

ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ УНИТАРНОЕ ПРЕДПРИЯТИЕ НАУЧНО-
ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ ФИЗИЧЕСКИХ ПРОБЛЕМ ИМ. Ф.В. ЛУКИНА

На правах рукописи



МАЛОВИЧКО Иван Михайлович

**НЕРЕЗОНАНСНЫЕ ПРЕРЫВИСТО-КОНТАКТНЫЕ МЕТОДЫ АТОМНО-
СИЛОВОЙ МИКРОСКОПИИ**

01.04.01 – Приборы и методы экспериментальной физики

Диссертация на соискание ученой степени
кандидата физико-математических наук

Научный руководитель: доктор технических наук
Быков В.А.

Москва – 2014г.

Оглавление

Введение	4
Глава 1. Традиционные способы проведения измерений и подготовки к эксперименту.....	10
1.1 Принцип работы АСМ	11
1.2 Традиционные методы измерения нормальной жесткости гибкой консоли зондового датчика.....	13
1.3 Традиционные методы измерения коэффициента обратной оптической чувствительности	23
1.4 Традиционные методы сближения острия зонда с поверхностью образца.....	25
1.5 Традиционные методы измерения силовых кривых	27
1.6 Модели упругого взаимодействия острия зонда с поверхностью образца.....	31
1.7 Основные результаты по главе 1	36
Глава 2. Подготовка к АСМ измерениям.....	37
2.1 Калибровка методом темошумов	37
2.2 Сближение острия зонда с поверхностью образца.....	46
2.3 Основные результаты по главе 2.	57
Глава 3. Получение карты силовых кривых высокого разрешения	59
3.1 Нерезонансные прерывисто-контактные методы измерения	61
3.2 Устранение искажений, вызванных гидродинамическими силами	68
3.3 Устранение искажений, вызванных резонансным откликом зондового датчика	71

3.4 Некоторые применения нерезонансных прерывисто-контактных методов измерения	75
3.5 Основные результаты по главе 3	80
Глава 4. Определение механических свойств поверхности.....	82
4.1 Модели взаимодействия, учитывающие адгезию	82
4.2 Аппроксимация силовых кривых	87
4.3 Экспериментальные результаты измерения механических свойств поверхности.....	95
4.4 Взаимодействие острия зонда с вязкоупругими образцами	98
4.5 Основные результаты по главе 4	108
ЗАКЛЮЧЕНИЕ	110
СПИСОК ИСПОЛЬЗУЕМОЙ ЛИТЕРАТУРЫ.....	111
СПИСОК ПУБЛИКАЦИЙ.....	119

Введение

Актуальность темы исследования

Атомно-силовая микроскопия (АСМ) – один из мощных современных методов исследования поверхности с высоким пространственным разрешением [1]. В последнее время распространение получили нерезонансные прерывисто-контактные методы АСМ измерений, позволяющие помимо рельефа изучать электрические, магнитные, оптические и другие локальные свойства поверхности в широком диапазоне температур на воздухе, в вакууме, в жидких и газообразных средах. Одна из ценнейших особенностей нерезонансных прерывисто-контактных методов АСМ измерений заключается в возможности получения информации о механических свойствах поверхности с высоким пространственным разрешением.

С развитием наномеханики, молекулярной биологии, полимерной промышленности, изучение механических свойств поверхности с высоким пространственным разрешением становится все более актуальной задачей. Информация о механических свойствах может быть использована для идентификации различных веществ на исследуемой поверхности, для контроля механических характеристик искусственно создаваемых структур, для проведения биологических исследований [2] и даже для медицинского диагностирования на клеточном уровне некоторых заболеваний [3].

В то же время нерезонансные прерывисто-контактные методы АСМ измерений требуют специальных методов обработки и фильтрации, работающих в режиме реального времени. Настоящая работа связана с разработкой комплекса алгоритмов управления АСМ и обработки данных, необходимых для работы прерывисто-контактных методов АСМ измерений и расширяющих область их применимости.

Цель и задачи работы

Целью диссертационной работы является разработка комплекса алгоритмов для исследования локальных свойств поверхности нерезонансными прерывисто-контактными методами АСМ.

Для достижения цели решались следующие задачи:

1. Разработка способа измерения нормальной жесткости гибкой консоли зондовых датчиков с высокой резонансной частотой и добротностью по спектру тепловых шумов.
2. Разработка способа безопасного сближения острия зонда с поверхностью образца.
3. Разработка алгоритмов измерения силовых кривых со скоростями вплоть до нескольких килогерц. В том числе метода учета паразитных гидродинамических сил, возникающих при скоростном измерении силовых кривых в вязкой среде, и метода, позволяющего устранять искажения, вызванные резонансным откликом зондового датчика.
4. Разработка способа определения модуля Юнга и работы адгезии в соответствии с различными теоретическими моделями взаимодействия острия зонда с образцом по силовым кривым, измеряемым на высоких скоростях, в режиме реального времени.

Научная новизна работы заключается в том, что в ней впервые:

1. Предложен оригинальный метод измерения спектра тепловых шумов для определения нормальной жесткости гибкой консоли зондовых датчиков с высокой резонансной частотой и добротностью, позволяющий снизить такие требования к измерительной системе, как частота оцифровки и объем высокоскоростной памяти.
2. Разработан способ сближения острия зонда с поверхностью образца, использующий принцип вариации рабочей точки цепи обратной связи,

позволяющий задавать ее еще во время сближения и обеспечивающий безопасное касание поверхности острием зонда.

3. Разработан метод фильтрации, основанный на синхронном детектировании, который позволяет в режиме реального времени устранять искажения, вызванные возникающими при скоростном измерении силовых кривых в вязкой среде гидродинамическими силами.
4. Разработан метод учета динамических погрешностей, который позволяет в режиме реального времени устранять искажения, вызванные возникающим при скоростном измерении силовых кривых резонансным откликом зондового датчика.
5. Разработан метод аппроксимации силовых кривых, основанный на методе наименьших квадратов, позволяющий в режиме реального времени определять механические свойства поверхности по силовым кривым, измеряемым на высоких скоростях.

Теоретическая и практическая значимость работы

Разработанные алгоритмы были реализованы в программном обеспечении для выпускаемых серийно атомно-силовых микроскопов. Представленные алгоритмы используются для получения более полной качественной и количественной информации о локальных свойствах исследуемой поверхности. Предложенный комплекс методов расширяет возможности АСМ как инструмента исследования механических свойств поверхности с высоким пространственным разрешением.

Достоверность полученных результатов подтверждается: воспроизводимостью результатов экспериментов, проведенных в одинаковых условиях, хорошим согласованием экспериментальных данных с результатами теоретического моделирования и с результатами других авторов.

Положения, выносимые на защиту

1. Способ определения нормальной жесткости гибкой консоли зондовых датчиков с высокой резонансной частотой и добротностью, использующий для измерения спектра тепловых шумов синхронное детектирование, снижает такие требования к измерительной системе, как частота оцифровки и объем высокоскоростной памяти.
2. Способ сближения острия зонда с поверхностью образца, использующий принцип вариации рабочей точки цепи обратной связи в процессе подвода, позволяет выбирать рабочую точку цепи обратной связи еще на этапе предварительного сближения и обеспечить безопасное касание поверхности острием зонда.
3. Метод фильтрации, основанный на синхронном детектировании, позволяет в режиме реального времени устранять искажения, вызванные возникающими при скоростном измерении силовых кривых в вязкой среде гидродинамическими силами.
4. Метод учета динамических погрешностей позволяет в режиме реального времени устранять искажения, вызванные возникающим при скоростном измерении силовых кривых резонансным откликом зондового датчика.
5. Метод аппроксимации силовых кривых позволяет в режиме реального времени определять механические свойства поверхности по силовым кривым, измеряемым на высоких скоростях.

Апробация работы. Результаты диссертационной работы докладывались и обсуждались на следующих конференциях, совещаниях и семинарах: 19-я Всероссийская межвузовская научно-техническая конференция студентов и аспирантов г. Зеленоград 2012 г., 56-я научная конференция МФТИ г. Долгопрудный 2013г., Российская конференция по электронной микроскопии г. Черногловка 2012г., 2014г., American Control Conference Portland, Oregon, USA 2014, 4-я международная конференция «Современные нанотехнологии и нанопотоника для науки и производства» Суздаль 2014г.

Публикации. По материалам диссертации опубликованы 11 печатных работ, в том числе 3 статьи в изданиях из перечня ВАК и 2 патента Российской Федерации.

Структура и объем работы. Диссертация состоит из введения, четырех глав и заключения. Объем работы составляет 120 страниц. Список цитируемых источников из 93 наименований.

Личный вклад автора состоит в разработке представленных алгоритмов, их внедрении и получении некоторых экспериментальных результатов.

