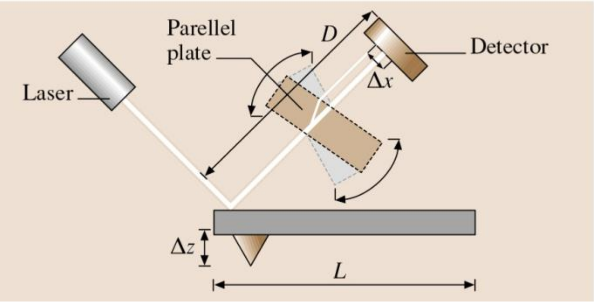
[3] Оптимизация измерений вектора силы взаимодействия в атомно-силовой микроскопии. *Анкудинов АВ, Минарский АМ.* **ЖТФ 91, 6, 1045-1058 (2021)**

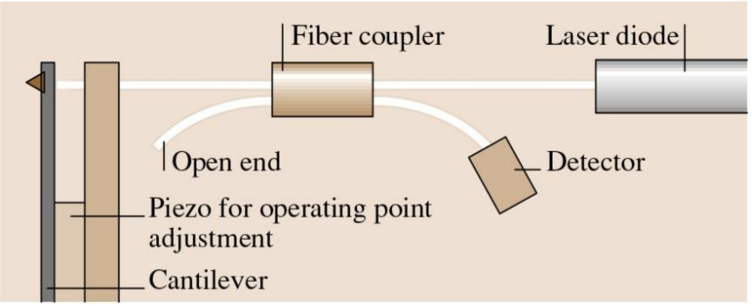
[4] К вопросу об АСМ-измерениях вектора силы взаимодействия посредством интерферометрии, оптического рычага и пьезорезистивного метода. *Анкудинов АВ.* **Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования 5, 67-73 (2022)**

$$
\begin{cases}
x = \dfrac{Y}{l_C} \\
z''(x) = \Pi^{-1} \dfrac{\Delta R_0(x)}{R_0} \dfrac{wt^2}{2k_C l_C^2} & \textit{Piezoresistive detection, PR} \\
z'(x) = tg\big(\alpha(x)\big) \cong \alpha(x) & \textit{Optical beam deflection, OBD} \\
z(x) = \dfrac{Z(x)}{l_C} & \textit{Interferometer readout, I}
\end{cases}
$$

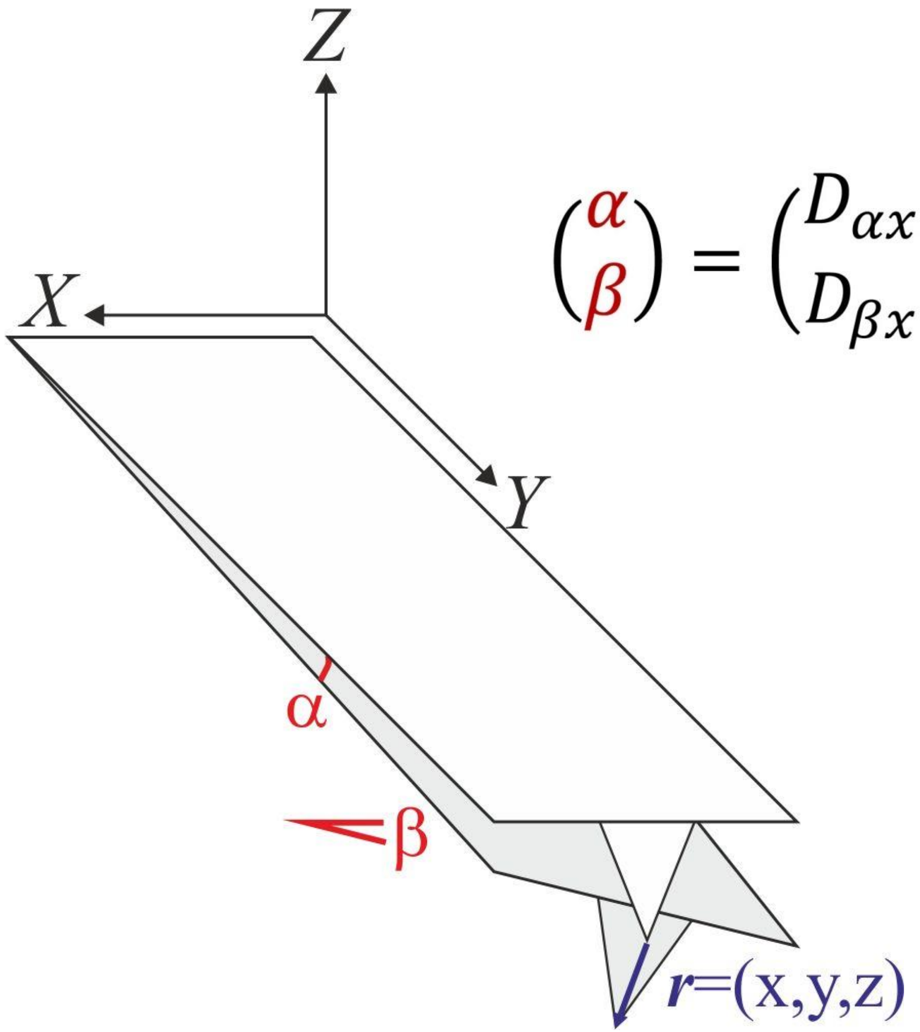
ПР (PR) ***ОР (OBD)*** ***И (I)***







По углам α и β в одной точке на консоли не определить 3D-вектор силы или смещения



$$\begin{pmatrix}\alpha\\ \beta\end{pmatrix} = \begin{pmatrix}D_{\alpha x} & D_{\alpha y} & D_{\alpha z}\\ D_{\beta x} & D_{\beta y} & D_{\beta z}\end{pmatrix}\cdot\begin{pmatrix}x\\ y\\ z\end{pmatrix}$$

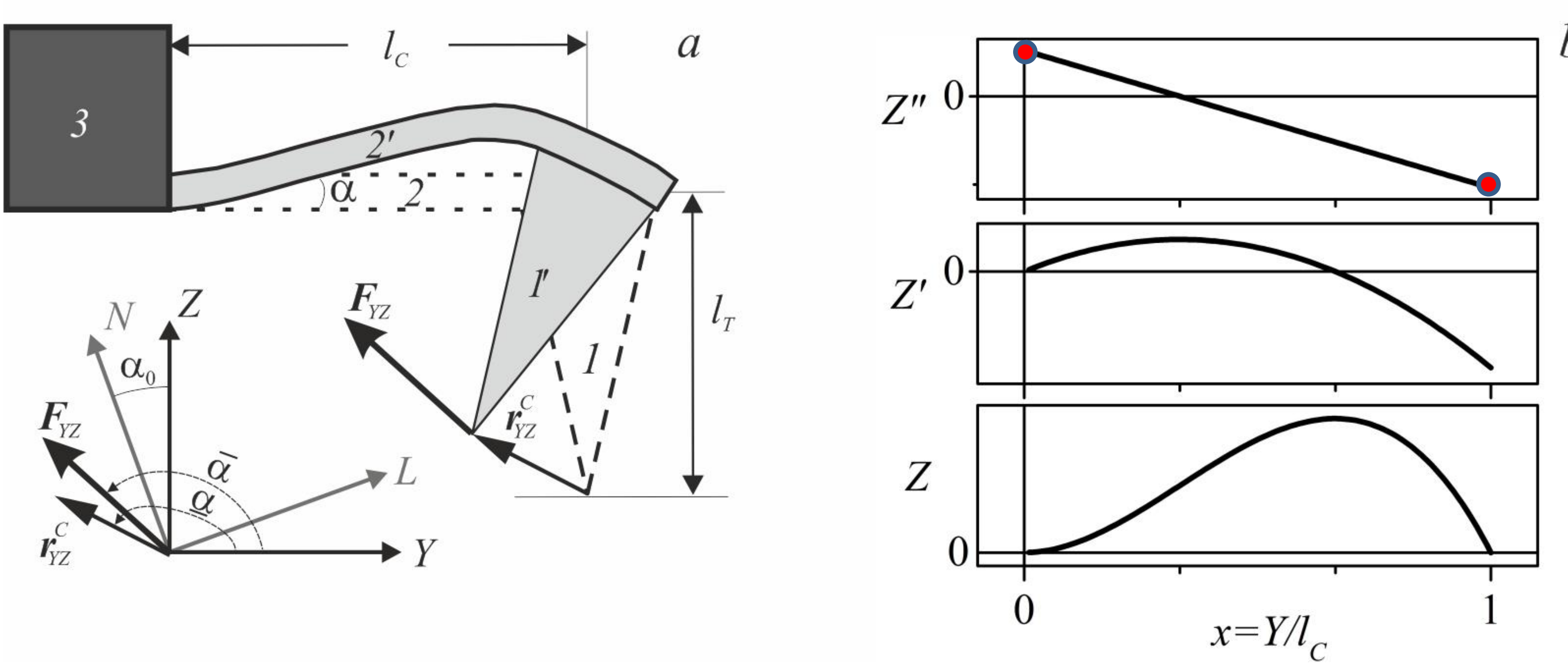
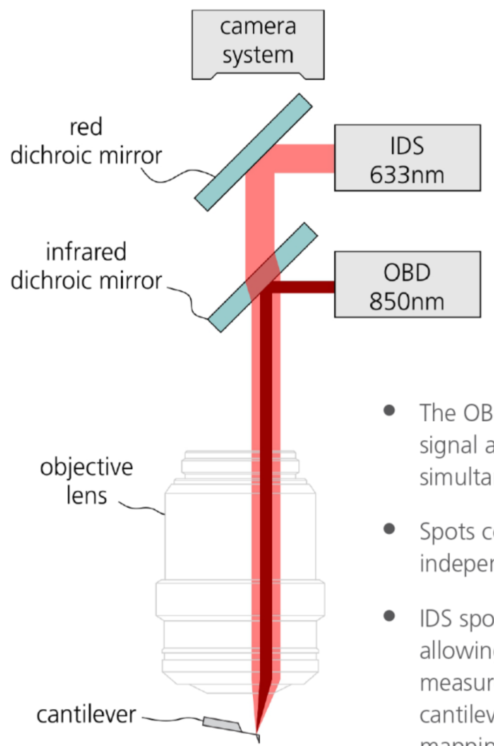


Рис. Изгиб «идеального» кантилевера. a – Недеформируемый зонд (1), высота l_T; консоль (2), длина l_T; держатель (3); сила $\mathbf{F}_{YZ}$, изгибая консоль (2′), смещает на $\mathbf{r}_{YZ}^C$ зонд (1′). Системы координат кантилевера XYZ, сканера XLN (ось N направлена вертикально, ось X – на читателя); угол установки держателя кантилевера $\alpha_0 \approx 20°$ в приборах НТ-МДТ СИ, Россия и $\approx 10°$ – Bruker, США; α – угол изгиба консоли; $\overline{\alpha}$ и $\underline{\alpha}$ – полярные углы векторов $\mathbf{F}_{YZ}$ и $\mathbf{r}_{YZ}^C$. b – Пример профилей (эпюр) Z'' (кривизны), Z' (угла изгиба), Z (смещения, изгиба консоли), взаимосвязанных параметрами a и b.

Interferometric Displacement Sensor Option for the Cypher AFM



- The OBD and the IDS signal are measured simultaneously.
- Spots controlled independently
- IDS spot < 3 μm allowing highly localized measurements, or cantilever mode shape mapping.

R. Sri Muthu Mrinalini, R. Sriramshankar, G.R. Jayanth
Direct measurement of 3D forces in AFM
IEEE/ASME Transactions on Mechatronics **20**, 5, 2184 (2015)

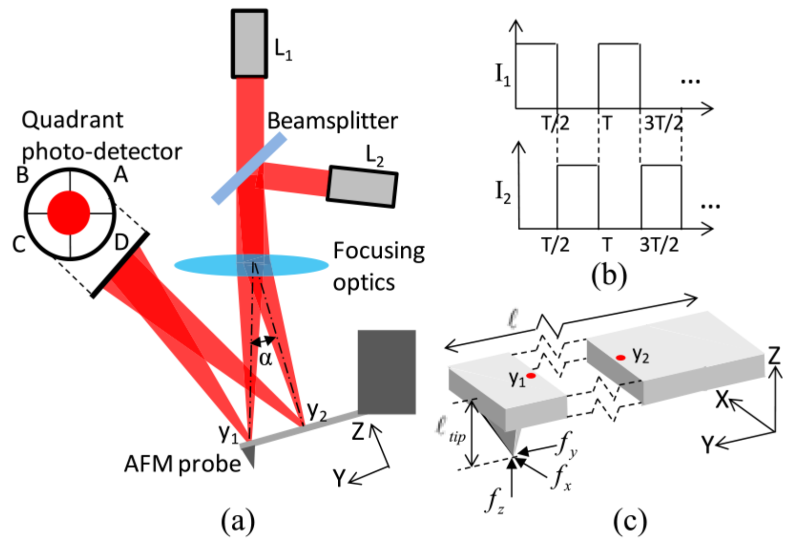


Fig. 1. Schematics showing (a) the construction of the proposed measurement system, (b) the proposed pulsing strategy for the laser beams, and (c) an AFM probe experiencing 3-D tip-sample forces.

Сочетание методов в одной точке:

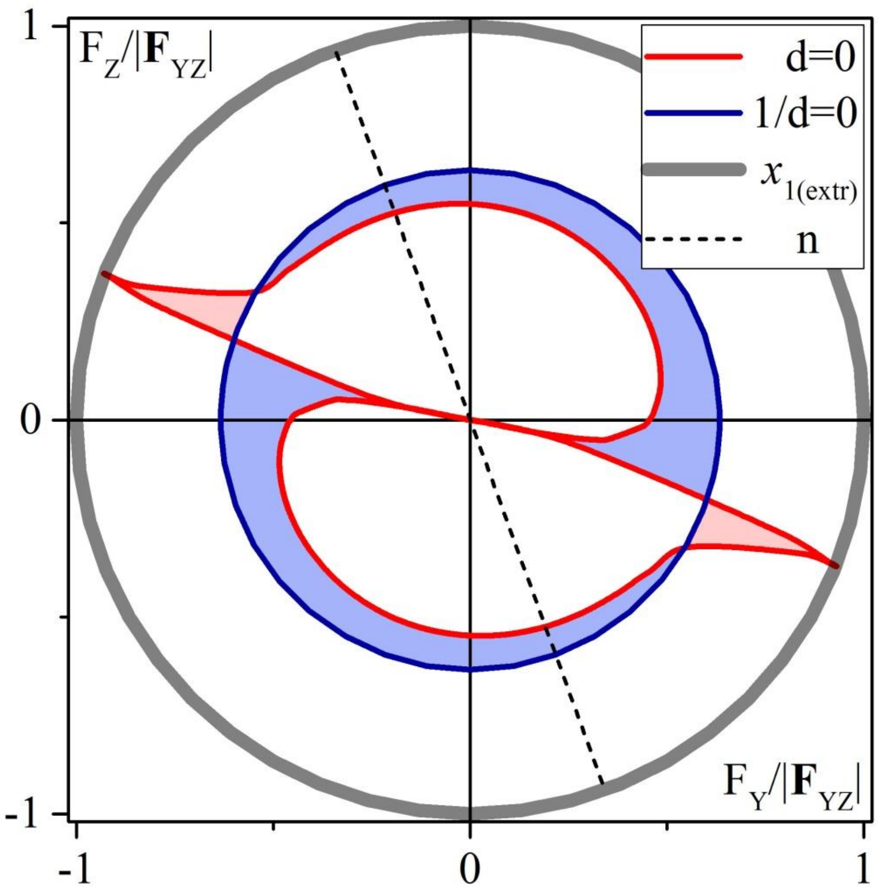
И+ОР,
И+ПР,
ОР+ПР.

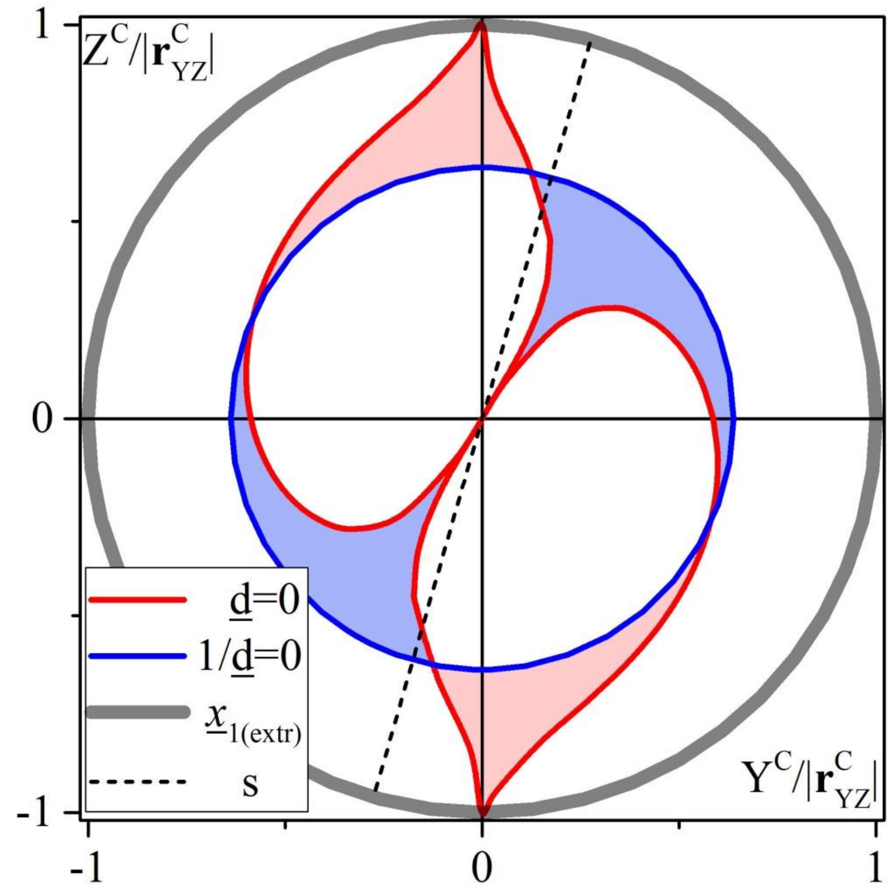
Один метод в двух точках:

И - интерферометр,
ОР - оптический рычаг,
ПР - пьезорезистивный.