В первой главе описаны традиционные способы проведения измерений и подготовки к эксперименту. Рассмотрены основные ограничения, влияющие на пространственное разрешение и достоверность экспериментальных результатов. Проведен обзор по методам измерения механических свойств поверхности.

Вторая глава посвящена методам подготовки к проведению АСМ измерений. А именно - методу определения нормальной жесткости гибкой консоли зондового датчика, методу определения чувствительности оптической системы регистрации и методу сближения острия зонда с поверхностью образца. Описан бесконтактный способ определения чувствительности оптической системы регистрации. Предложен оригинальный способ измерения нормальной жесткости гибкой консоли зондовых датчиков с высокой резонансной частотой и добротностью по спектру тепловых шумов, позволяющий снизить такие требования к измерительной системе, как частота оцифровки и объем высокоскоростной памяти. Предложен оригинальный способ сближения острия зонда с поверхностью образца, использующий алгоритм вариации рабочей точки цепи обратной связи в процессе подвода, позволяющий настроить рабочую точку цепи обратной связи еще во время сближения и обеспечить безопасное касание поверхности острием зонда.

Третья глава посвящена алгоритмам быстрого измерения силовых кривых, лежащим в основе нерезонансных прерывисто-контактных методов АСМ измерений. Предложен метод фильтрации, основанный на синхронном

детектировании, который позволяет в режиме реального времени устранять искажения, вызванные возникающими при скоростном измерении силовых кривых в вязкой среде гидродинамическими силами. Так же предложен метод учета динамических погрешностей, который позволяет в режиме реального времени устранять искажения, вызванные возникающим при скоростном измерении силовых кривых резонансным откликом зондового датчика.

Четвертая глава посвящена изучению механических свойств поверхности с высоким пространственным разрешением при помощи нерезонансных прерывисто-контактных методов АСМ измерений. Рассмотрены известные модели взаимодействия острия зонда с образцом. Предложен метод определения модуля Юнга и работы адгезии в соответствии с различными теоретическими моделями взаимодействия острия зонда с образцом по силовым кривым, измеряемым на высоких скоростях, посредством их аппроксимации в режиме реального времени.

В заключении кратко сформулированы основные результаты диссертационной работы.

Глава 1. Традиционные способы проведения измерений и подготовки к эксперименту

АСМ - один из мощнейших современных инструментов исследования поверхности с высоким пространственным разрешением. В последнее время, с развитием производства наноматериалов, разработка и развитие новых подходов к измерению электрических, магнитных, оптических свойств на наномасштабах становится все более актуальной задачей. В частности АСМ может служить инструментом для получения количественной и качественной информации о механических свойствах наноструктур и нанообъектов.

Задачу проведения измерений свойств поверхности условно можно разбить на следующие подзадачи:

1. Подготовка к эксперименту
2. Проведение измерений.
3. Анализ полученных экспериментальных данных.

Подготовка к эксперименту включает в себя калибровку измерительной системы (в первую очередь калибровка зондового датчика), сближение острия зонда с поверхностью образца.

Задача непосредственного проведения измерений, прежде всего, включает в себя управление сканерами АСМ, сбор и запись экспериментальных данных.

Анализ собираемых данных может производиться как непосредственно во время проведения измерений (что облегчает настройку измерительной системы и повышает достоверность получаемых результатов), так и по завершению процесса измерений.

В данной главе будут кратко рассмотрены традиционные способы проведения измерений и подготовки к эксперименту, будут рассмотрены

основные ограничения, влияющие на пространственное разрешение и достоверность экспериментальных результатов.

1.1 Принцип работы АСМ

Атомно-силовой микроскоп (АСМ) был изобретён в 1986 году Гердом Биннигом, Кэлвином Куэйтом и Кристофером Гербером. В основе работы АСМ лежит силовое взаимодействие между острием зонда и поверхностью, для регистрации которого используются специальные зондовые датчики, представляющие собой упругую консоль с острым зондом на конце [1] (рис. 1). Сила, действующая на острие зонда со стороны поверхности, приводит к изгибу гибкой консоли.

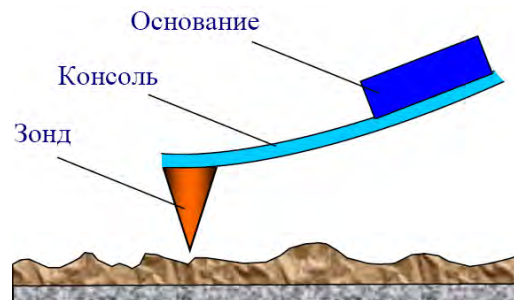


Рисунок 1. Схематическое изображение зондового датчика АСМ (из работы [1]).

Существуют разные методы работы АСМ. Принцип контактных методов АСМ заключается в отслеживании изгиба консоли и поддержания его постоянным путем вертикального перемещения образца или зондового датчика друг относительно друга.

Величина изгиба гибкой консоли детектируется оптической системой регистрации, тем самым обеспечивается возможность контролирования взаимодействия острия зонда с поверхностью (рис. 2).

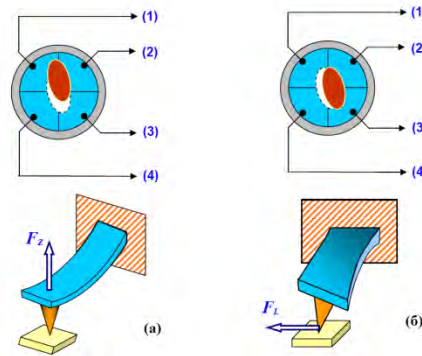


Рисунок 2. Схема оптической системы регистрации (из работы [1]).

Силы, действующие на острие зонда, приводят к изгибу гибкой консоли. Нормальный или крутильный изгиб консоли приводит к изменению угла отражения луча лазера, падающего на консоль. Вследствие этого меняется позиция пятна лазера на регистрирующем четырех-секционном фотодиоде. Смещение пятна в вертикальном направлении (рис. 2 (а)) соответствует нормальным силам, действующим на острие зонда. Смещение пятна в боковом направлении соответствует горизонтальным силам, действующим на острие зонда (рис. 2 (б)).

Обратная связь, управляющая вертикальными перемещениями зондового датчика или образца друг относительно друга, позволяет поддерживать изгиб гибкой консоли постоянным. Во время перемещения в горизонтальной плоскости зондового датчика или образца друг относительно друга (сканирования) обратная связь генерирует управляющий вертикальными перемещениями сигнал, соответствующий рельефу поверхности (рис. 3).

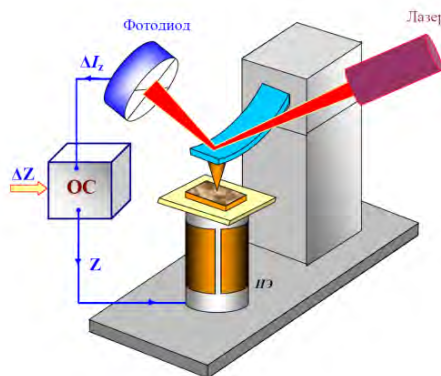


Рисунок 3. Схема работы АСМ (из работы [1]).

Широкое распространение получили прерывисто-контактные метод измерения. Принцип работы прерывисто-контактных методов похож на принцип работы контактных методов. Отличие заключается в том, что во время измерений поддерживаются резонансные колебания гибкой консоли зондового датчика. Степень взаимодействия острия зонда с образцом, в этом методе характеризуется не статическим изгибом гибкой консоли, а амплитудой ее колебаний. Прерывисто-контактные методы оказывают меньшее воздействие на образец чем контактные, но оказываются более чувствительными к загрязненности образца, условиям окружающей среды (особенно при проведении измерений в жидкости), требуют более тщательного подбора параметров измерительной системы. Существуют и другие способы проведения измерений средствами АСМ.

При проведении АСМ измерений на пространственное разрешение и достоверность результатов в существенной степени влияет этап подготовки к эксперименту. Для проведения достоверных измерений механических свойств поверхности важными условиями оказываются точность предварительной калибровки зондового датчика и безопасность сближения острия зонда с поверхностью образца. Калибровка зондового датчика сводится к определению нормальной жесткости гибкой консоли зондового датчика и определению коэффициента обратной оптической чувствительности.

1.2 Традиционные методы измерения нормальной жесткости гибкой консоли зондового датчика

При достаточно малых отклонениях острия зонда гибкую консоль зондового датчика можно представить как упругую пружину, подчиняющуюся закону Гука:

$$F = k \cdot Z \quad (1.1)$$

Где z - отклонение острия зонда, k - постоянная величина, играющая роль нормальной жёсткости гибкой консоли. Нормальная жёсткость гибкой консоли зондового датчика – важнейшая характеристика измерительной системы. Коэффициент нормальной жесткости позволяет определить силу взаимодействия острия зонда с образцом по изгибу гибкой консоли зондового датчика.