И в 2-х точках

$\lambda = 1/5$





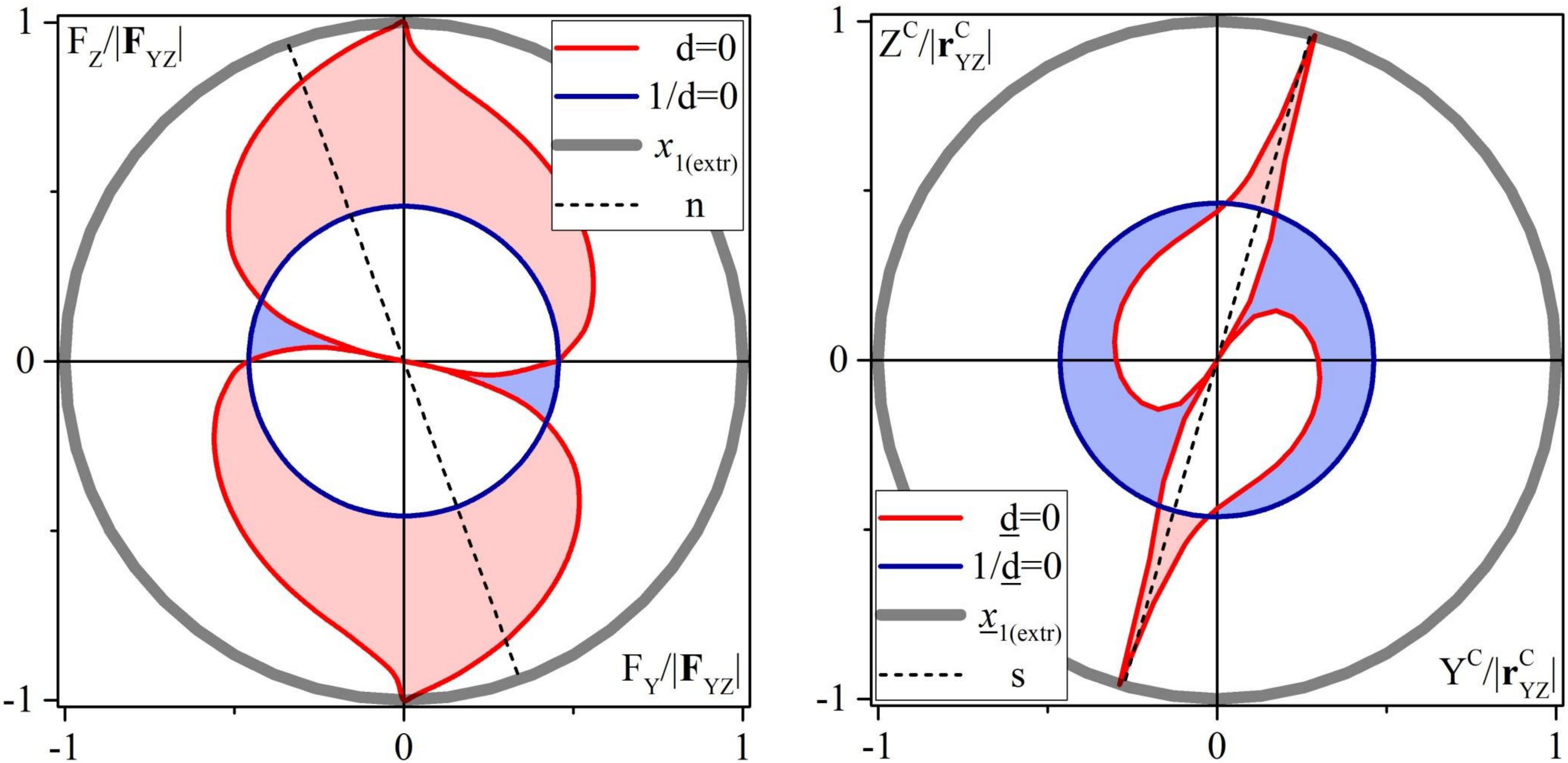
Вертикальная сила - пунктирный диаметр n. Например, на горизонтальной поверхности, есть только реакция опоры, нет трения

На горизонтальной поверхности, двигающейся вертикально зонд скользит - пунктирный диаметр s. ($tg\,\underline{\alpha} = (3\lambda + 2\,tg\,\overline{\alpha})/(6\lambda^2 + 3\lambda\,tg\,\overline{\alpha})$)

$\underline{d} \sim \sigma_z/\sigma_\psi$

ОР в 2-х точках

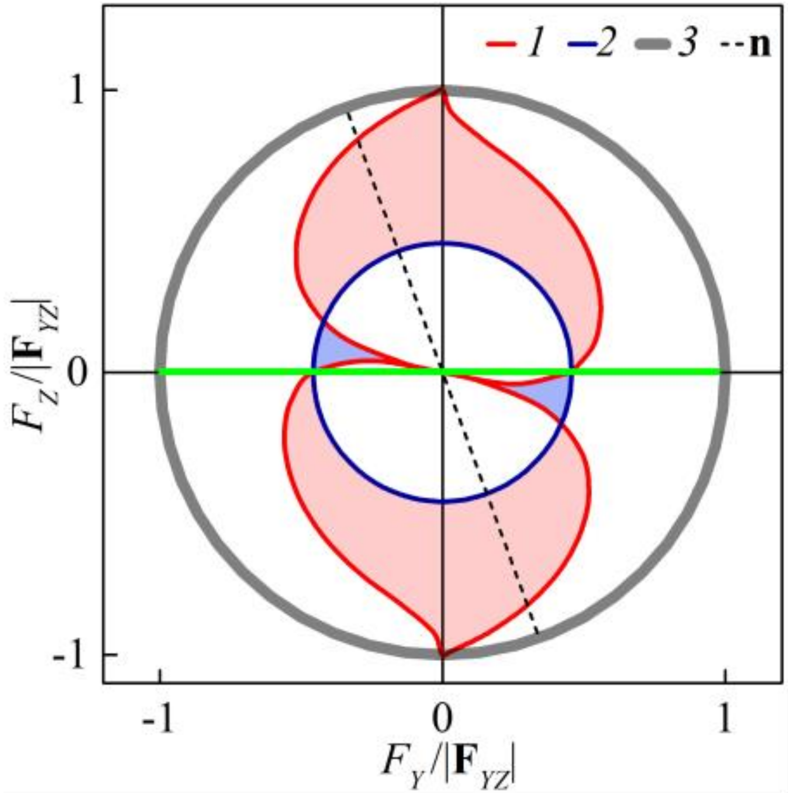
$\lambda = 1/5$

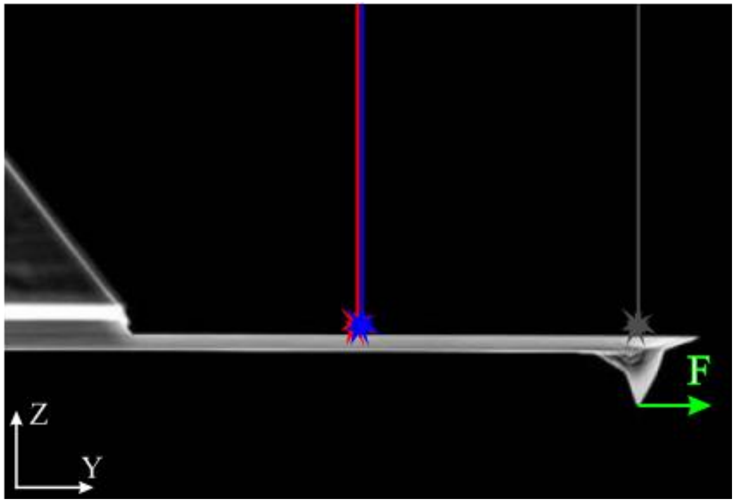


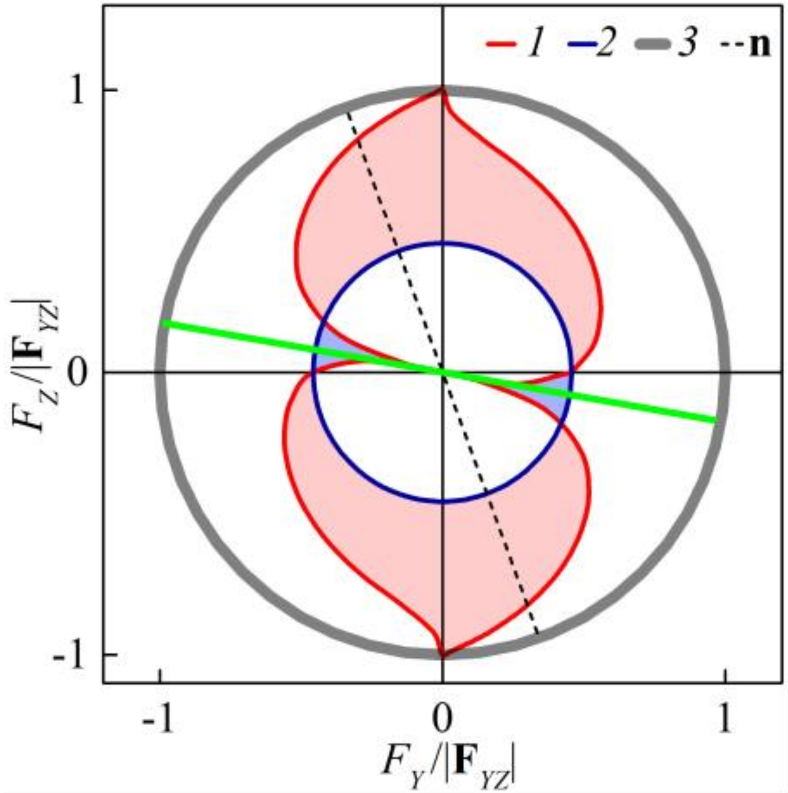
Вертикальная сила - пунктирный диаметр n. Например, на горизонтальной поверхности, есть только реакция опоры, нет трения

На горизонтальной поверхности, двигающейся вертикально зонд скользит - пунктирный диаметр s. ($tg\,\underline{\alpha} = (3\lambda + 2\,tg\,\overline{\alpha})/(6\lambda^2 + 3\lambda\,tg\,\overline{\alpha})$)

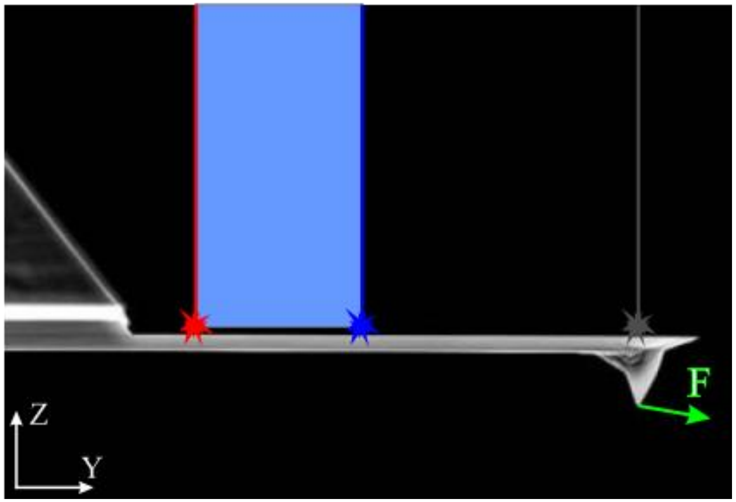
$\underline{d} \sim \sigma_{z'}/\sigma_{\psi}$


1
2
3
n
1
0
-1
-1
0
1
$F_Z/|\mathbf{F}_{YZ}|$
$F_Y/|\mathbf{F}_{YZ}|$

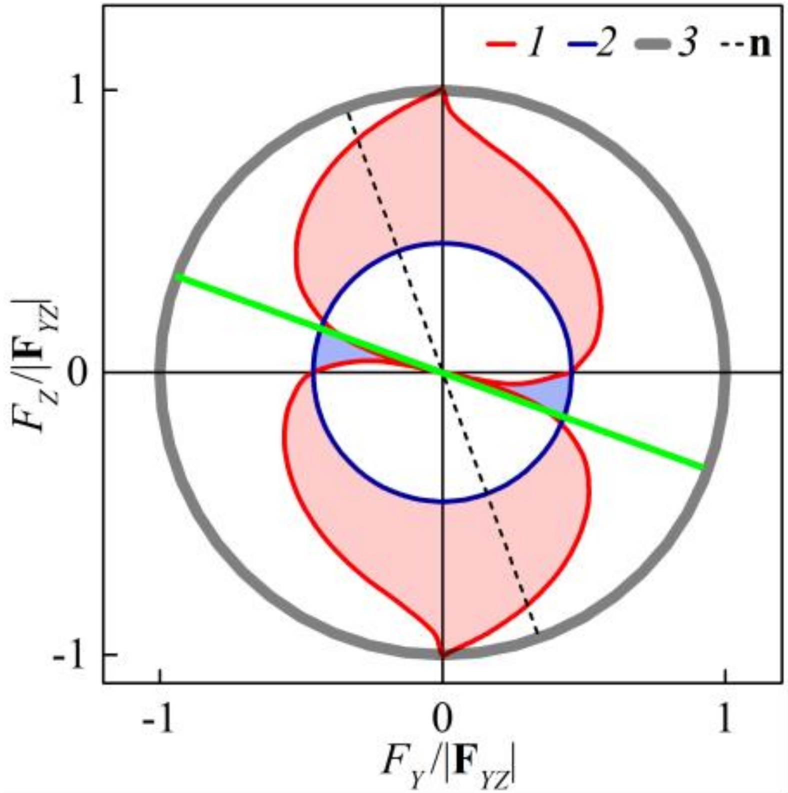

F
Z
Y



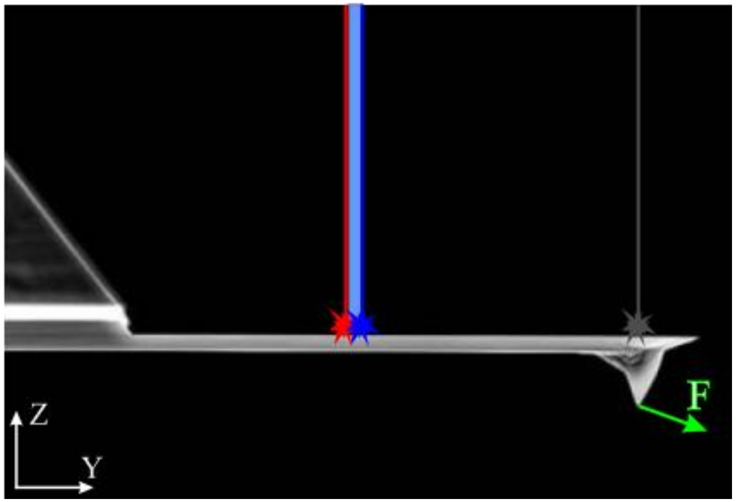
1
2
3
n
1
0
-1
-1
0
1
$F_Z/|\mathbf{F}_{YZ}|$
$F_Y/|\mathbf{F}_{YZ}|$



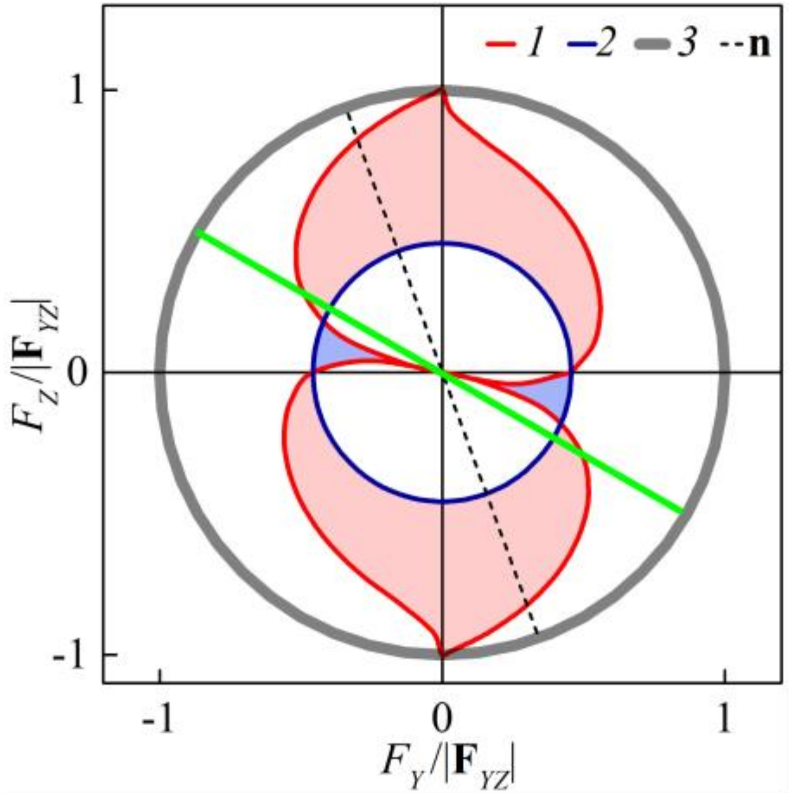
F
Z
Y

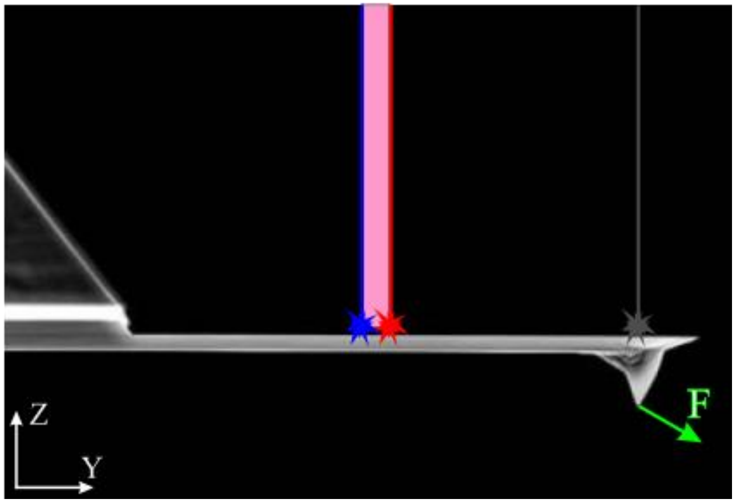


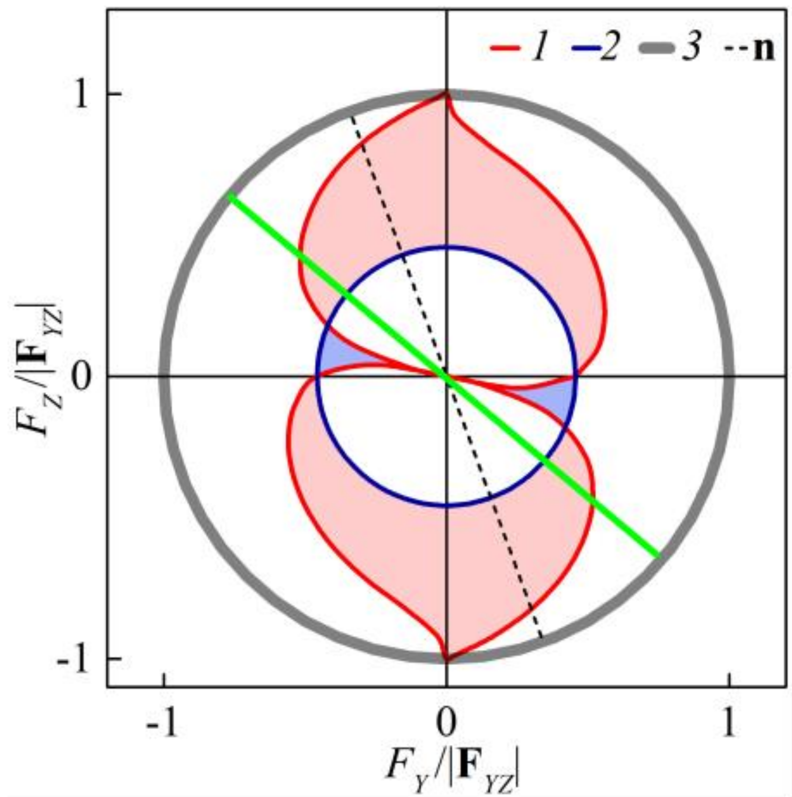
1
2
3
n
1
0
-1
-1
0
1
$F_Z/|\mathbf{F}_{YZ}|$
$F_Y/|\mathbf{F}_{YZ}|$