Все современные методы определения нормальной жёсткости гибкой консоли можно условно разбить на три группы:

1. Методы, где для вычисления нормальной жёсткости используются геометрические размеры гибкой консоли и физические свойства материала, из которого она изготовлена.
2. Методы «статического отклонения» гибкой консоли, в которых нормальная жесткость гибкой консоли определяется ее реакцией на приложение некоторой известной силы.
3. Методы «динамического отклонения», в которых нормальная жесткость гибкой консоли определяется по ее резонансному отклику.

Начнем с методов первой группы, основанных на теоретическом расчете по геометрическим размерам гибкой консоли и физическим свойствам материала, из которого она изготовлена.

Калибровка по геометрическим размерам и физическим свойствам материала изготовления гибкой консоли

Простую формулу, выражающую нормальную жёсткость гибкой консоли прямоугольной формы через ее размеры и физические свойства материала, из которого она изготовлена, можно получить, используя математическую модель поведения балки со свободным концом [4]:

$$k = \frac{Ewt^3}{4L^3} \quad (1.2)$$

Где E - модуль Юнга материала, из которого изготовлена гибкая консоль, L - длина гибкой консоли, w - ширина гибкой консоли, t - её толщина.

Подобную формулу можно вывести и для гибкой консоли треугольной формы, если принять, что гибкая консоль треугольной формы эквивалентна двум параллельным балкам. Это «приближение параллельных балок» было впервые введено Альбрехтом [5]. Садер впоследствии предложил следующую формулу для вычисления нормальной жесткости гибкой консоли треугольной формы:

$$k = \frac{Ewt^3}{L^3} \cos \theta \left[1 + \frac{4w^3}{b^3} (3 \cos \theta - 2) \right]^{-1} \quad (1.3)$$

где b - ширина основания гибкой консоли треугольной формы, θ - половина угла при вершине треугольника, а w - ширина консоли, измеренная параллельно передней поверхности чипа зондового датчика.

Поскольку толщина гибкой консоли значительно меньше всех остальных ее размеров, погрешность измерения толщины вносит наибольший вклад в ошибку определения нормальной жесткости. Для гибких консолей прямоугольной формы толщина может быть исключена из выражения для нормальной жесткости (1.2), благодаря использованию выражения для резонансной частоты зондового датчика:

$$f_0 \approx \frac{t}{2\pi L^2} \left(\frac{E}{\rho} \right)^{\frac{1}{2}} \quad (1.4)$$

где ρ - плотность материала гибкой консоли. Извлекая отсюда толщину, и поставив её в уравнение (1.2) можно получить [6]:

$$k \approx \frac{2\pi^3 w (f_0 L \sqrt{\rho})^3}{\sqrt{E}} \quad (1.5)$$

Данная формула позже была уточнена [7], множитель $2\pi^3$ был заменен на константу $\alpha = 59.3061$.

Плюс всех вышеперечисленных методов состоит в том, что они предполагают вычисление нормальной жёсткости гибкой консоли без каких-либо

манипуляций с зондовым датчиком и без подвергания острия зонда разрушающему воздействию. Описанные выше методы используют лишь геометрические размеры гибкой консоли и физические свойства материала, из которого она изготовлена. Однако на практике применение описанных методов оказывается малопривлекательным. Во-первых, как правило, погрешность измерения толщины гибкой консоли оказывается слишком большой. Во-вторых, модуль Юнга и плотность материала, из которого изготовлена гибкая консоль, могут быть неравномерно распределены по ее объёму (особенно выражено это проявляется для зондовых датчиков с напылением отражающего слоя, которые сейчас используются очень часто), и использование табличных значений модуля Юнга и плотности не всегда является корректным.

Поэтому стоит уделить внимание описанным далее методам статического отклонения.

Калибровка методами статического отклонения

Принцип всех методов измерения нормальной жесткости гибкой консоли зондового датчика этого типа заключается в измерении отклонения гибкой консоли под действием некоторой известной силы. Для калибровки гибкой консоли к ее концу могут прикрепляться эталонные грузы, в качестве которых чаще всего выступают маленькие (диаметром 10-50 мкм) вольфрамовые шарики, масса которых вычисляется исходя из их плотности и объёма [8]. Далее по формуле (1.1) вычисляется нормальная жесткость по отклонению гибкой консоли Z и весу прикрепленных эталонных грузов F .

Зондовым датчиком, нормальная жесткость гибкой консоли которого еще не известна, может измеряться силовая кривая на кончике гибкой консоли эталонного зондового датчика. Наклон полученной силовой кривой сравнивается с наклоном силовой кривой, измеренной на твёрдой поверхности, нормальная жёсткость гибкой консоли вычисляется по формуле:

$$k = k_{ref} \left(\frac{S_{ref}}{S_{hard}} - 1 \right) \quad (1.6)$$

Где k_{ref} - нормальная жёсткость гибкой консоли эталонного зондового датчика, S_{ref} - чувствительность отклонения, измеренная на эталонном зондовом датчике, S_{hard} - чувствительность отклонения, измеренная на твёрдой поверхности.

Главный недостаток данного метода заключается в необходимости точного позиционирования острия зонда калибруемого зондового датчика над концом гибкой консоли эталонного. Если острие зонда будет попадать не на самый конец гибкой консоли, а ближе к ее основанию, то измеренная нормальная жёсткость гибкой консоли в итоге окажется заниженной. В этом случае вычисленную нормальную жёсткость гибкой консоли можно откорректировать по следующей формуле:

$$k = k_0 \left(\frac{L}{L - \Delta L} \right)^3 \quad (1.7)$$

где k_0 - это не откорректированная нормальная жёсткость гибкой консоли, L - длина гибкой консоли эталонного зондового датчика, а ΔL - расстояние, на которое острие зонда калибруемого зондового датчика смещено от кончика гибкой консоли эталонного. Данная поправка в первую очередь верна для нормальной жесткости гибких консолей прямоугольной формы. Эта поправка также может использоваться (ошибка составляет менее 4%) для нормальной жесткости гибких консолей треугольной формы при условии, что $\Delta L \leq 0.1L$. При этом необходимо, чтобы острие зонда калибруемого зондового датчика располагалось посередине гибкой консоли эталонного, чтобы избежать ошибок, связанных с её кручением.

При использовании данного метода определения нормальной жесткости необходимо иметь эталонный, откалиброванный ранее зондовый датчик. При подборе эталонного зондового датчика важно учитывать допустимый диапазон нормальных жёсткостей, которые можно с помощью него измерять: $0.3k_{ref} \leq k \leq 3k_{ref}$. Это ограничение установлено для того, чтобы во время измерения

силовых кривых заметно отклонялись гибкие консоли обоих зондовых датчиков [9].

Таким образом, использование методов статического отклонения для определения нормальной жесткости гибких консолей зондовых датчиков сопряжено с некоторыми неудобствами. В следующем разделе будут рассмотрены методы динамического отклонения.

Калибровка методами динамического отклонения

В этом разделе будут рассмотрены три наиболее широко используемых метода динамического отклонения: метод присоединённой массы [6], метод Садера [10] и метод калибровки по термошумам [11, 12]. Все эти методы используют явления различной физической природы, но при этом основаны на использовании параметров резонансного поведения гибкой консоли зондового датчика, благодаря чему и объединяются в отдельную группу.

Метод присоединённой массы, также известный как метод Кливлэнда по имени одного из его создателей, основан на связи резонансной частоты гибкой консоли с её нормальной жёсткостью и массой:

$$f = \frac{1}{2\pi} \sqrt{\frac{k}{M + m^*}} \quad (1.8)$$

Здесь m^* - эффективная масса гибкой консоли, величина, пропорциональная реальной массе гибкой консоли, а M - добавочная масса, присоединяемая к концу гибкой консоли. В роли этой присоединяемой массы выступают маленькие (3 – 10 микрон в диаметре) вольфрамовые шарики, которые прикрепляют насколько это возможно близко к концу гибкой консоли. Из уравнения (1.8) видно, как величина присоединяемой массы влияет на резонансную частоту гибкой консоли зондового датчика. Из уравнения (1.8) её значение выражается следующим образом:

$$M = \frac{k}{(2\pi f)^2} - m^* \quad (1.9)$$

Прослеживается линейная зависимость между прикрепленной к концу гибкой консоли массой M и величиной $1/(2\pi f)^2$, где f – резонансная частота гибкой консоли зондового датчика. Коэффициент k соответствует тангенсу угла наклона графика $M(1/(2\pi f)^2)$. Для нахождения нормальной жесткости гибкой консоли часто ограничиваются прикреплением одного груза. Нормальная жесткость гибкой консоли выражается через резонансную частоту f_1 гибкой нагруженной консоли и резонансную частотой гибкой ненагруженной консоли f_0 следующим образом:

$$k = \frac{(2\pi)^2 m^*}{(1/f_1^2 - 1/f_0^2)} \quad (1.10)$$

Точность данной методики ограничивается, в первую очередь, двумя факторами. Во-первых, влияние на результат эксперимента оказывает место расположения присоединённого груза на гибкой консоли. Масса, прикрепленная ближе к основанию гибкой консоли, будет вносить меньший вклад в изменение резонансной частоты, чем масса, прикрепленная к самому концу гибкой консоли. Для того чтобы учесть это явление вводят величину эффективной присоединенной массы, которая и используется в формулах расчета:

$$M_{эфф} = M_{изм} \left(\frac{L - \Delta L}{L} \right)^3 \quad (1.11)$$

Заметим, что без этой коррекции, даже небольшой сдвиг положения груза от конца гибкой консоли приводит к существенным ошибкам. Например, при длине балки $L = 200$ мкм и сдвиге положения груза от конца гибкой консоли $\Delta L = 20$ мкм эффективная присоединяемая масса (1.11) будет меньше обычной примерно на 30%.

Во-вторых, точность результата эксперимента зависит от точности измерения присоединяемых масс. Присоединяемая масса обычно измеряется следующим образом – при помощи оптического микроскопа измеряется диаметр вольфрамовых шариков, выполняющих роль прикрепляемых грузов, затем используется табличное значение плотности вольфрама (19300 кг/м^3) и

выражение для объёма шара: $V = 1/6\pi D^3$. Чаще всего, прикрепляемые вольфрамовые частицы имеют не идеальную сферическую форму, и предпочтительным оказывается измерение при помощи оптического микроскопа размеров частиц в двух перпендикулярных направлениях и использование в качестве диаметра среднего геометрического значения этих размеров $D_{cp} = (D_1 D_2)^{1/2}$ для вычисления объёма. Ещё более точный результат получают, измеряя объём вольфрамовых частиц при помощи электронного микроскопа. Использование электронного микроскопа для точного определения размеров присоединяемых вольфрамовых частиц и расчет их объёма требует существенных усилий от экспериментатора.

Даже небольшие погрешности в определении расположения на гибкой консоли прикрепляемых грузов и измерении их размеров приводят к существенным неточностям определения нормальной жесткости гибкой консоли зондового датчика.

Два описанных далее метода оказываются существенно удобнее в использовании, дают воспроизводимый и точный результат.

Одним из этих методов является метод Садера. Метод Садера использует для вычисления нормальной жесткости гибкой консоли лишь ее плоские (вид сверху) размеры, а также параметры резонанса зондового датчика, вязкость и плотность среды, в которой зондовый датчик находится. В своих работах Садер много занимался изучением калибровки зондовых датчиков [13-16] и их динамических свойств [17, 18], здесь, в первую очередь, будет рассмотрен метод калибровки зондовых датчиков с гибкой консолью прямоугольной формы. Метод применим для ситуации, когда влияние затухания на резонансные колебания гибкой консоли невелико (добротность много больше 1). Более того необходимо, чтобы выполнялось условие $L \gg \omega \gg t$.

Обычно толщина гибкой консоли удовлетворяет поставленным условиям, а практические эксперименты показали, что минимально допустимое отношение длины к ширине гибкой консоли должно удовлетворять $L/w \geq 3$ [19].

В работах Садера даётся следующее выражение для нормальной жёсткости гибкой консоли:

$$k = 7.52 \rho_f \omega^2 L Q f_0^2 \Gamma_i(\text{Re}) \quad (1.12)$$

где $\text{Re} = \frac{2\pi\rho_f f_0 \omega^2}{4\eta_f}$ - число Рейнольдса, ρ_f - плотность среды, в которой проводятся измерения, η_f - ее вязкость, Q - добротность колебаний гибкой консоли, а Γ_i - это мнимая компонента гидродинамической функции, которая в свою очередь зависит от числа Рейнольдса, Re . Новые параметры, которые вводятся в данной формуле, требуют некоторого пояснения.

Добротность и резонансная частота обычно находятся из анализа спектра мощности тепловых колебаний гибкой консоли. Резонансный пик тепловых колебаний может быть аппроксимирован с использованием модели Свободного Гармонического Осциллятора (СГО) по формуле:

$$A = A_{\text{фон}} + \frac{A_0 f_0^4}{(f^2 - f_0^2)^2 + \left(\frac{f f_0}{Q}\right)^2} \quad (1.13)$$

Где $A_{\text{фон}}$ - это амплитуда фонового шума вдали от резонансного пика, A_0 - амплитуда на резонансной частоте, а f_0 и Q - это соответственно резонансная частота и добротность.

Тем не менее, использование значения резонансной частоты и добротности, определяемого по резонансной кривой, измеренной при некотором возбуждении зондового датчика, позволяет получать достаточно точные результаты.

Аналитическое выражение для гидродинамической функции Садер даёт в одной из своих работ [17].

Хотя метод Садера и опирается на сложную математическую основу, в использовании он относительно прост. Измерение резонансных характеристик не требует дополнительных калибровок, длина и ширина гибкой консоли с приемлемой точностью определяется с помощью оптического микроскопа, а вязкость и плотность среды, в которой проводятся измерения, как правило,

являются известными величинами. Один из известных недостатков метода Садера заключается в том, что точность результатов существенно зависит от формы гибкой консоли зондового датчика. Даже в случае небольшого отклонения формы гибкой консоли от прямоугольной, например незначительного сужения гибкой консоли от основания к кончику, наблюдаются заметные искажения результатов [20]. Метод Садера не применим для зондовых датчиков с гибкой консолью треугольной формы. Исключением являются лишь случаи, когда на одном и том же чипе зондового датчика находятся несколько гибких консолей, и одна из них имеет прямоугольную форму. Садер упоминает в своих работах, что если откалибровать гибкую консоль прямоугольной формы, используя предложенный им метод, то пользуясь уравнением (1.2), можно выразить модуль Юнга материала и толщину гибкой консоли, а потом, считая их одинаковыми для всех гибких консолей зондового датчика, вычислить при помощи уравнения (1.3) нормальную жесткость гибкой консоли треугольной формы. Соответствующие зондовые датчики используются относительно редко, поэтому в рамках этой работы метод Садера прежде всего рассматривается применительно к зондовым датчикам с гибкой консолью прямоугольной формы.

Последним из рассматриваемых в этой категории, основанным на динамическом отклонении, методом является метод термозумов [11, 12]. Метод термозумов опирается на теорему о равномерном распределении, которая позволяет связать нормальную жесткость гибкой консоли со спектром её тепловых колебаний. Согласно теореме о равномерном распределении:

$$\left\langle \frac{1}{2} k_{spr} z^2 \right\rangle = \frac{1}{2} k_B T \quad (1.14)$$

Левая часть уравнения соответствует средней кинетической энергии вертикальных перемещений зонда, правая часть уравнения – тепловой энергии свободного гармонического осциллятора. k_{spr} - нормальная жесткость гибкой консоли, k_B - постоянная Больцмана, T - абсолютная температура. Согласно равенству Парсевала, кинетическая энергия, стоящая в левой части уравнения, может быть найдена экспериментально как площадь под мощностным спектром

тепловых колебаний гибкой консоли зондового датчика. Применение метода численного интегрирования для вычисления площади оказывается затруднительным из-за того, что интегрирование должно быть произведено во всей положительной области частот. Поэтому измеренный экспериментально спектр тепловых колебаний предварительно аппроксимируют согласно некоторой теоретической модели, а площадь под графиком вычисляют аналитически из найденных значений параметров аппроксимации. Таким образом, измерение мощностного спектра тепловых колебаний гибкой консоли позволяет без какой-либо дополнительной информации о размерах гибкой консоли зондового датчика и материале, из которого она изготовлена, определить ее нормальную жесткость. Более подробный анализ этого метода представлен во второй главе.

1.3 Традиционные методы измерения коэффициента обратной оптической чувствительности

Помимо нормальной жесткости гибкой консоли зондового датчика, существует другая, не менее важная характеристика АСМ, необходимая для калибровки оптического сигнала в единицах длины - чувствительность оптической системы регистрации. Геометрия оптической системы зависит от точности установки зондового датчика в держатель и от способа настройки лазера на гибкую консоль [21]. Таким образом, чувствительность системы регистрации приходится измерять для каждого случая отдельно.

Для удобства часто оперируют обратной величиной – коэффициентом обратной оптической чувствительности.