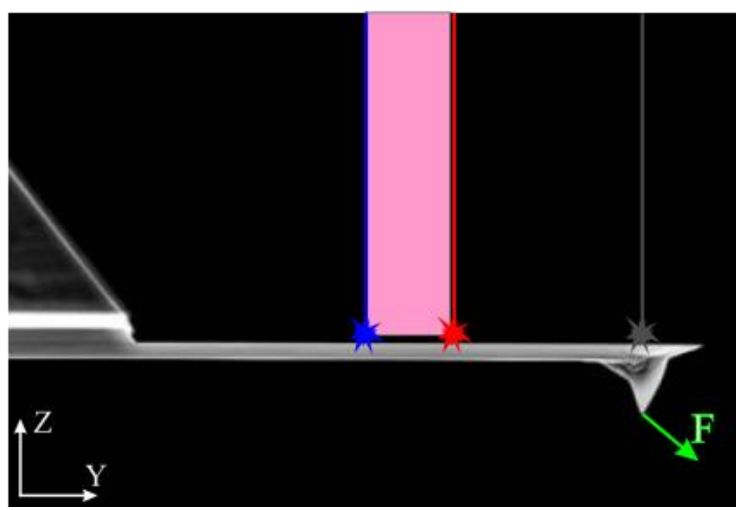


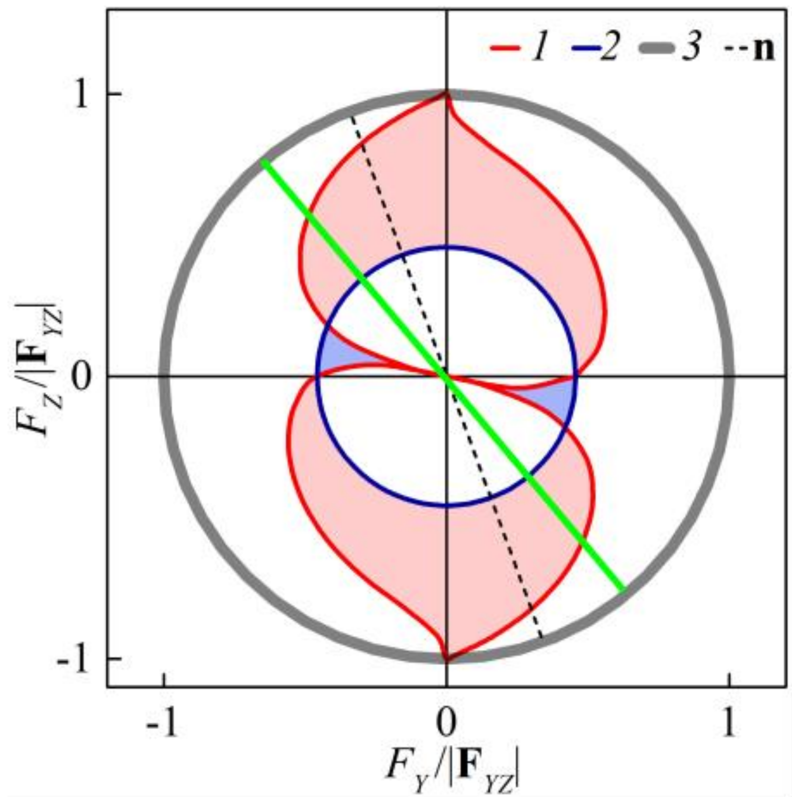
F
Z
Y


1
2
3
n
1
0
-1
-1
0
1
$F_Z/|\mathbf{F}_{YZ}|$
$F_Y/|\mathbf{F}_{YZ}|$

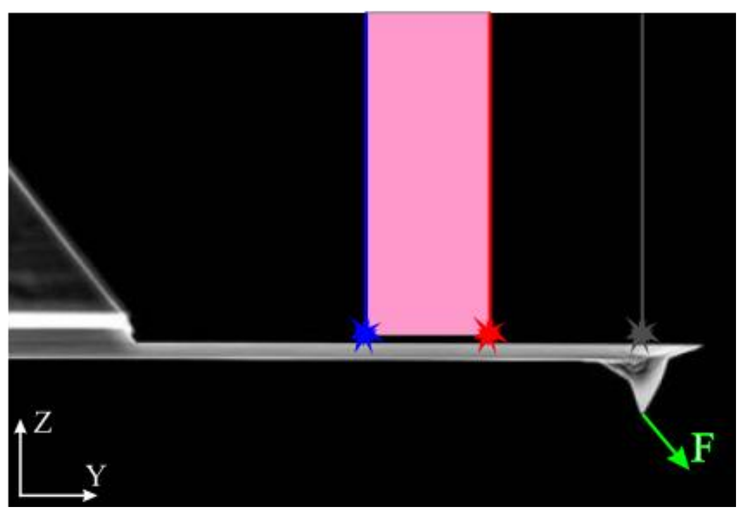

F
Z
Y


1
2
3
n
1
0
-1
-1
0
1
$F_Z/|\mathbf{F}_{YZ}|$
$F_Y/|\mathbf{F}_{YZ}|$

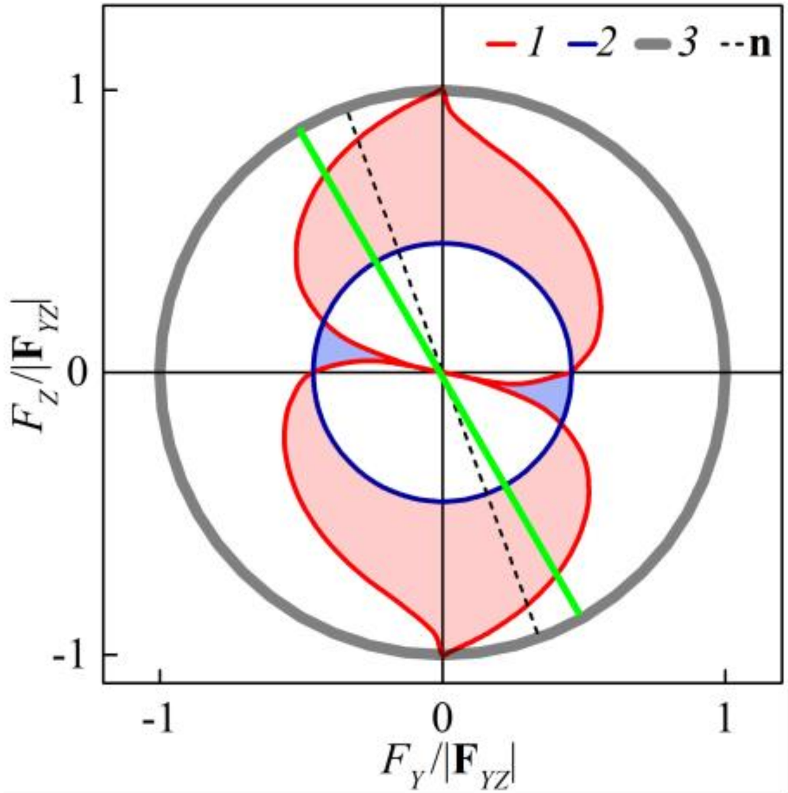

Z
Y
F

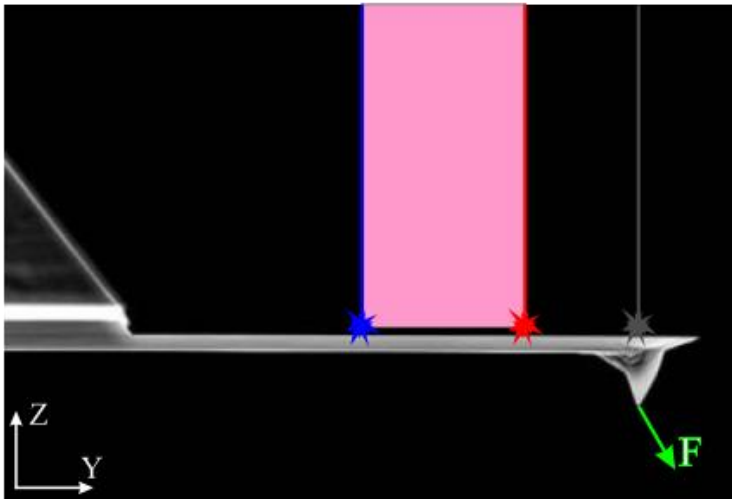


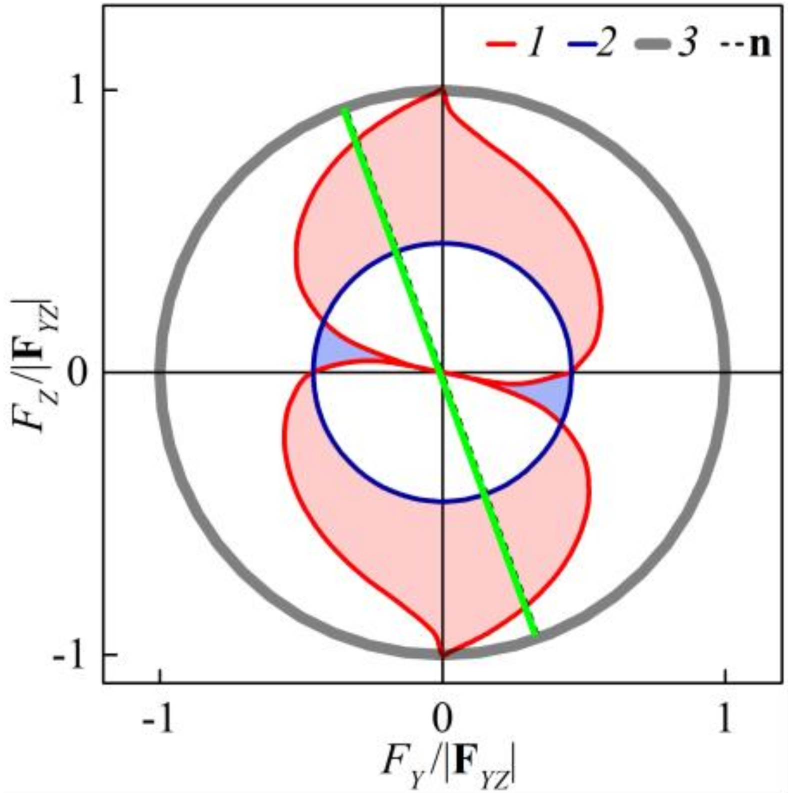
1
2
3
n
1
0
-1
-1
0
1
$F_Z/|\mathbf{F}_{YZ}|$
$F_Y/|\mathbf{F}_{YZ}|$

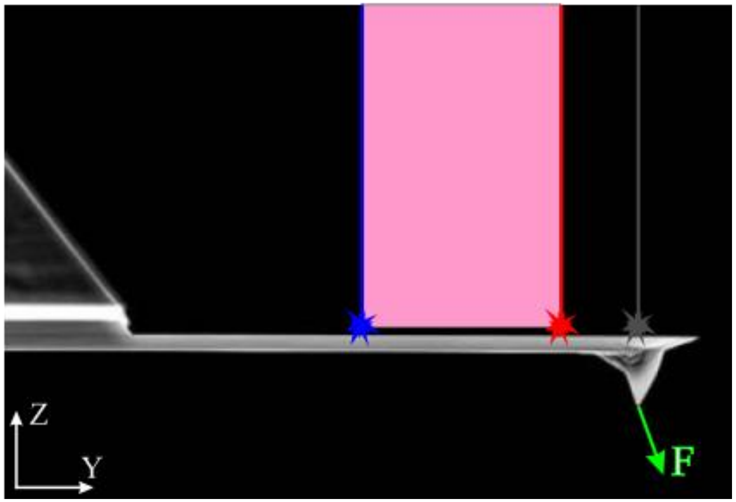


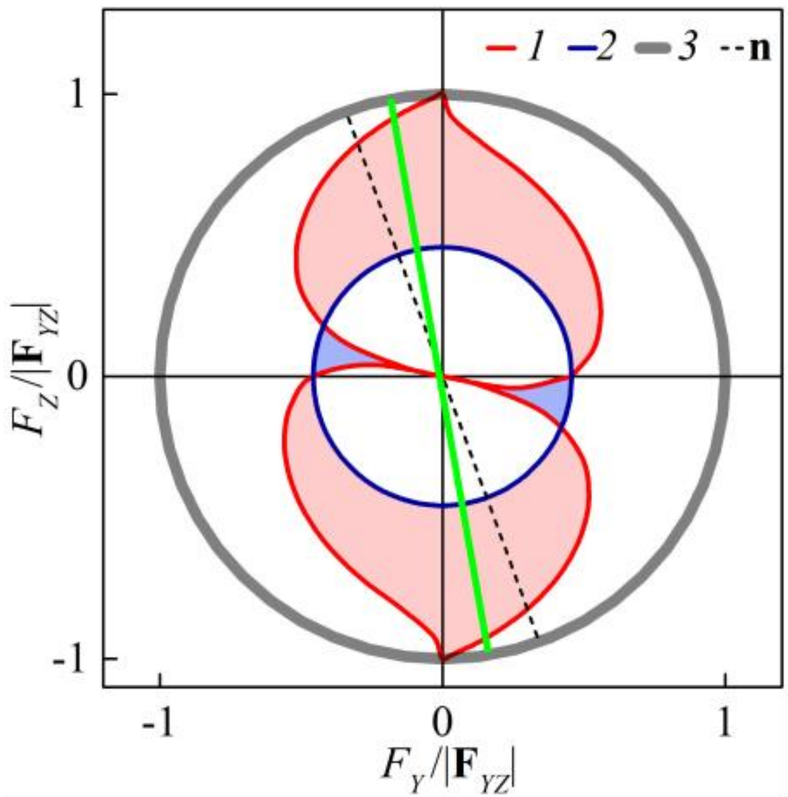
Z
Y
F


1
2
3
n
1
0
-1
-1
0
1
$F_Z/|\mathbf{F}_{YZ}|$
$F_Y/|\mathbf{F}_{YZ}|$

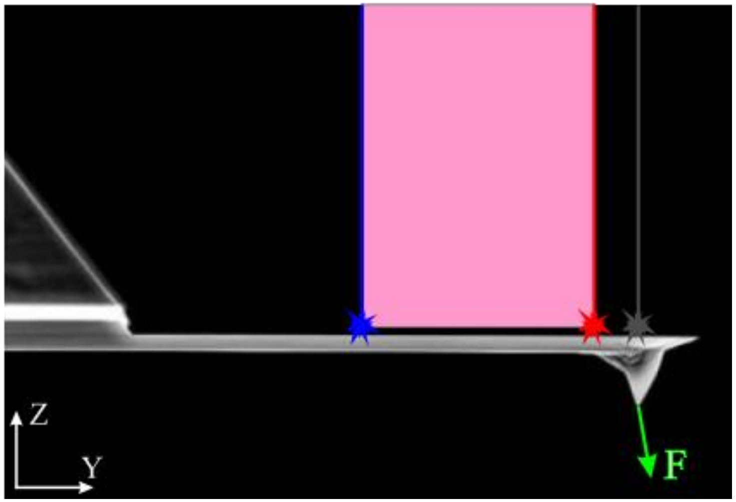

Z
Y
F


1
2
3
n
1
0
-1
-1
0
1
$F_Z/|\mathbf{F}_{YZ}|$
$F_Y/|\mathbf{F}_{YZ}|$

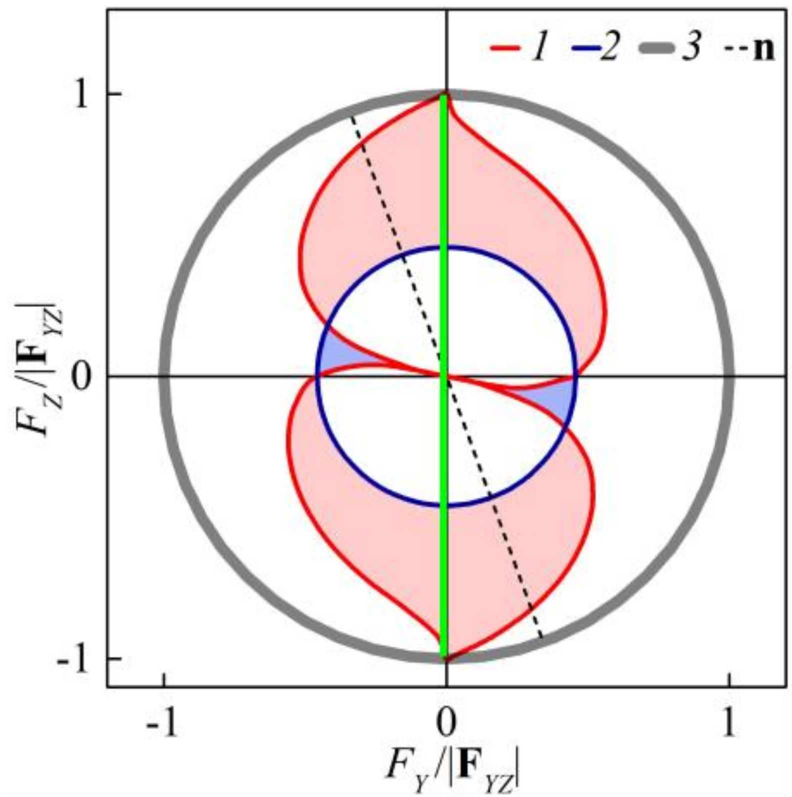

Z
Y
F

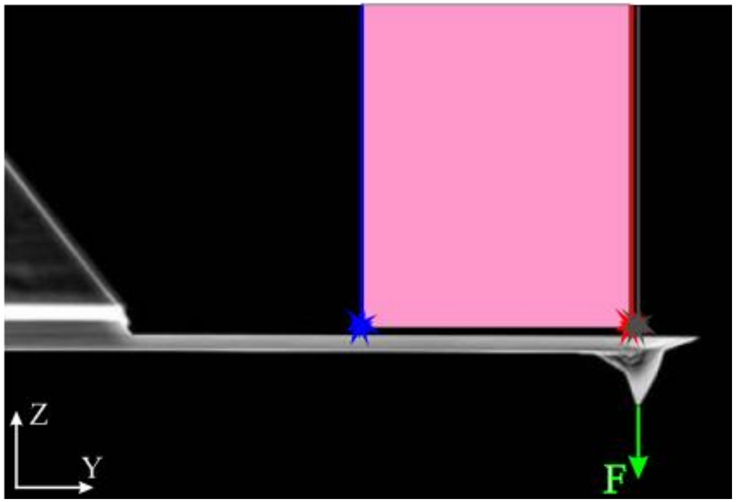


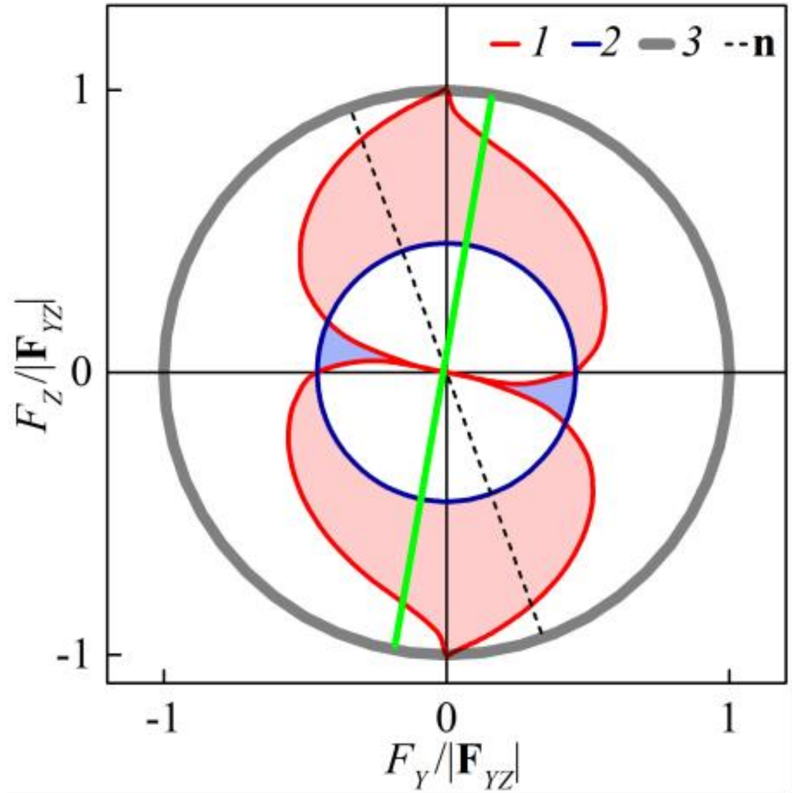
1
2
3
n
1
0
-1
-1
0
1
$F_Z/|\mathbf{F}_{YZ}|$
$F_Y/|\mathbf{F}_{YZ}|$

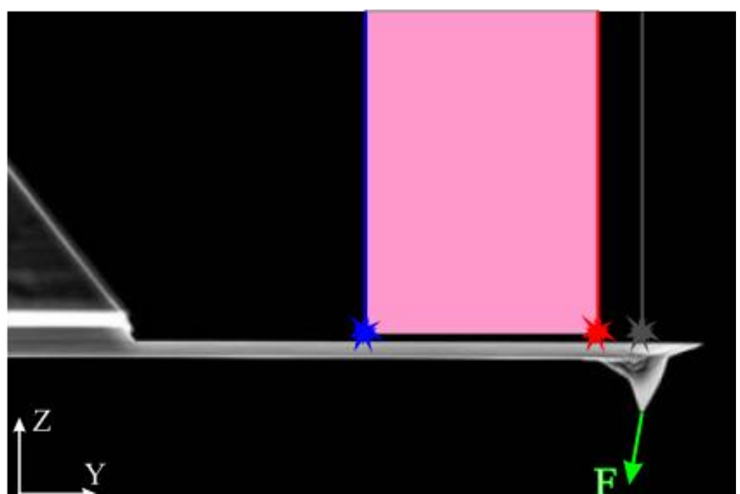


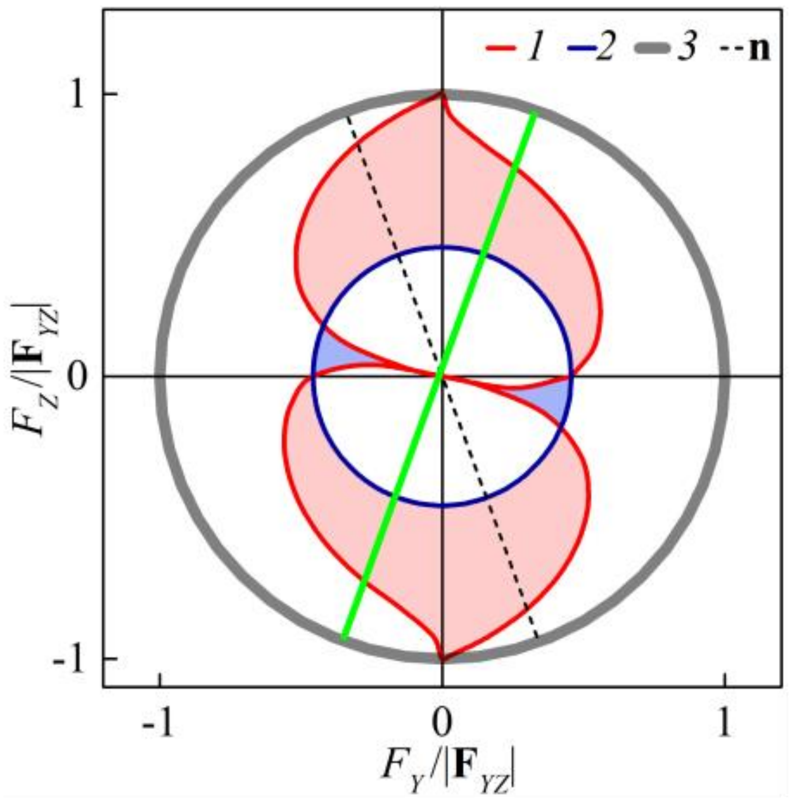
Z
Y
F

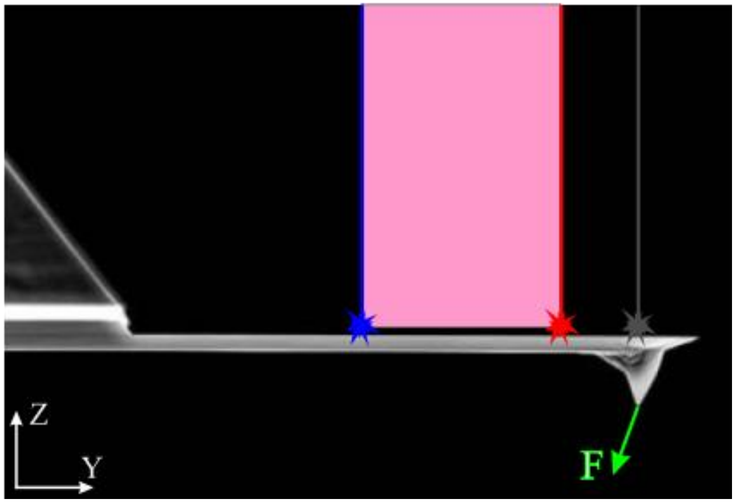

1
2
3
n
1
0
-1
-1
0
1
$F_Z/|\mathbf{F}_{YZ}|$
$F_Y/|\mathbf{F}_{YZ}|$

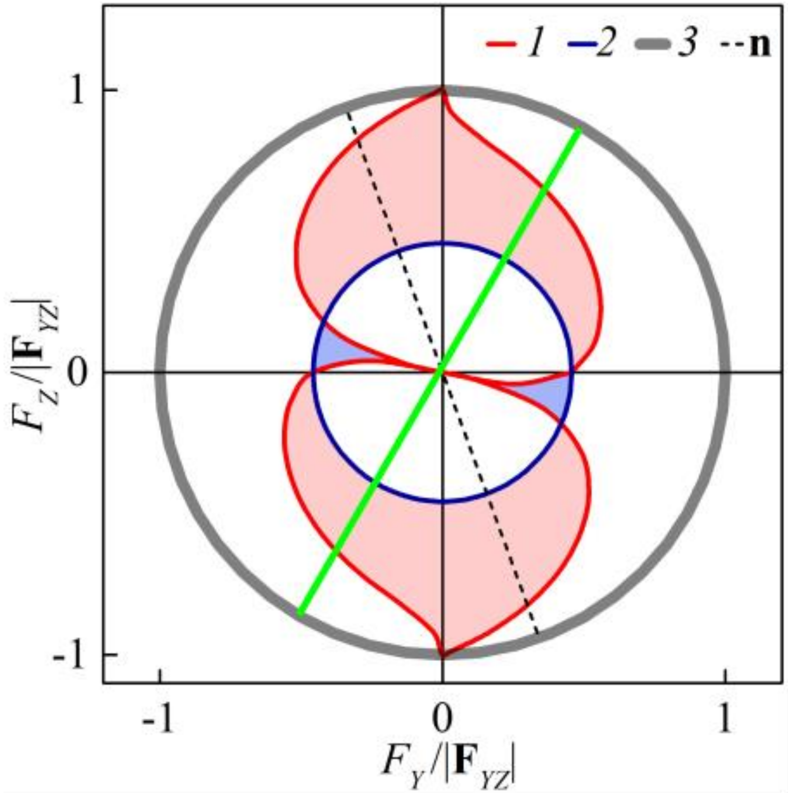

Z
Y
F

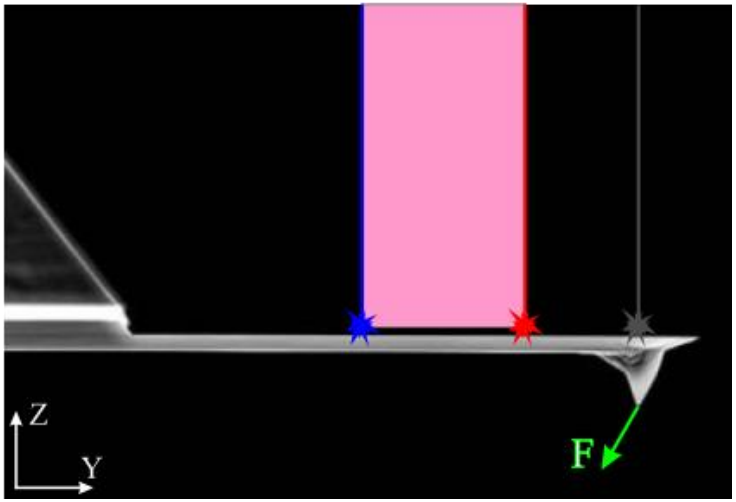

1
2
3
n
1
0
-1
-1
0
1
$F_Z/|\mathbf{F}_{YZ}|$
$F_Y/|\mathbf{F}_{YZ}|$

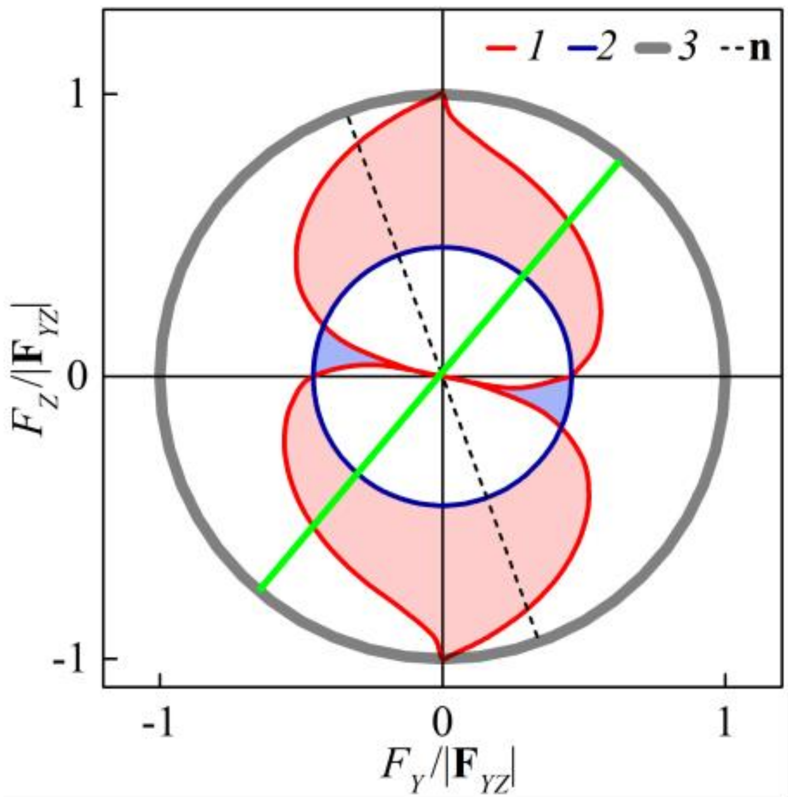

Z
Y
F


1
2
3
n
1
0
-1
-1
0
1
$F_Z/|\mathbf{F}_{YZ}|$
$F_Y/|\mathbf{F}_{YZ}|$

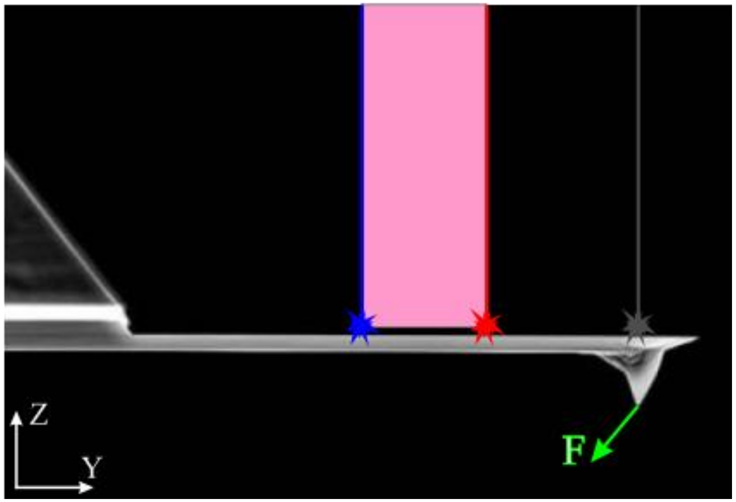

Z
Y
F


1
2
3
n
1
0
-1
-1
0
1
$F_Z/|\mathbf{F}_{YZ}|$
$F_Y/|\mathbf{F}_{YZ}|$

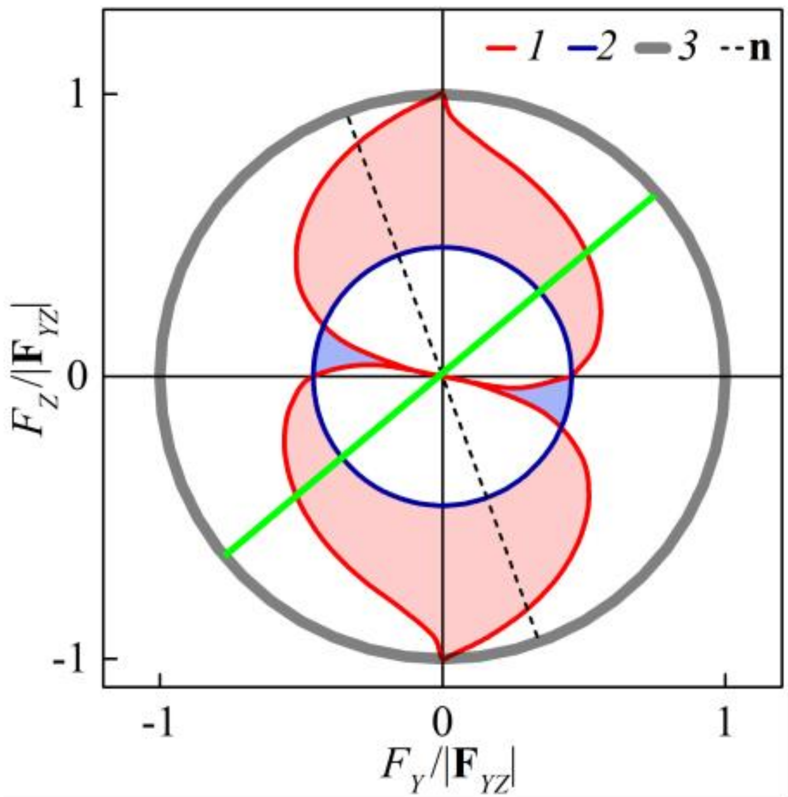

Z
Y
F



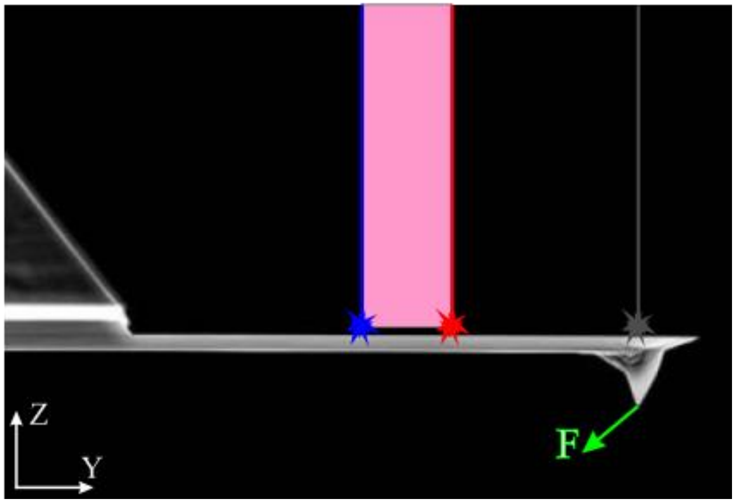
1
2
3
n
1
0
-1
-1
0
1
$F_Z/|\mathbf{F}_{YZ}|$
$F_Y/|\mathbf{F}_{YZ}|$