В традиционном методе калибровки коэффициент обратной оптической чувствительности определяется посредством измерения силовой кривой на гладкой твердой поверхности - измеряется сигнал изгиба гибкой консоли D в

зависимости от перемещения конца гибкой консоли относительно чипа зондового датчика на величину ΔZ . Эта зависимость имеет линейный характер с коэффициентом пропорциональности, равным коэффициенту обратной оптической чувствительности $InvOS$:

$$D = \frac{\Delta Z}{InvOS} \quad (1.15)$$

Изменение сигнала изгиба гибкой консоли D вызвано не перемещением конца гибкой консоли относительно чипа зондового датчика, а изменением угла отражения луча лазера от гибкой консоли из-за ее изгиба. Связь между углом отражения и перемещением конца гибкой консоли устанавливается в результате рассмотрения модели изогнутой под действием постоянной внешней силы F_z балки (рис. 4) [22].

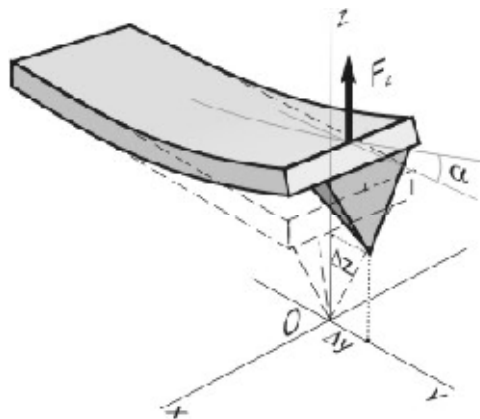


Рисунок 4. Изгиб гибкой консоли зондового датчика.

Форма гибкой консоли при смещении ее конца на заданную величину ΔZ описывается следующей формулой [22]:

$$u(y) = \frac{\Delta Z}{3L^3}(3L - y)y^2 \quad (1.16)$$

Угол отклонения конца балки связан со смещением ΔZ соотношением:

$$\alpha \approx \operatorname{tg} \alpha = \left. \frac{du}{dy} \right|_{y=L} = \frac{\Delta Z}{L} \quad (1.17)$$

Учитывая, что $D \sim \alpha$, получим, что коэффициент $InvOS$ пропорционален длине гибкой консоли:

$$InvOS = A \cdot L \quad (1.18)$$

где A - некоторый коэффициент, зависящий от параметров оптической системы регистрации изгибов гибкой консоли.

На практике же такая зависимость нуждается в подтверждении. Как уже было сказано, геометрия оптической системы зависит от точности установки зондового датчика в держатель и от способа настройки лазера на гибкую консоль, поэтому предпочтительно проводить калибровку коэффициента обратной чувствительности каждый при проведении АСМ измерений. Определение коэффициента обратной оптической чувствительности посредством измерения силовых кривых на гладкой твердой поверхности зачастую приводит к повреждению острия зонда, поэтому процедуру калибровки обычно производят по завершению основных измерений. Такой подход неудобен тем, что затрудняется контролирование результатов еще в процессе проведения измерений и настройка параметров измерительной системы. Во второй главе рассмотрен альтернативный способ бесконтактного определения обратной оптической чувствительности, лишенный описанного недостатка.

1.4 Традиционные методы сближения острия зонда с поверхностью образца

Существует множество способов сближения острия зонда с поверхностью образца. Один из наиболее распространенных способов основан на непрерывной работе двигателей подвода при замкнутой цепи обратной связи и полностью выдвинутом сканере вертикальных перемещений [1]. Двигатели подвода останавливаются, и сближение прекращается в момент, когда острие зонда оказывается в контакте с поверхностью и сканер вертикальных перемещений, управляемый цепью обратной связи, оказывается втянутым примерно наполовину. Степень разрушающего воздействия на острие зонда в результате сближения с поверхностью оказывается высокой, потому что после касания

поверхности продолжается работа двигателей подвода. Чаще всего размер минимально возможного контролируемого для двигателя подвода шага [23] составляет несколько десятков нанометров и более.

Это накладывает ограничение на минимально возможную амплитуду колебаний гибкой консоли зондового датчика при сближении и на минимально достижимую силу взаимодействия острия зонда с образцом.

Существует другой распространенный алгоритм сближения острия зонда с поверхностью [24], который используется несколько реже из-за низкой скорости сближения и более сложной реализации. В отличие от описанного выше метода, в этом методе сближения шаговые двигатели не работают непрерывно. Перед выполнением нескольких шагов двигателем в направлении к поверхности, обратная связь размыкается, сканер вертикальных перемещений полностью втягивается. После выполнения шагов двигателем в направлении к поверхности обратная связь замыкается и по положению выдвинувшегося сканера вертикальных перемещений происходит определение наличия контакта острия зонда с поверхностью. Эти шаги проделываются до тех пор, пока после очередного замыкания цепи обратной связи сканер не окажется в среднем, рабочем положении. Данный метод сближения обеспечивает более мягкое касание поверхности образца острием зонда, чем предыдущий метод, но время, затрачиваемое на подвод, возрастает в разы или даже в десятки раз.

Оба описанных метода имеют тот недостаток, что выбор рабочей точки цепи обратной связи производят эмпирическим образом заранее. Если выбранная рабочая точка цепи обратной связи при работе в прерывисто-контактном методе измерений по величине окажется слишком близкой к свободным колебаниям гибкой консоли зондового датчика, то возможна ситуация ложной остановки процесса сближения. Если выбранная рабочая точка по величине окажется слишком маленькой, то это может привести к увеличению степени разрушающего воздействия на образец и острие зонда, уменьшению точности последующих измерений и ухудшению их воспроизводимости.

Оригинальный метод сближения острия зонда с поверхностью лишенный данного недостатка предложен во второй главе.

1.5 Традиционные методы измерения силовых кривых

Существуют различные способы измерения силовых кривых. Ограничимся рассмотрением двух способов. Один из самых распространенных способов измерения единичной силовой кривой заключается в следующем. Оператор измерительной системы позиционирует острие зонда над поверхностью образца в интересующей его области и запускает измерение силовой кривой. В процессе выполнения измерения силовой кривой обратная связь замораживается (происходит размыкание цепи обратной связи с сохранением уровня управляющего сканером вертикальных перемещений напряжения), и на сканер вертикальных перемещений подается напряжение, разворачивающееся в некотором заранее заданном диапазоне [1]. Одновременно с разворачиванием управляющего напряжения детектируется сигнал, соответствующий силе взаимодействия острия зонда с поверхностью. В роли такого сигнала выступает сигнал статического отклонения гибкой консоли зондового датчика. На рис. 5 показаны временные зависимости сигналов вертикальных перемещений и изгибов гибкой консоли зондового датчика. Так же показан результат измерения силовой кривой.

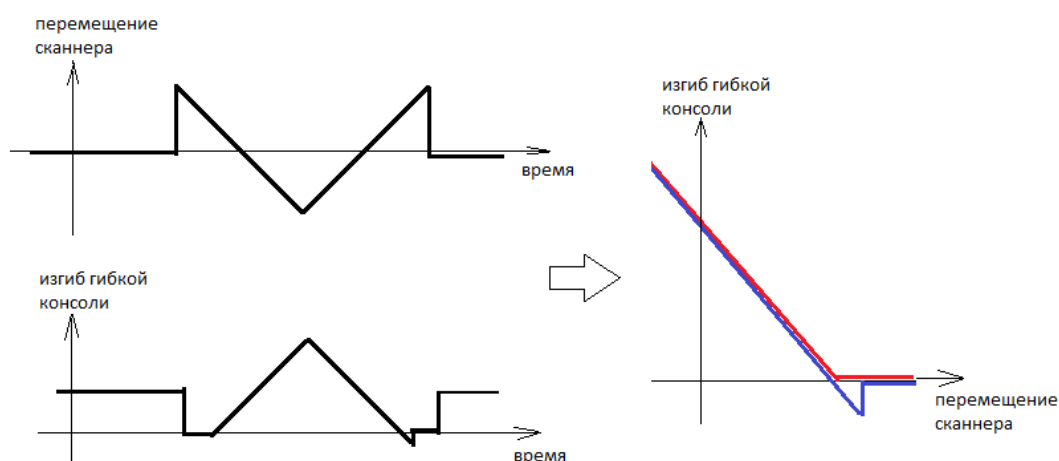


Рисунок 5. Слева - временные зависимости сигнала, управляющего вертикальными перемещениями и сигнала изгиба гибкой консоли. Справа – результат измерения силовой кривой.