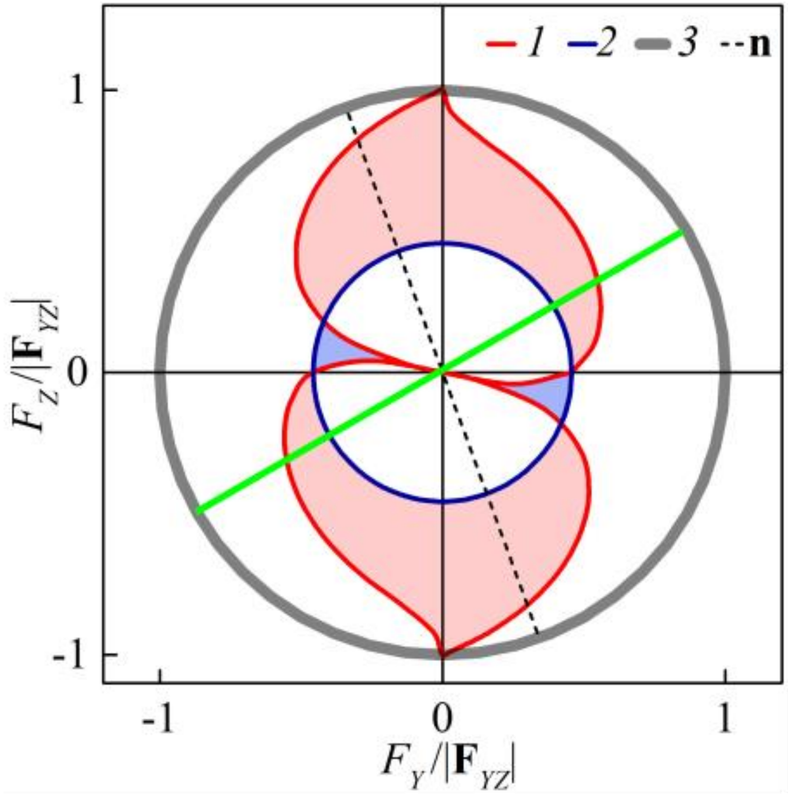
Z
Y
F

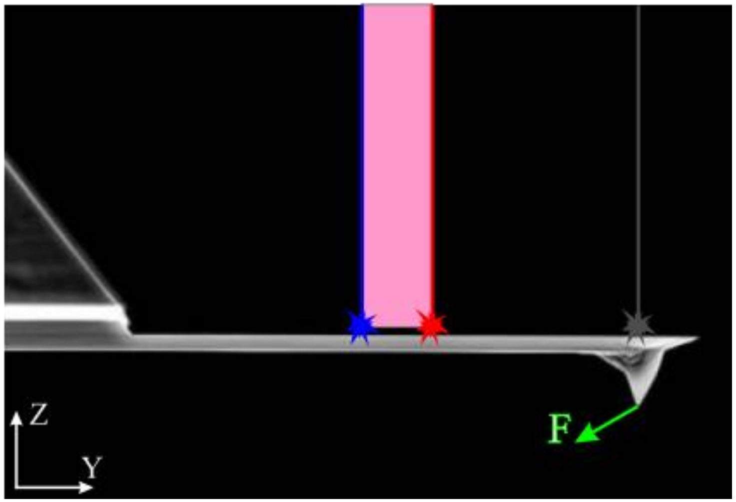


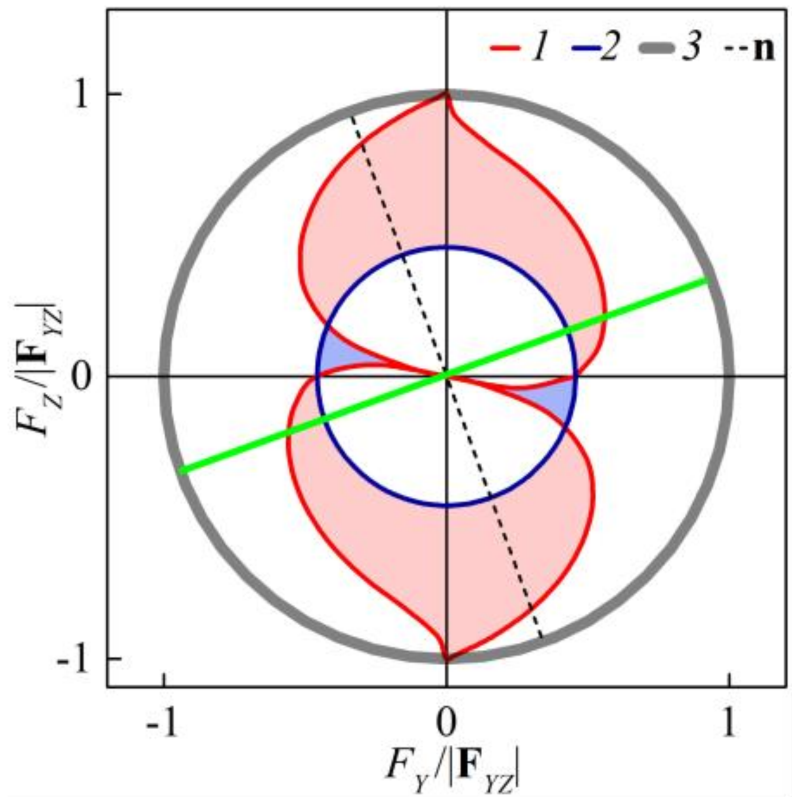
1
2
3
n
1
0
-1
-1
0
1
$F_Z/|\mathbf{F}_{YZ}|$
$F_Y/|\mathbf{F}_{YZ}|$

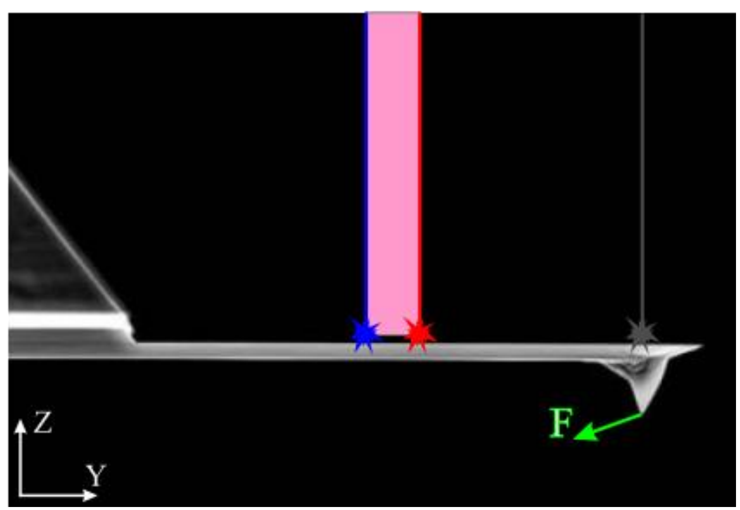


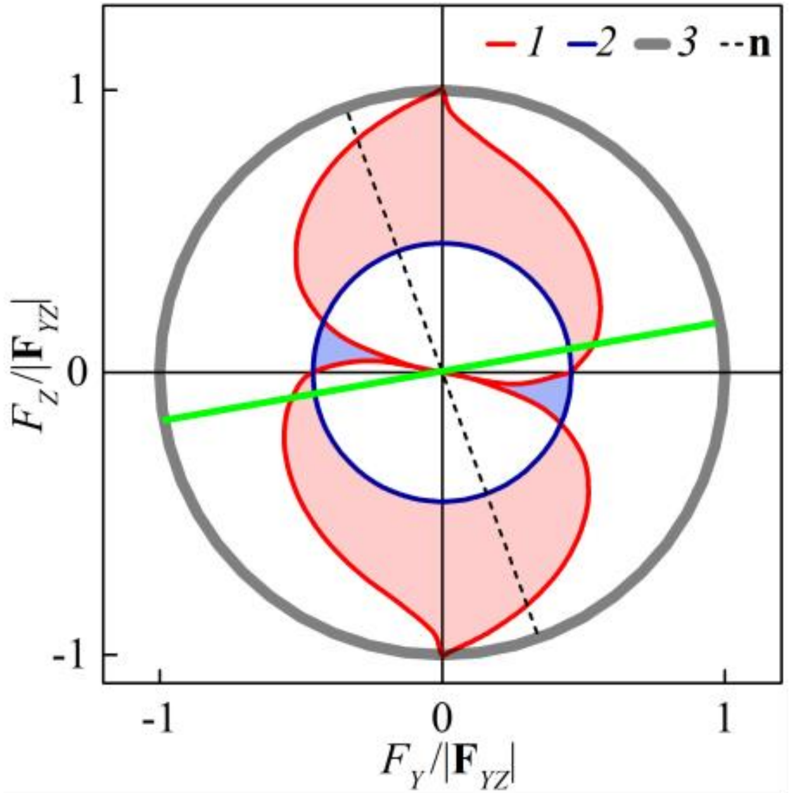
Z
Y
F


1
2
3
n
1
0
-1
-1
0
1
$F_Z/|\mathbf{F}_{YZ}|$
$F_Y/|\mathbf{F}_{YZ}|$

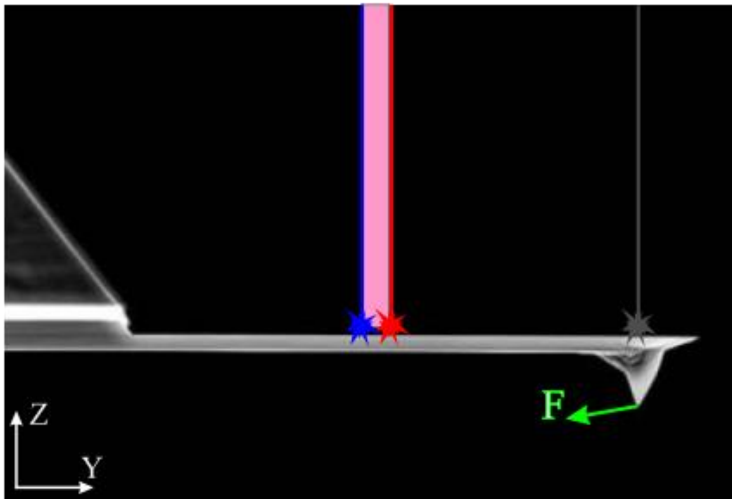

Z
Y
F


1
2
3
n
1
0
-1
-1
0
1
$F_Z/|\mathbf{F}_{YZ}|$
$F_Y/|\mathbf{F}_{YZ}|$

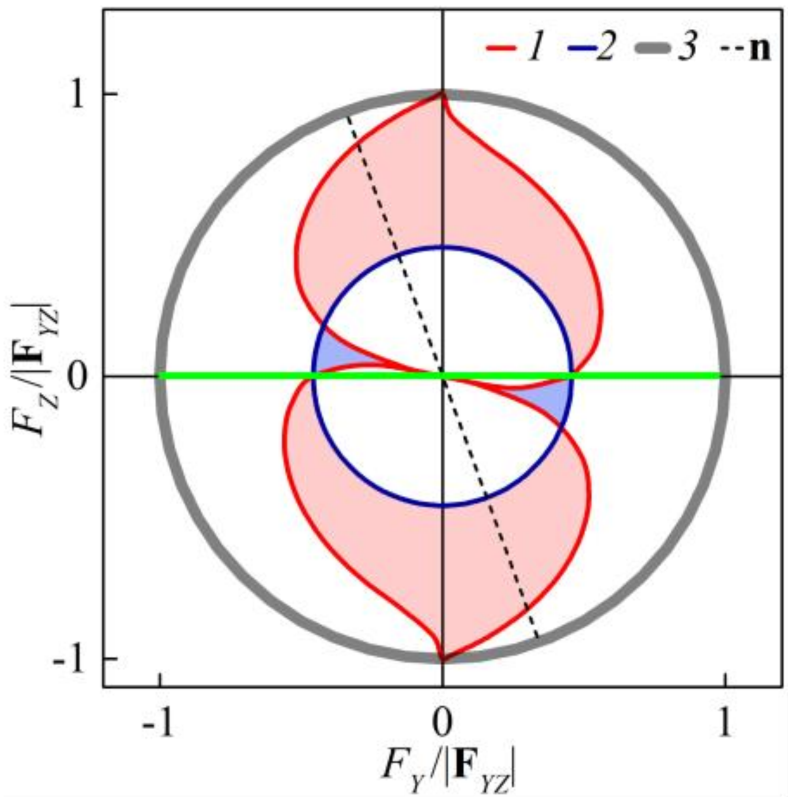

Z
Y
F



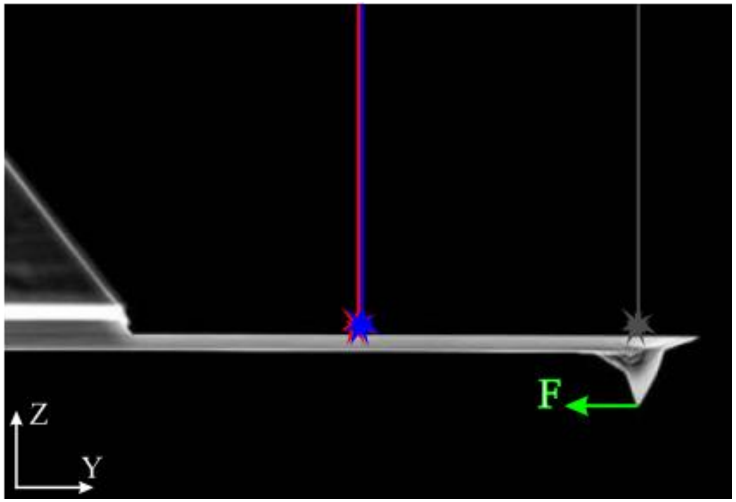
1
2
3
n
1
0
-1
-1
0
1
$F_Z/|\mathbf{F}_{YZ}|$
$F_Y/|\mathbf{F}_{YZ}|$