Такой способ измерения силовых кривых, с некоторыми модификациями, такими, как задание пределов допустимых изгибов гибкой консоли или использование обратной связи по датчикам положения сканера вертикальных перемещений, долгое время оставался основным инструментом исследования механических свойств поверхности средствами АСМ. Этот способ обладает рядом преимуществ - простота реализации, невысокие требования к измерительной системе, детектирование изгибов гибкой консоли происходит через равные расстояния зонд-образец. Однако скорость измерения силовых кривых данным методом оказывается невысока. Получение карты силовых кривых большого разрешения за приемлемое время оказывается практически невозможным. Во-первых, при попытке управления сканером вертикальных перемещений на высокой скорости происходят существенные искажения его траектории, вызванные резкой сменой направления движения в крайних точках [25, 26]. Во-вторых, на поверхностях с высокой степенью шероховатости затруднено быстрое латеральное перемещение острия зонда без его повреждения. Эти два эффекта повышают время измерения карты силовых кривых. Повышение времени, затрачиваемого на получение карты силовых кривых, приводит к увеличению степени негативного влияния термодрейфа [27] на измерения,

некоторые образцы могут деградировать за время проведения длительных экспериментов. В целом, производительность измерительной системы чаще всего оказывается неудовлетворительной. Обычно скорость измерения силовых кривых описанным способом, при использовании сканеров вертикальных перемещений с собственной резонансной частотой несколько кГц, с учетом времени затрачиваемого на латеральное перемещение, ограничивается несколькими Герцами. Получение полноценной карты силовых кривых с разрешением 512x512 при скорости измерения силовых кривых 1Гц заняло бы около 70 часов. Поэтому для изучения механических свойств поверхности в последнее время применяют специальный способ вертикальных перемещений [28], позволяющий получать карту силовых кривых с достаточно большим разрешением за приемлемое время. Образец или зондовый датчик перемещается в вертикальном направлении друг относительно друга по синусоидальному закону (рис. 6). Такая траектория, по сравнению с траекторией треугольной формы, позволяет добиться уменьшения негативного влияния частотных характеристик сканера на измерения.

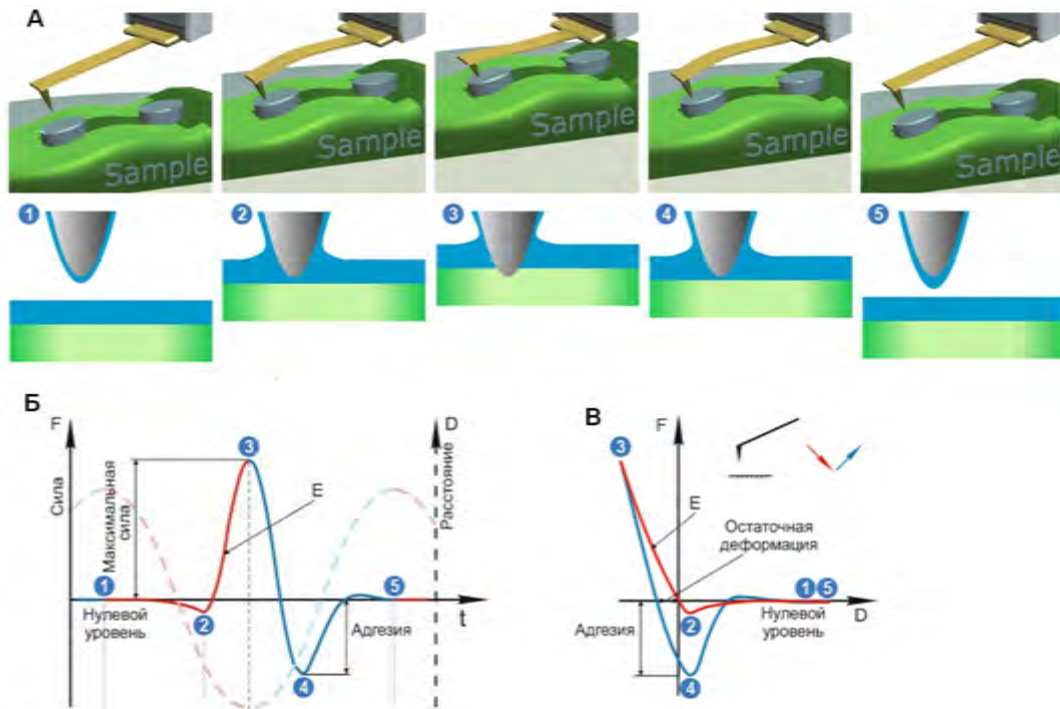


Рисунок 6. Способ быстрого измерения силовых кривых

Временная зависимость изгибов гибкой консоли (рис. 6) имеет некоторые характерные точки, которые соответствуют уровню базовой линии (1 и 5), адгезионным ямам (2 и 4) и наибольшему изгибу гибкой консоли (3). Кривые измеряются с частотами вплоть до килогерца и более, что позволяет поддерживать обратную связь по максимальному изгибу гибкой консоли (3) относительно нейтрального положения (1 и 5). Такой способ непрерывного измерения силовых кривых вкупе со способом поддержания обратной связи лежит в основе нерезонансных прерывисто-контактных методов АСМ измерений. В отличие от традиционных резонансных прерывисто-контактных методов измерений, частота вертикальных колебательных перемещений много меньше резонансной частоты гибкой консоли зондового датчика. При этом скорость регистрации силы взаимодействия много больше частоты вертикальных перемещений. Данный способ позволяет измерять с высокой скоростью (до нескольких килогерц) силовые кривые, поддерживая при этом постоянный уровень максимальной силы воздействия острия зонда на образец. Таким образом, обеспечивается возможность получения изображения рельефа, карты механических и прочих свойств поверхности с высоким разрешением.

В третьей главе будут подробно рассмотрены алгоритмы быстрого измерения силовых кривых. Будет рассмотрен метод фильтрации, основанный на синхронном детектировании, который позволяет в режиме реального времени устранять искажения, вызванные возникающими при скоростном измерении силовых кривых в вязкой среде гидродинамическими силами. Так же будет предложен метод учета динамических погрешностей, который позволяет в режиме реального времени устранять искажения, вызванные возникающим при скоростном измерении силовых кривых резонансным откликом зондового датчика.

1.6 Модели упругого взаимодействия острия зонда с поверхностью образца

Одна из ценнейших особенностей нерезонансных прерывисто-контактных методов АСМ измерений заключается в возможности получения информации о механических свойствах поверхности с высоким пространственным разрешением. Задача измерения механических свойств поверхности средствами АСМ неразрывно связана с рассмотрением моделей взаимодействия острия зонда с образцом. Существует множество моделей взаимодействия острия зонда с образцом. Ограничимся в данном разделе рассмотрением простейших моделей контактной механики упругого безадгезионного взаимодействия инденторов сферической и конической формы с упругим полупространством.

Первой рассмотрим модель Герца [29, 30]. В этой модели взаимодействия острия зонда с образцом, острие рассматривается как сфера небольшого радиуса, силы адгезии считаются равными нулю.

Вывод модели Герца взаимодействия абсолютно твердой сферы с упругим полупространством

Теория Герца позволяет найти, как сила взаимодействия абсолютно твердой сферы радиуса R с упругим полупространством зависит от перемещения d (рис. 7).

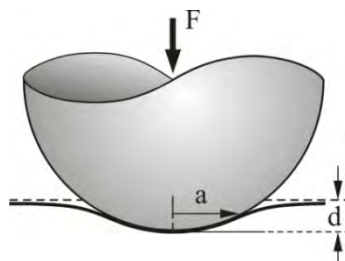


Рисунок 7. Взаимодействие твердой сферы с упругим полупространством.

Покажем, как из общих уравнений упругости делается этот вывод. Приведем без вывода лишь выражение для деформации упругого

полупространства под действием внешней, приложенной перпендикулярно поверхности, силы F , вывод которого можно найти во многих учебниках по теории упругости [31]:

$$\begin{aligned} u_x &= \frac{1+\nu}{2\pi E} \left(\frac{xz}{r^3} - \frac{(1-2\nu)x}{r(r+z)} \right) F_z \\ u_y &= \frac{1+\nu}{2\pi E} \left(\frac{yz}{r^3} - \frac{(1-2\nu)y}{r(r+z)} \right) F_z \\ u_z &= \frac{1+\nu}{2\pi E} \left(\frac{2(1-\nu)}{r} + \frac{z^2}{r^3} \right) F_z \end{aligned} \quad (1.19)$$

Вертикальная деформация u_z поверхности полупространства ($z = 0$):

$$u_z = \frac{1-\nu^2}{\pi E} \frac{F_z}{r} \quad (1.20)$$

Согласно принципу суперпозиции, в случае приложения к поверхности распределенного давления $p(x, y)$ распределение деформации по поверхности u_z будет иметь следующий вид:

$$u_z = \frac{1-\nu^2}{\pi E} \iint p(x', y') \frac{dx' dy'}{r}, \text{ где } r = \sqrt{(x-x')^2 + (y-y')^2} \quad (1.21)$$

Найдем, распределение деформации для приложенного распределенного давления [32]:

$$p = p_0 \left(1 - \frac{r^2}{a^2} \right)^{\frac{1}{2}} \quad (1.22)$$

В полярной системе координат:

$$p = p_0 \left(1 - \frac{r^2 + s^2 + 2rs \cos \varphi}{a^2} \right)^{\frac{1}{2}} = \frac{p_0}{a} (a^2 - r^2 - s^2 - 2rs \cos \varphi)^{\frac{1}{2}} = \frac{p_0}{a} (a^2 - 2\beta s - s^2)^{\frac{1}{2}}, \text{ где } \alpha^2 = a^2 - r^2 \text{ и } \beta = r \cos \varphi.$$

Тогда (1.21) примет вид:

$$u_z = \frac{1-\nu^2}{\pi E} \frac{p_0}{a} \int_0^{\varphi_1} \left(\int_0^{s_1} (a^2 - 2\beta s - s^2)^{\frac{1}{2}} ds \right) d\varphi$$

Интеграл по ds вычисляется следующим образом:

$$\int_0^{s_1} (a^2 - 2\beta s - s^2)^{\frac{1}{2}} ds = -\frac{1}{2} \alpha \beta + \frac{1}{2} (\alpha^2 + \beta^2) \left(\frac{\pi}{2} - \arctan(\beta/\alpha) \right)$$

Интегрируя по $d\varphi$ получим:

$$u_z = \frac{1-\nu^2}{\pi E} \frac{p_0}{a} \int_0^{2\pi} \frac{\pi}{4} (\alpha^2 + \beta^2) d\varphi = \frac{1-\nu^2}{4E} \frac{p_0}{a} \int_0^{2\pi} (a^2 - r^2 + r^2 \cos^2 \varphi) d\varphi = \frac{1-\nu^2}{E} \frac{\pi p_0}{4a} (2a^2 - r^2)$$

Таким образом:

$$u_z = \frac{1-\nu^2}{E} \frac{\pi p_0}{4a} (2a^2 - r^2), \text{ ДЛЯ } r \leq a \quad (1.23)$$

Суммарная сила при этом:

$$F = \int_0^a p(r) 2\pi r dr = \frac{2}{3} p_0 \pi a^2 \quad (1.24)$$

Видно, что приложенное распределенное давление вызывает такую деформацию поверхности упругого полупространства, которая должна возникать при вдавливании в это упругое полупространство абсолютно твердой сферы (рис. 8):

$$u_z = d - \frac{r^2}{2R} \quad (1.25)$$

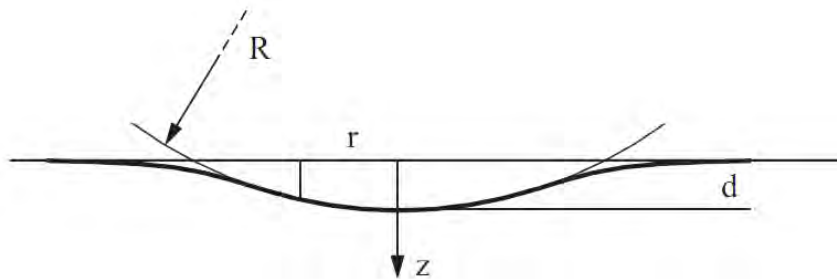


Рисунок 8. Вдавливание сферы в упругое полупространство.

Подберем параметры p и a таким образом, чтобы деформация, вызванная приложенной силой, в точности совпадала с формой сферы радиуса R :

$$\frac{1-\nu^2}{E} \frac{\pi p_0}{4a} (2a^2 - r^2) = d - \frac{r^2}{2R}$$

Отсюда:

$$a = \frac{\pi p_0 R (1-\nu^2)}{2E}, \quad d = \frac{\pi a p_0 (1-\nu^2)}{2E}$$

Отсюда радиус площади контакта:

$$a = Rd, \quad (1.26)$$

Максимальное давление в области контакта:

$$p_0 = \frac{2}{\pi} \frac{1-\nu^2}{E} \left(\frac{d}{R} \right)^{1/2} \quad (1.27)$$

Суммарная сила:

$$F = \frac{4}{3} \frac{1-\nu^2}{E} R^{1/2} d^{3/2} \quad (1.28)$$

Таким образом, согласно теории Герца, сила взаимодействия абсолютно твердой сферы радиуса R с упругим полупространством зависит от перемещения d следующим образом:

$$F = \frac{4}{3} E^* R^{1/2} d^{3/2}, \text{ где } E^* = \frac{E}{1-\nu^2} \quad (1.29)$$

Модель Герца применима для тех случаев, когда проникновение острия зонда в образец не превышает радиус закругления острия зонда (обычно 10-30нм).

Модель конической формы зонда

Для более глубоких проникновений, которые обычно наблюдаются при работе с мягкими, например биологическими, образцами, часто более предпочтительной оказывается модель Снеддона взаимодействия абсолютно твердого конуса с упругим полупространством. Снеддон вывел зависимость силы взаимодействия от проникновения абсолютно твердого оси симметричного тела произвольной формы в упругое полупространство [33]. Рассмотрим наиболее важный с практической точки зрения случай индентирования упругого полупространства твердым телом конической формы. В этом случае давление в области контакта распределено по следующему закону:

$$p(r) = \frac{Ed}{\pi a(1-\nu^2)} \ln \left(\frac{a}{r} + \sqrt{\left(\frac{a}{r} \right)^2 - 1} \right), \quad (1.30)$$

А общая сила взаимодействия зависит от перемещения d следующим образом:

$$F = \frac{2E^*}{\pi} \frac{d^2}{\text{ctg}\theta}, \text{ где } E^* = \frac{E}{1-\nu^2} \quad (1.31)$$

Угол θ - половина угла при вершине конуса - обычно определяется углами кристаллических плоскостей острия зонда [34] и составляет чаще всего $90 - 18 = 72$ градуса. Обычно такой моделью имеет смысл пользоваться при проникновении острия зонда в образец на глубину 50нм и более.

Существует множество способов более подробного описания формы острия зонда [35, 36], однако с практической точки зрения наибольший интерес представляют рассмотренные модели, описывающие форму острия зонда как сфера радиуса 10-30нм или конус с углом схождения 36 градусов.

Очень часто исследуемый образец проявляет вязкоупругие свойства. Так же наблюдаются силы адгезии, возникающие между острием зонда и образцом, которыми нельзя пренебрегать при определении модуля Юнга материала по силовым кривым, и которые сами могут являться объектом исследования.

В четвертой главе будут подробно рассмотрены более сложные модели взаимодействия острия зонда с поверхностью, учитывающие силы адгезии и вязкоупругие свойства образца.

Применение моделей взаимодействия острия зонда с поверхностью к силовым кривым

Для полноценного количественного анализа механических свойств поверхности в нерезонансных прерывисто-контактных методах АСМ измерений важно успевать обрабатывать измеряемые кривые по мере их поступления. Ситуация осложняется тем, что силовые кривые, измеренные в таком режиме, часто не позволяют однозначно определить момент касания острием зонда поверхности образца. Из-за этого традиционный метод вычисления модуля Юнга по каждой точке силовой кривой оказывается не точным из-за неопределенности вертикального смещения острия зонда относительно поверхности.

Лучшим решением было бы подобрать момент касания поверхности и модуль Юнга, обеспечивающие наилучшее согласование измеренной силовой

кривой с силовой кривой, предсказываемой теоретической моделью. Многие итерационные методы, которые можно бы было использовать в данной ситуации, оказываются неприменимыми из-за высокой вычислительной сложности.

Решение данной проблемы предложено в 4 главе.

1.7 Основные результаты по главе 1

В первой главе были описаны традиционные способы проведения измерений и подготовки к эксперименту. Рассмотрены основные ограничения, влияющие на пространственное разрешение и достоверность экспериментальных результатов. Проведен обзор по методам измерения механических свойств поверхности.

Глава 2. Подготовка к АСМ измерениям

Данная глава посвящена методам подготовки к проведению АСМ измерений свойств поверхности образца. А именно - методу определения нормальной жесткости гибкой консоли зондового датчика, методу определения чувствительности оптической системы регистрации и методу сближения острия зонда с поверхностью образца. Описан бесконтактный метод определения чувствительности оптической системы регистрации. Предложен оригинальный метод измерения нормальной жесткости гибкой консоли зондовых датчиков с высокой резонансной частотой и добротностью по спектру тепловых шумов, позволяющий снизить такие требования к измерительной системе, как частота оцифровки и объем высокоскоростной памяти. Предложен оригинальный метод сближения острия зонда с поверхностью образца, использующий алгоритм вариации рабочей точки цепи обратной связи в процессе подвода, позволяющий настроить рабочую точку цепи обратной связи еще во время сближения и обеспечить безопасное касание поверхности острием зонда.