F
Z
Y



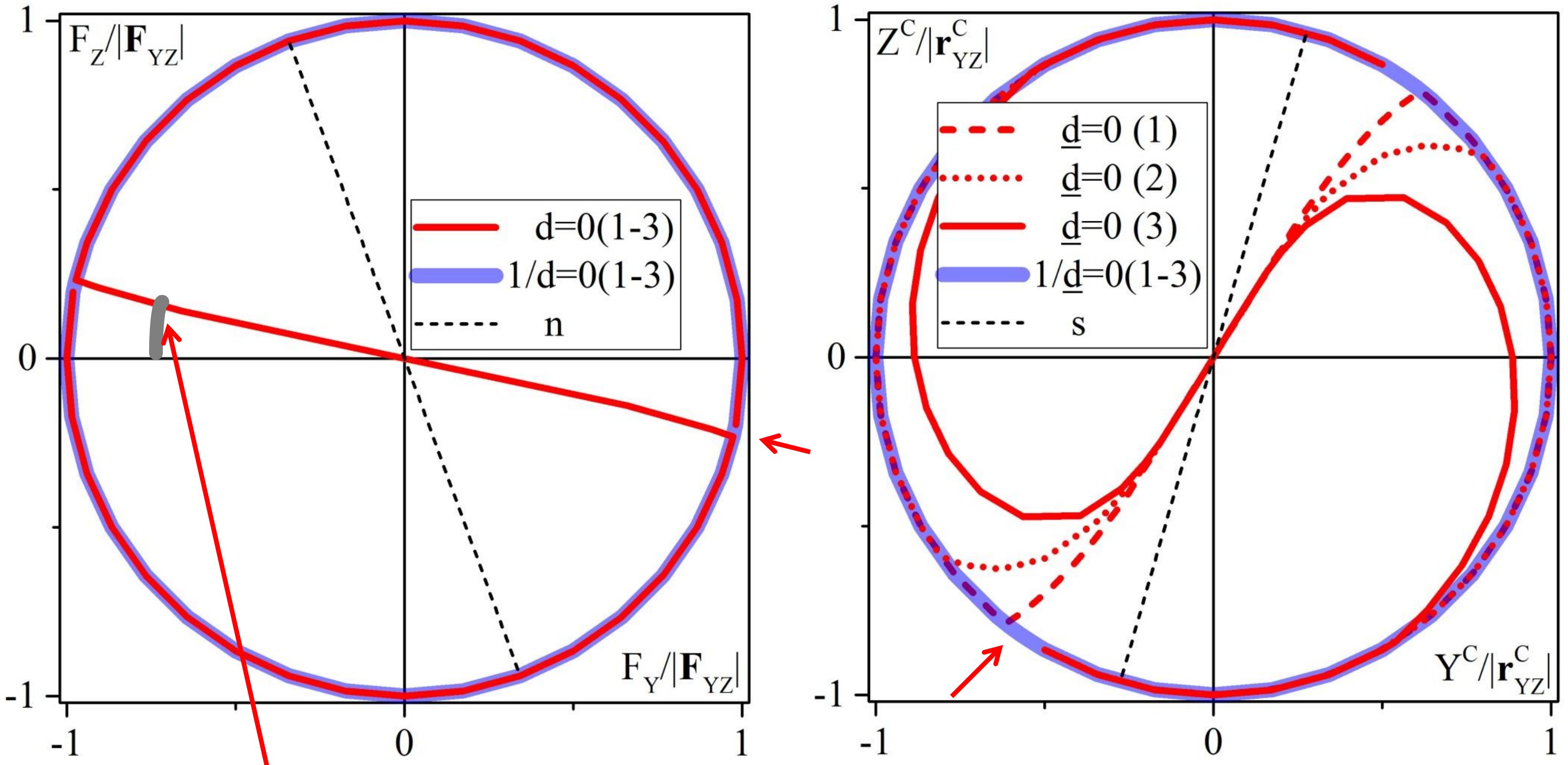
1
2
3
n
1
0
-1
-1
0
1
$F_Z/|\mathbf{F}_{YZ}|$
$F_Y/|\mathbf{F}_{YZ}|$



F
Z
Y

Сочетания методов в 1-ой точке: И+ОР-1, И+ПР-2, ОР+ПР-3

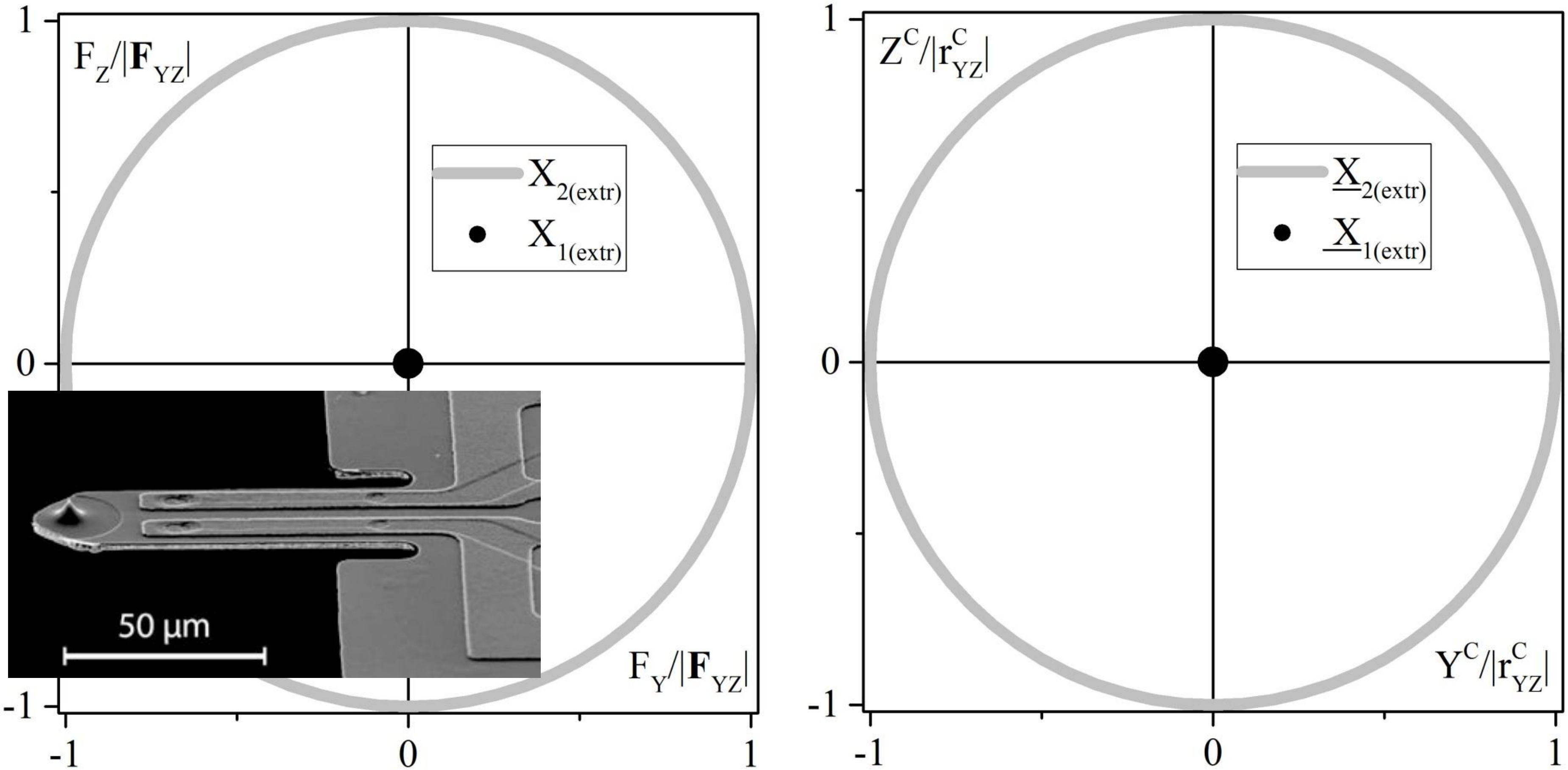
λ=1/5



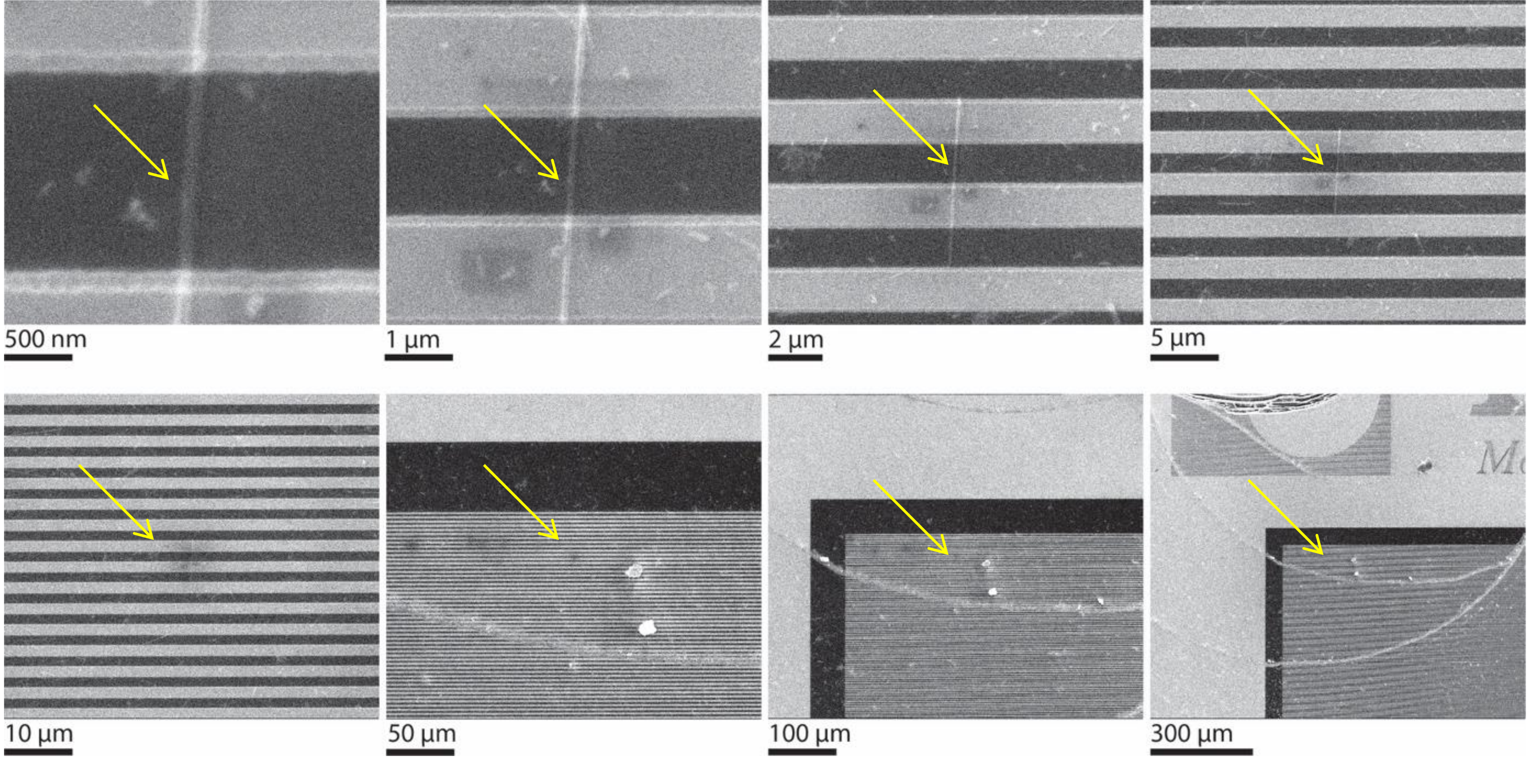
$tg(\alpha) = -\lambda;\ F_Y l_T + F_Z l_C = 0$

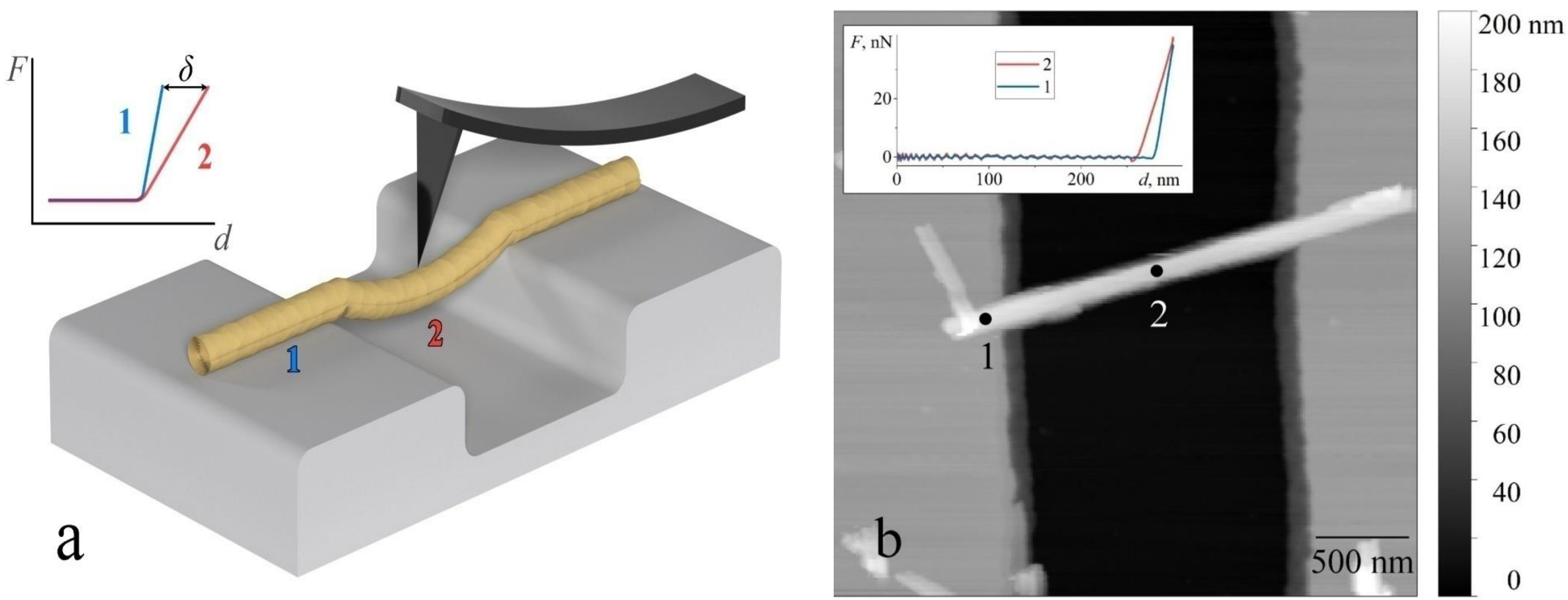
$tg\,\underline{\alpha} = (3\lambda + 2\,tg\,\overline{\alpha})/(6\lambda^2 + 3\lambda\,tg\,\overline{\alpha})$

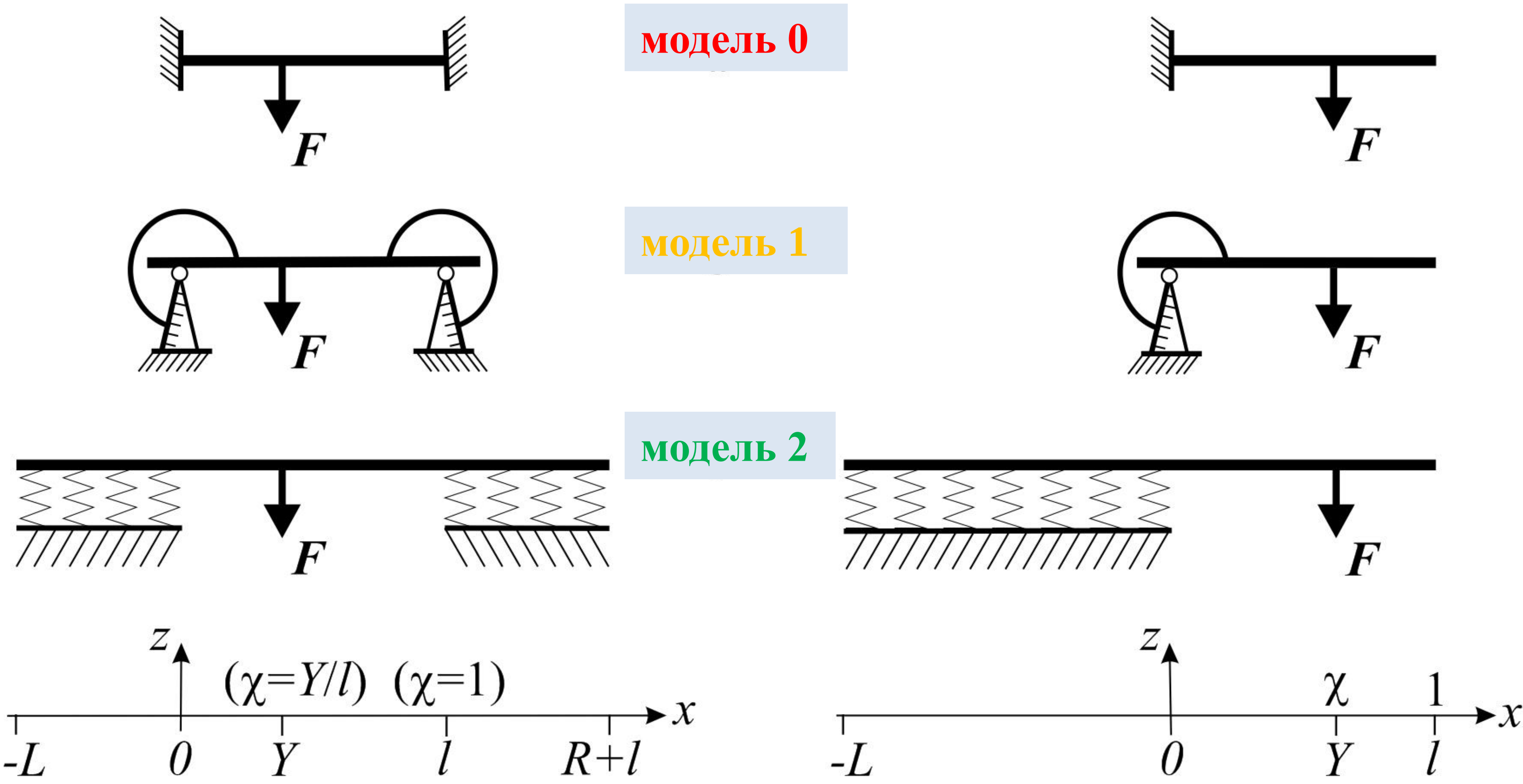
ПР в 2-х точках (кантилевер с пезорезистором)



[Анкудинов А.В. Поверхность. Рентг., синхротронные и нейтронные исследования **5**, 67–73 (2022). Анкудинов А.В., Минарский А.М. ЖТФ **91**, 6, 1045–1058 (2021)]


500 nm
1 µm
2 µm
5 µm
10 µm
50 µm
100 µm
300 µm


F
δ
1
2
d
1
2
a
F, nN
2
1
20
0
0
100
200
d, nm
1
2
b
500 nm
200 nm
180
160
140
120
100
80
60
40
0

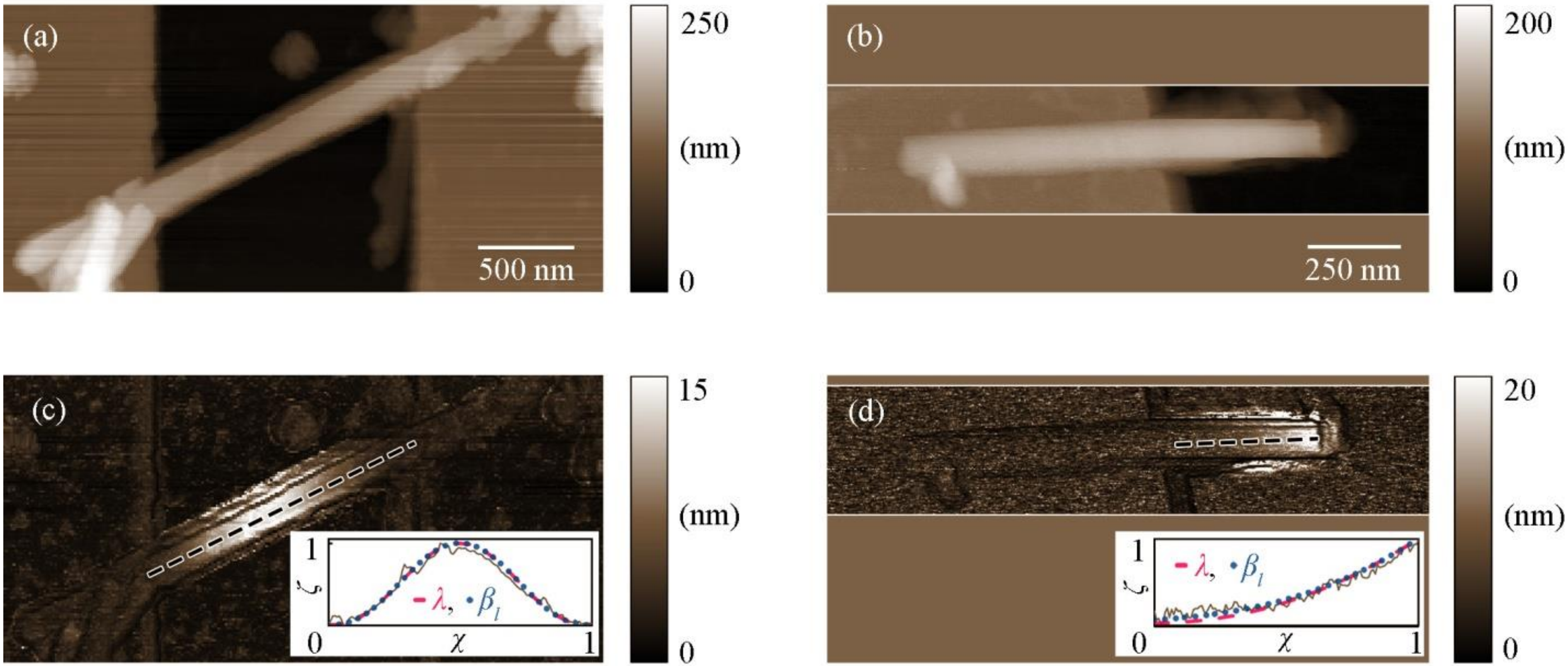


Зажатая балка и консоль, **модель 0**, ***a***. Балка, консоль на кольцевых пружинах, **модель 1** (*пружина создает момент сил* EIz^{II} *пропорциональный углу отклонения балки* z^{I}), ***b***. Балка, консоль на упругих основаниях с коэффициентом постели E_B, протяженностью R и L, **модель 2**, ***c***. Начало координат расположено на краю левой опоры, длина мостика и консоли l, сила $\boldsymbol{F}$ приложена в $x=Y$.

Приближение Бернулли-Эйлера-Кулона. Расчет модуля Юнга, E, для трех модельных условий закрепления: **0** – защемление; **1** – кольцевые пружины; **2** – упругое основание Винклера.

номер модели i, объект	ζ_i – подгоночная зависимость для нормированного профиля податливости	Φ_i – фактор коррекции
0, консоль	χ^3	1
0, мостик	$64(\chi-\chi^2)^3$	1
1, консоль	$\frac{3\lambda\chi^2+\chi^3}{3\lambda+1}$	$1+3\lambda$
1, мостик	$64\frac{3\lambda(4\lambda+1)(\chi-\chi^2)^2+(2\lambda+1)(\chi-\chi^2)^3}{(8\lambda+1)(6\lambda+1)}$	$\frac{1+8\lambda}{1+2\lambda}$
2, консоль	$\frac{3+6\beta_l\chi+6\beta_l^2\chi^2+2\beta_l^3\chi^3}{3+6\beta_l+6\beta_l^2+2\beta_l^3}$	$1+\frac{3+6\beta_l+6\beta_l^2}{2\beta_l^3}$
2, мостик	$32\left\{\begin{aligned}&\frac{3(6+12\beta_l+12\beta_l^2+6\beta_l^3+\beta_l^4)+6(3+4\beta_l+\beta_l^2)\beta_l^3(\chi-\chi^2)}{(2+\beta_l)(12+12\beta_l+6\beta_l^2+\beta_l^3)(24+12\beta_l+6\beta_l^2+\beta_l^3)}\\&+\frac{6(1+3\beta_l+\beta_l^2)\beta_l^4(\chi-\chi^2)^2+2(2+\beta_l)\beta_l^6(\chi-\chi^2)^3}{(2+\beta_l)(12+12\beta_l+6\beta_l^2+\beta_l^3)(24+12\beta_l+6\beta_l^2+\beta_l^3)}\end{aligned}\right\}$	$1+\frac{24+12\beta_l+6\beta_l^2}{\beta_l^3}$

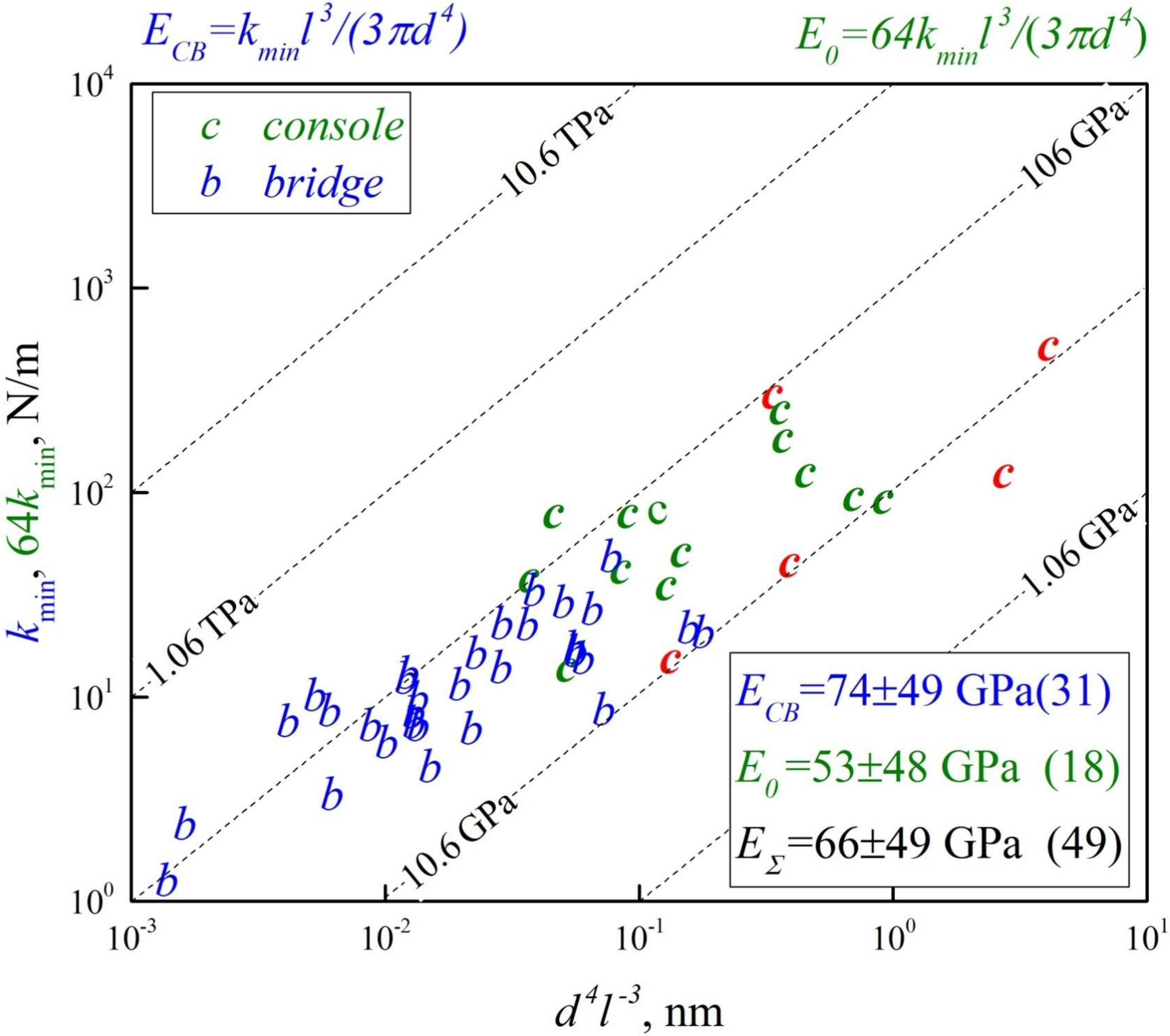
Параметры подгонки $\lambda, \beta_l \in [0,\infty)$ и переменная $\chi \in [0,1]$ безразмерны. Для консоли и мостика: $E_i = \Phi_i E_0$ и $E_i = \Phi_i E_{CB}$, $i = 0,1,2$.



АСМ-изображения рельефа решетки TGZ2 с $MgNi_2Si_2O_5(OH)_4$ наносвитками, образовавшими (a) мостик и (b) консоль над углублением. (c), (d) – АСМ-карты скорректированной деформации (a), (b) соответственно. Пунктиром обозначены места извлечения профилей деформации. На вставках нормированные профили податливости мостика и консоли: черный профиль – эксперимент, красный λ , синий β_l – его аппроксимации по **моделям 1 и 2**.

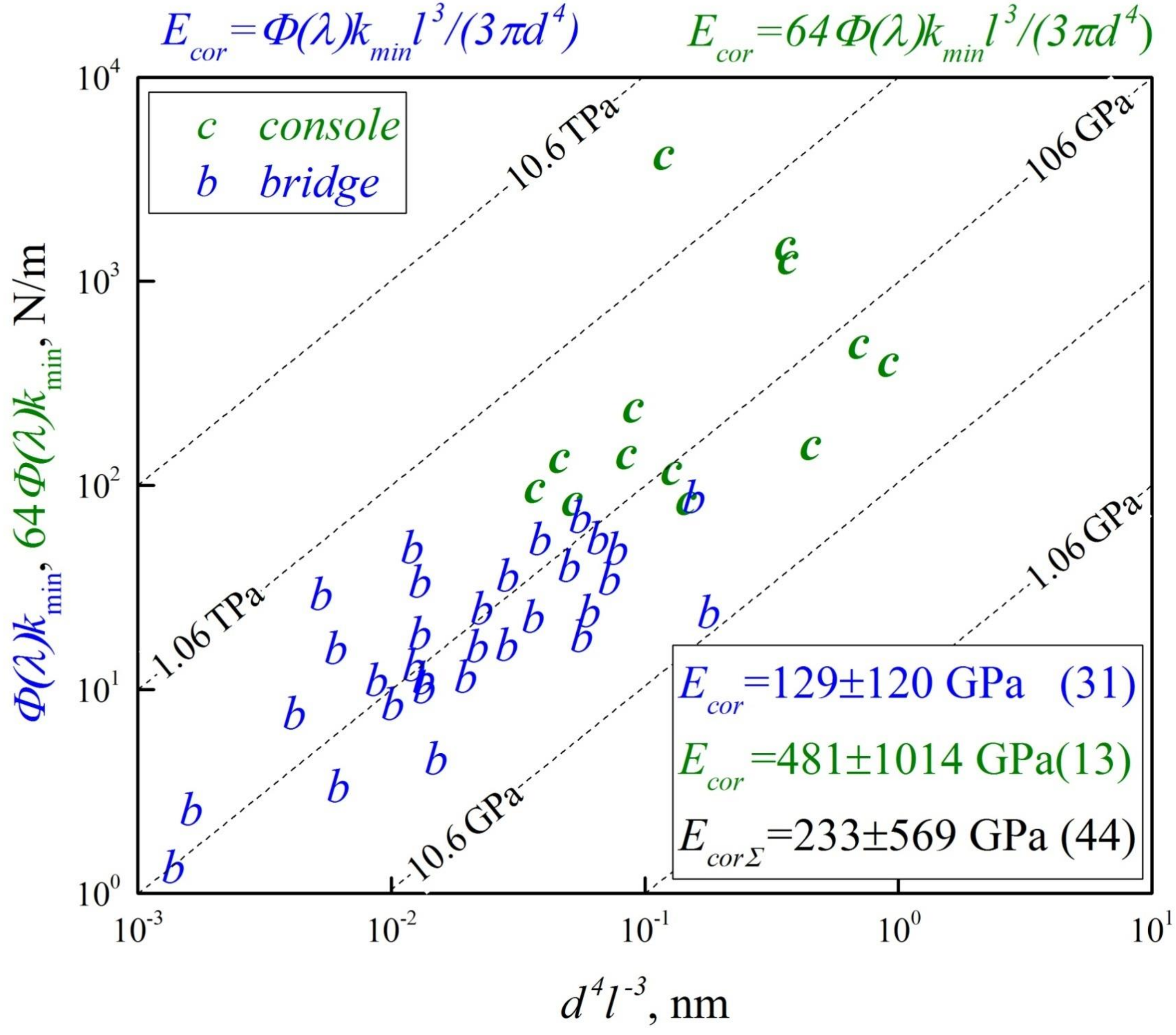
Raw data

$MgNi_2Si_2O_5(OH)_4$



М
О
Д
Е
Л
Ь
0

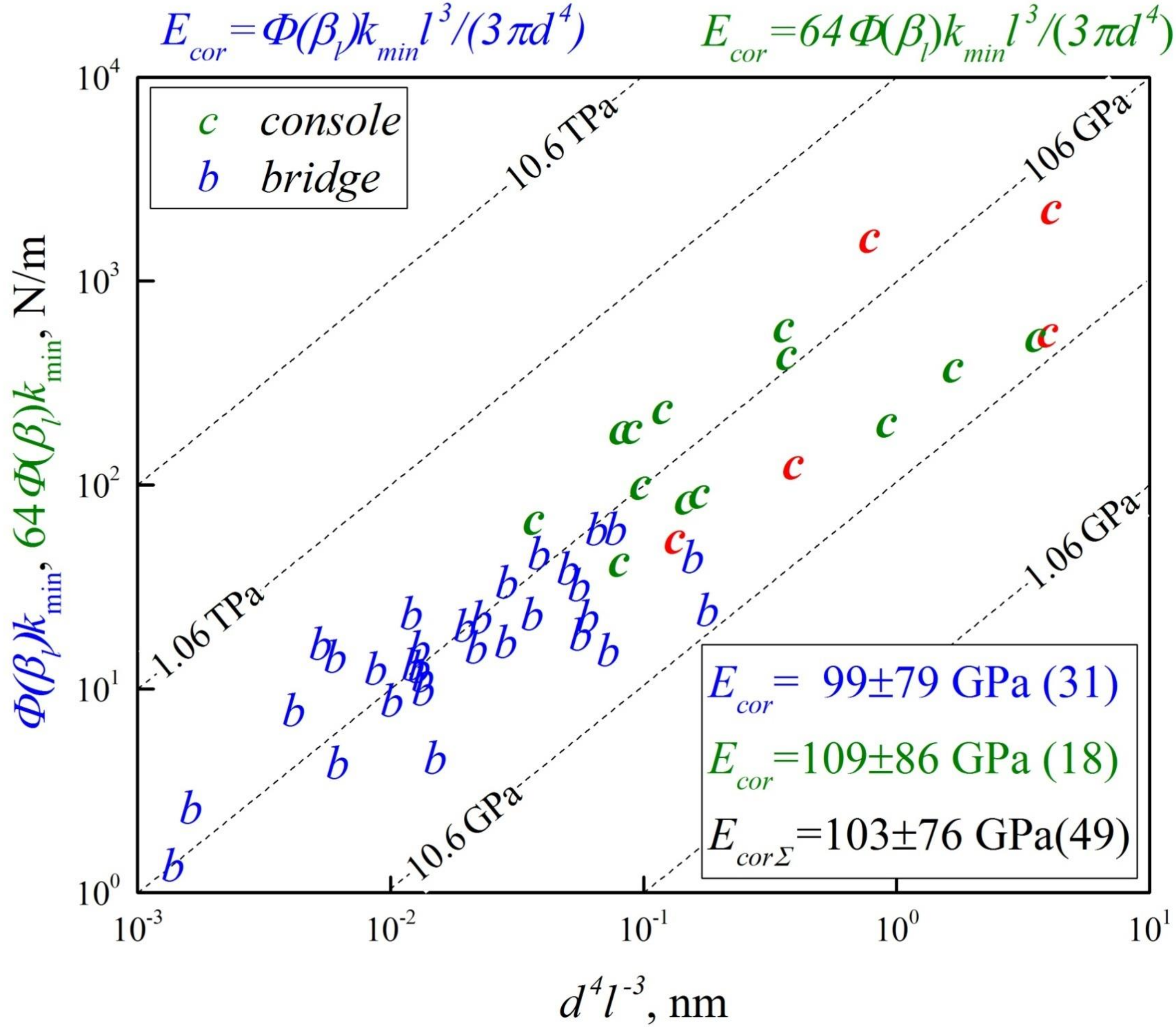
Clamped-supported-beam-model correction $MgNi_2Si_2O_5(OH)_4$



М О Д Е Л Ь 1

Elastic-foundation-model correction

$MgNi_2Si_2O_5(OH)_4$



М О Д Е Л Ь 2

Испытание в АСМ подвешенного квазиодномерного объекта на изгиб: как выявить, учесть условия закрепления и точно определить модуль Юнга материала объекта?

Консоли [2,5]

Мостики [1,3-5]

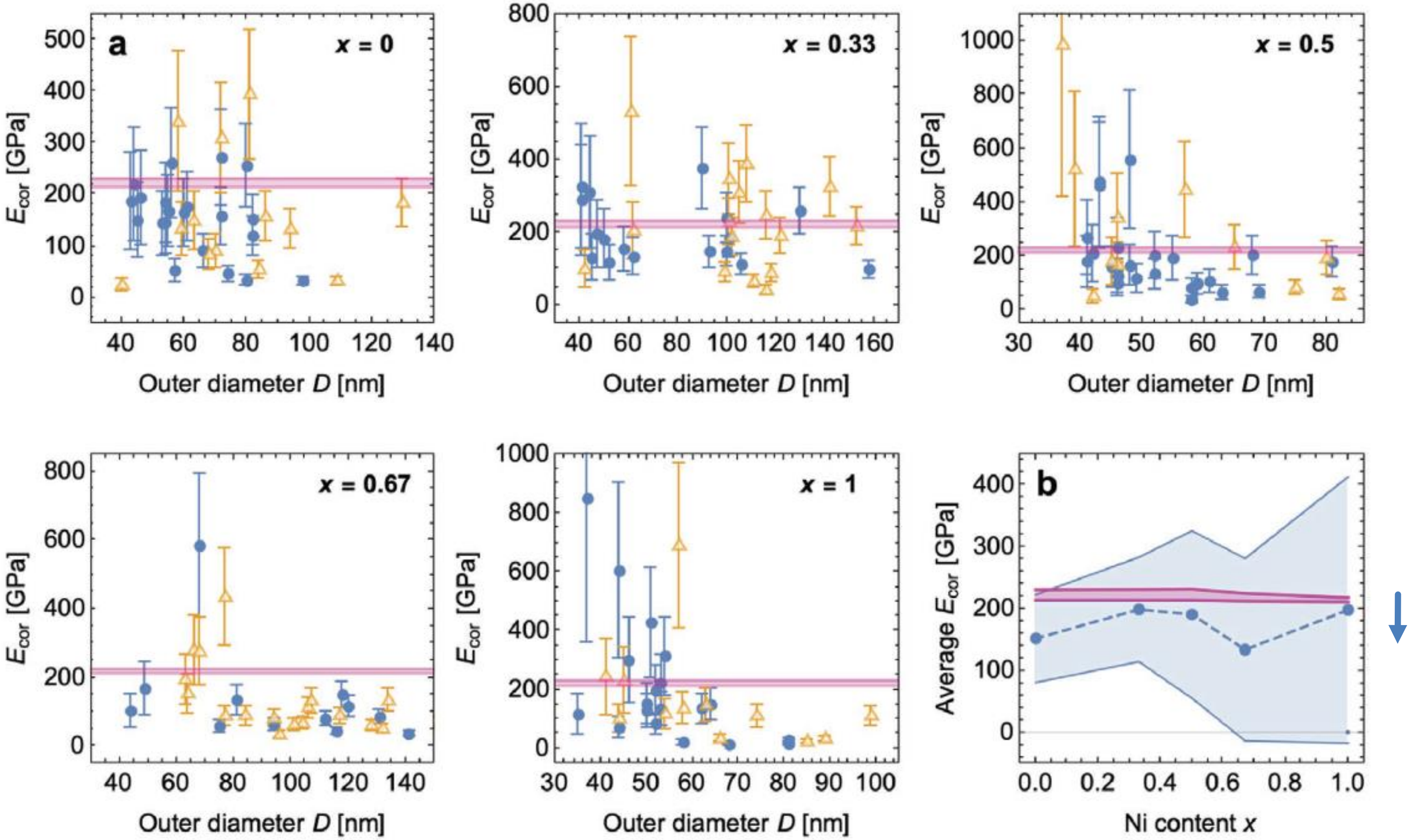
[1] A new algorithm for measuring the Young's modulus of suspended nanoobjects by the bending-based test method of Atomic Force Microscopy. **Semiconductors 53, 14, 1891 (2019)**

[2] Тестирование на изгиб наноразмерных консолей в атомно-силовом микроскопе. **Письма ЖТФ 48, 3, 24 (2021)**

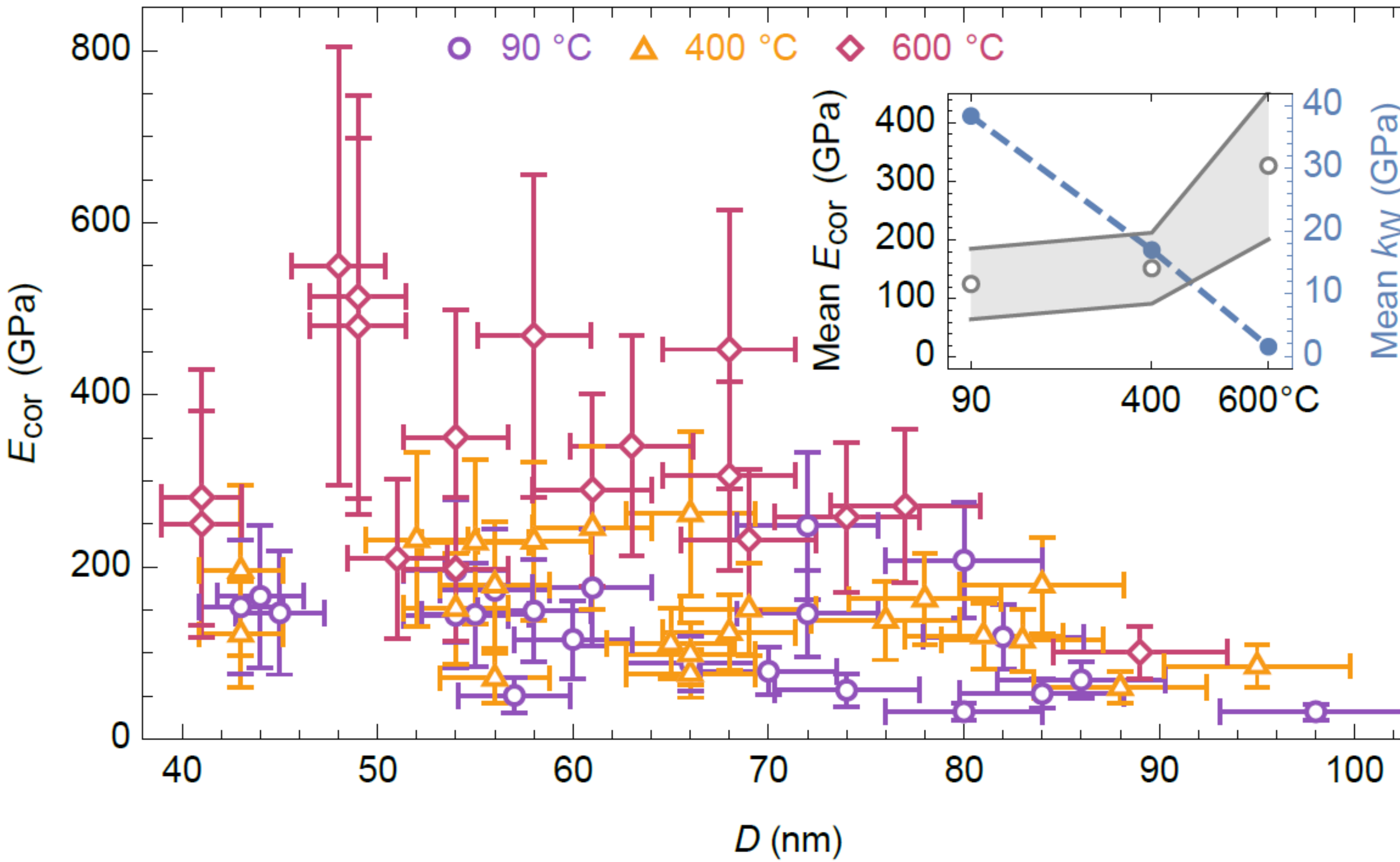
[3] Surface tension and shear strain contributions to the mechanical behavior of individual Mg-Ni-phyllosilicate nanoscrolls. **Part. Part. Syst. Charact. 38, 12, #2100153 (2021)**

[4] Thermal treatment impact on the mechanical properties of $Mg_3Si_2O_5(OH)_4$ nanoscrolls. **Materials 15, 24, #9023 (2022)**

[5] AFM bending tests of a suspended rod-shaped object: Accounting for object fixing conditions. **Phys. Rev. E 107, 025005 (2023)**

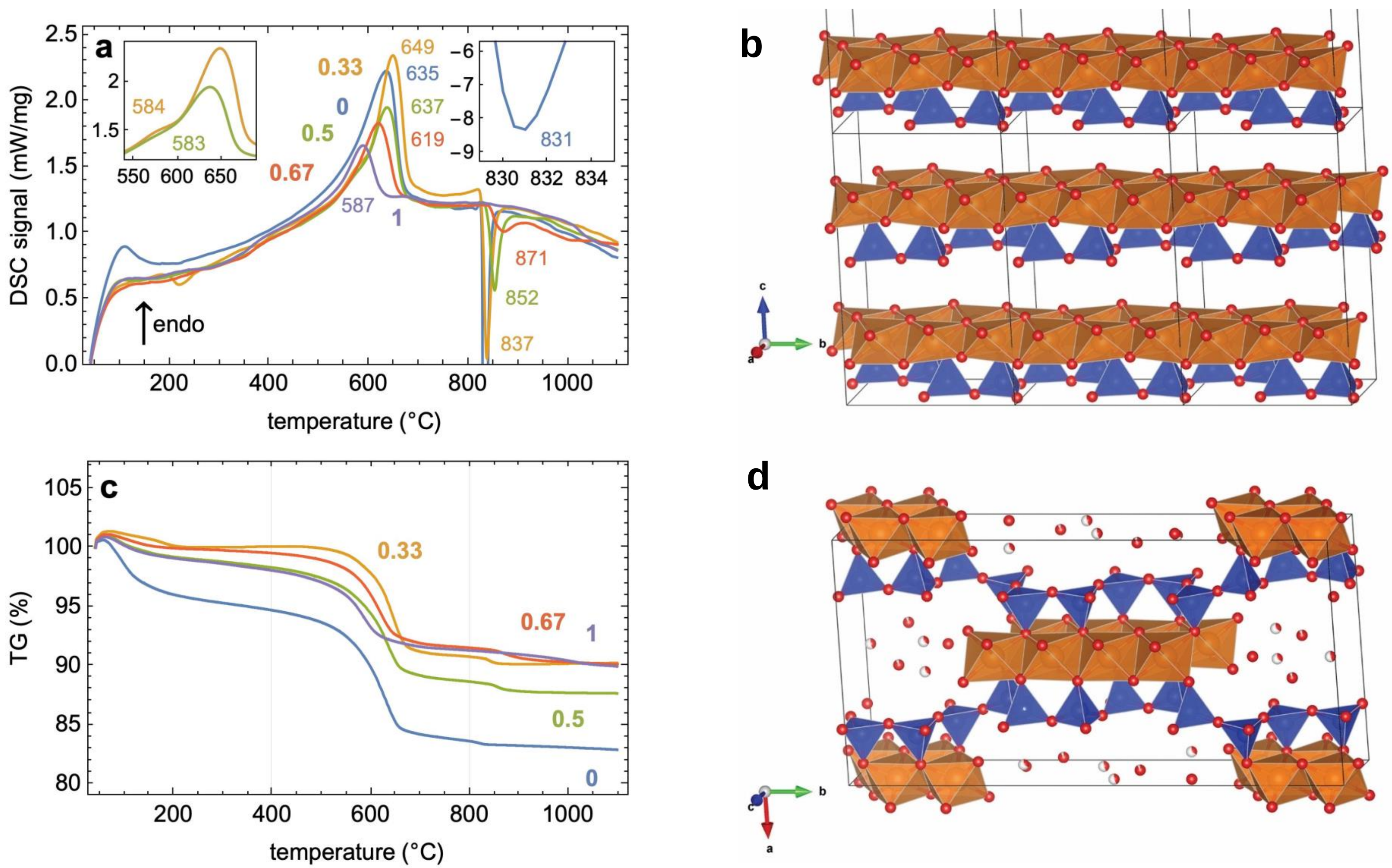


АСМ-испытания на изгиб и расчеты методом теории функционала плотности. **a**) Связь модуля Юнга E_{cor} и диаметра наносвитка. Сплошные кружки – данные с невязкой R<0.01. **b**) Средние E_{cor} для $(Mg_{1-x}Ni_x)_3Si_2O_5(OH)_4$ наносвитков с R<0.01. Синим закрашен разброс АСМ-данных, пурпурным – расчетов.



Модуль Юнга E_{cor} наносвитков $Mg_3Si_2O_5(OH)_4$ в зависимости от внешнего диаметра *D* после отжига при T_{ann}= 90, 400, 600 °C. На вставке зависимости средних E_{cor} (закрашена область разброса) и жесткости k_W упругого основания от T_{ann}.

[E.K. Khrapova et al. ChemNanoMat **7**, 3, 257 (2020).]



Данные дифференциальной калориметрии (a), термогравиметрии (c) на воздухе. DFT-расчет: **хризотил** (b), E =196, 222GPa и G = **4.4**, 12.7, 18.5GPa; **сепиолит** (d), E = 153, 164GPa, G = 13.4, **54**, **40**GPa (в зависимости от направления).

Приближение Тимошенко. Расчет модулей Юнга и сдвига, E и G, для трех модельных условий закрепления: **0** – защемление; **1** – кольцевые пружины; **2** – упругое основание Винклера.

номер модели i, объект	ζ_i – подгоночная зависимость для нормированного профиля податливости	Φ_i – фактор коррекции
0, консоль	$\frac{\chi^3+3\gamma\chi}{1+3\gamma}$	$1+3\gamma$
0, мостик	$64\left\{\frac{(\chi-\chi^2)^3+3\gamma(\chi-\chi^2)^2}{(1+12\gamma)(1+48\gamma)}+\frac{3\gamma(\chi-\chi^2)}{(1+48\gamma)}\right\}$	$1+48\gamma$
1, консоль	$\frac{\chi^3+3\lambda\chi^2+3\gamma\chi}{1+3\lambda+3\gamma}$	$1+3(\lambda+\gamma)$
1, мостик	$64\left\{\frac{(2\lambda+1)(\chi-\chi^2)^3+3[\lambda(4\lambda+1)+(8\lambda+1)\gamma](\chi-\chi^2)^2}{(1+6\lambda+12\gamma)(1+8\lambda+48(2\lambda+1)\gamma)}+\frac{3(2\lambda+1)\gamma(\chi-\chi^2)}{(1+8\lambda+48(2\lambda+1)\gamma)}\right\}$	$\frac{1+8\lambda}{1+2\lambda}+48\gamma$
2, консоль	$\frac{3\sqrt{1+t}+6\beta_l(1+t)\chi+6\beta_l^2\sqrt{1+t}\chi^2+2\beta_l^3\chi^3}{3\sqrt{1+t}+6\beta_l(1+t)+6\beta_l^2\sqrt{1+t}+2\beta_l^3}$	$1+\frac{3\sqrt{1+t}+6\beta_l(1+t)+6\beta_l^2\sqrt{1+t}}{2\beta_l^3}$

Параметры подгонки $\lambda, \beta_l, t \in [0,\infty)$ и переменная $\chi \in [0,1]$ безразмерны. Для консоли и мостика: $E_i = \Phi_i E_0$ и $E_i = \Phi_i E_{CB}$, $i = 0,1,2$. Для консоли и мостика: $G_i = E_i d^2/(16\gamma l^2)$, $i = 0,1$. Для консоли: $G_2 = E_2 \beta_l^2 d^2/(16tl^2)$.

T_{ann}, °C	E_0, GPa	E_{0S}, GPa	G_{0S}, GPa	E_{1S}, GPa	G_{1S}, GPa
90	91±44	120±57	1.74±0.82	126±63	1.73±0.95
400	106±43	138±64	1.94±1.04	162±98	1.85±1.06
600	180±66	345±66	1.58±0.72	448±377	1.61±0.69

ВЫВОДЫ

- Для коррекции сигналов гибридного режима АСМ предлагается аналитическое описание движения точки контакта. Разработан алгоритм коррекции, который внедряется в программу ImageAnalisys.
- Рассмотрена оптимизация схем регистрации деформаций кантилевера (доступных и, потенциально, реализуемых) для картирования векторов силы взаимодействия и перемещения острия.
- В АСМ-испытании объекта на изгиб, точный расчет модулей упругости E и G невозможен без аналитического описания условий его закрепления. В приближениях Бернулли-Эйлера-Кулона и Тимошенко получены компактные выражения для профиля податливости мостика и консоли в условиях моделирующих эксперимент.
- Только в модели с упругим основанием Винклера удается согласовать средние E_{cor} мостиков и консолей из $MgNi_2Si_2O_5(OH)_4$ наносвитков, испытанных в АСМ на изгиб.
- Фазовый переход хризотил-сепиолит в $Mg_3Si_2O_5(OH)_4$ сопровождается увеличением модуля Юнга.

АСМ-испытания подвешенных нанообъектов на изгиб

1) A. Ankudinov et al. Phys. Rev. E **107**, 025005 (2023)
2) A. Krasilin et al. Materials **15**, 24, #9023 (2022)
3) А.В. Анкудинов и др. Письма ЖТФ **48**, 3, 24 (2022)
4) A.A. Krasilin et al. Part.Part.Syst. Charact. **38**, 12, #2100153 (2021)
5) M.M. Khalisov et al. Наносистемы: Физ., Хим., Математика **12**, 1, 118 (2021)
6) A.V. Ankudinov. Semiconductors **53**, 14, 1891 (2019)

Метрология наномеханических АСМ-измерений

7) А.В. Анкудинов. Поверхность. Рентг., синхр. и нейтр. иссл. **5**, 67 (2022)
8) А.В. Анкудинов и др. ЖТФ **91**, 6, 1045 (2021)
9) А.В. Анкудинов и др. ЖТФ **90**, 11, 1951 (2020)

Анализ движения кончика АСМ-зонда в контактном режиме

10) D.O. Alikin et al. Appl. Surf. Sci. **543**, #148808 (2021)
11) A.V. Ankudinov. Наносистемы: Физ., Хим., Математика **10**, 6, 642 (2019)

Содержание