2.1 Калибровка методом термошумов

Для определения одной из основных характеристик измерительной системы - нормальной жесткости гибкой консоли зондового датчика, известно множество методов. В последнее время широкое распространение получил метод термошумов [11]. Метод термошумов опирается на теорему о равномерном распределении, которая позволяет связать константу нормальной жесткости гибкой консоли со спектром её тепловых колебаний. Согласно теореме о равномерном распределении:

$$\left\langle \frac{1}{2} k_{spr} z^2 \right\rangle = \frac{1}{2} k_B T \quad (2.1)$$

Левая часть уравнения соответствует средней кинетической энергии вертикальных перемещений гибкой консоли зондового датчика, правая часть уравнения – тепловой энергии свободного гармонического осциллятора. k_{spr} - константа нормальной жесткости гибкой консоли, k_B - постоянная Больцмана, T - абсолютная температура. Согласно равенству Парсеваля кинетическая энергия, стоящая в левой части уравнения может быть найдена экспериментально как площадь под мощностным спектром тепловых колебаний гибкой консоли зондового датчика. Применение метода численного интегрирования для вычисления площади оказывается затруднительным из-за того, что интегрирование должно быть произведено во всей положительной области частот. Поэтому измеренный экспериментально спектр тепловых колебаний предварительно аппроксимируют согласно некоторой теоретической модели, а площадь под графиком вычисляют аналитически из найденных значений параметров аппроксимации. Таким образом, измерение мощностного спектра тепловых колебаний гибкой консоли позволяет без какой-либо дополнительной информации о размерах гибкой консоли зондового датчика и материале, из которого она изготовлена, определить ее нормальную жесткость.

Наиболее подходящее для практического применения определение $\langle z^2 \rangle$ из уравнения (2.1) следующее:

$$\langle z^2 \rangle = \lim_{A \rightarrow \infty} \frac{1}{A} \int_0^A |z(t)|^2 dt \quad (2.2)$$

Если сделано N измерений величины z через равные промежутки времени A , верна следующая математическая оценка:

$$\langle z^2 \rangle \approx \sum_{n=0}^{N/2} p_k \Delta f \approx \int_0^{f_c} p(f) df \quad (2.3)$$

Где $\Delta = \Delta t = A / N$ - время между измерениями сигнала изгиба гибкой консоли, $f = 1/(2\Delta)$ - частота Найквиста, $\Delta f = 1/A = 1/(N\Delta)$, p_k - удельная спектральная мощность на частотах $f_k = k\Delta f$, $p(f)$ - теоретическая резонансная кривая,

аппроксимирующая реально измеренный мощностной спектр тепловых колебаний гибкой консоли зондового датчика. Примеры теоретических моделей для аппроксимации представлены далее.

Аппроксимация мощностного спектра тепловых колебаний гибкой консоли зондового датчика

Существует множество моделей, которые могут быть использованы для аппроксимации мощностного спектра тепловых колебаний гибкой консоли зондового датчика. Примерами таких моделей являются модель Лоренца, модель свободного гармонического осциллятора, модель Гаусса и другие. Далее будут рассмотрены первые две модели, которые широко используются на практике. Обычно используют модель Лоренца для зондового датчика на воздухе или в вакууме и модель свободного гармонического осциллятора для зондового датчика в жидкости, где добротность свободных колебаний ниже.

1) Модель Лоренца имеет следующий вид:

$$p(f) = L(f) = \frac{a_0}{(f - a_1)^2 + a_2} + a_3 \quad (2.4)$$

2) Модель свободного гармонического осциллятора:

$$p(f) = \frac{a_0}{(f^2 - a_1)^2 + f^2 a_2} + a_3 \quad (2.5)$$

В моделях (2.4) и (2.5), a_3 - удельная спектральная мощность паразитного белого шума. Физический смысл остальных параметров аппроксимации будет дан чуть ниже. Мощность тепловых колебаний (2.3) может быть оценена следующим образом:

$$\int_0^{\infty} \frac{a_0}{(f - a_1)^2 + a_2} \approx \int_{-\infty}^{\infty} \frac{a_0}{(f - a_1)^2 + a_2} = \frac{\pi a_0}{\sqrt{a_2}} \quad (2.6)$$

Параметры модели (2.4) связаны с физическими свойствами гибкой консоли следующим образом [37]:

- Резонансная частота: $f_{res} = a_1$

- Добротность: $Q = a_1 / (2\sqrt{a_2})$
- Нормальная жесткость: $k_{spr} = (k_B T) / (\pi a_0 / \sqrt{a_2})$
- Высота резонансного пика: $L_{peak} = \frac{a_0}{a_2} = \frac{2Qk_B T}{\pi k_{spr} f_{res}}$

Выражение для L_{peak} может быть использовано в качестве критерия для определения требования к шумности измерительной системы – пик тепловых шумов должен быть различим на фоне паразитных шумов измерительной системы. f_{res} соответствует значению f , при котором достигается максимум функции (2.4). Добротность может быть выведена из определения, связанного с шириной резонансного пика $Q = f_{res}/FWHP$, где $FWHP$ - ширина пика на половине высоты. $FWHP = x_2 - x_1$, где x_2 и x_1 - больший и меньший корни уравнения $\frac{a_0}{(x-a_1)^2 + a_2} = \frac{a_0}{2a_2}$ соответственно. Корни этого уравнения $x_{2,1} = a_1 \pm \sqrt{a_2}$ приводят к $FWHP = 2\sqrt{a_2}$ и дают выражения для добротности Q . Аналогично с физическими свойствами гибкой консоли можно связать параметры модели (2.5). Мощность тепловых шумов:

$$\int_0^{\infty} \frac{a_0 df}{(f^2 - a_1)^2 + f^2 a_2} = \frac{\pi a_0}{2a_1 \sqrt{a_2}} \quad (2.7)$$

Связь параметров аппроксимации с физическими параметрами гибкой консоли [38]: (используя обозначение $A = a_1 - a_2 / 2$):

- Резонансная частота: $f_{res} = \sqrt{A} \approx \sqrt{a_1}$, для $a_1 \gg a_2$
- Добротность: $Q = \sqrt{A / (2(A - \sqrt{2A^2 - a_1^2}))} \approx \sqrt{a_1 / a_2}$, для $a_1 \gg a_2$
- Константа жесткости: $k_{spr} = (k_B T) / (\pi a_0 / (2a_1 \sqrt{a_2}))$
- Высота резонансного пика: $SHO_{peak} = \frac{a_0}{a_1^2 - A^2} \approx \frac{a_0}{a_1 a_2}$, для $a_1 \gg a_2$.

Для нахождения добротности из $Q = f_0/FWHP$, ширина пика на полувысоте вычисляется из корней следующего уравнения $\frac{a_0}{(x-a_1)^2 + xa_2} \approx \frac{a_0}{2(a_1^2 - A^2)}$, где $x = f^2$. Корни уравнения $x_{2,1} = A \pm \sqrt{a_1^2 - A^2}$.

Тогда $F_{WHP} = \sqrt{x_2} - \sqrt{x_1} = \sqrt{2(A - \sqrt{2A^2 - a_1^2})}$. Теперь, чтобы упростить выражение для Q , воспользуемся выражением $Q^{-2} = 2(1 - \sqrt{2 - \frac{a_1^2}{A^2}}) \approx 2(1 - \sqrt{1 - \frac{a_2}{a_1}})$, и приближением $\sqrt{1 - a_2/a_1} \approx 1 - 0.5a_2/a_1$, что и даст искомое выражение для добротности Q .

При высокой добротности разница между описанными моделями оказывается несущественной. Аппроксимация любой из описанных моделей может быть выполнена методом Левенберга-Марквардта [38]. Физический смысл аппроксимирующих параметров, данный выше, позволяет определить начальные условия для итерационного метода Левенберга-Марквардта.

Определения нормальной жесткости гибкой консоли зондового датчика с высокой резонансной частотой и добротностью

Необходимость измерения спектра тепловых колебаний предъявляет к измерительной системе высокие требования. Частота Найквиста, равная половине частоты оцифровки, должна превышать первую резонансную частоту зондового датчика, а количество собранных подряд значений сигнала изгиба гибкой консоли должно обеспечивать много большее частотное разрешение, чем ширина резонансного пика:

$$\begin{cases} f_{\text{sampl}} > 2f_{\text{res}} \\ N \gg \frac{f_{\text{sampl}}}{(f_{\text{res}} / Q)} \end{cases} \quad (2.8)$$

Где f_{sampl} – частота оцифровки, f_{res} – резонансная частота зондового датчика, Q – добротность, а N – количество собранных подряд значений сигнала изгиба гибкой консоли. Для зондовых датчиков с высокой резонансной частотой и добротностью, необходимые частота оцифровки и объем высокоскоростной памяти для хранения собранных подряд значений сигнала изгиба гибкой консоли достигают значительных величин. Так, для зондового датчика с резонансной частотой $f_{\text{res}} = 750 \text{ кГц}$ и добротностью $Q = 1000$, согласно (2.8), требуемая частота оцифровки достигает $f_{\text{sampl}} = 1.5 \text{ МГц}$, высокоскоростная память, работающая на

этой частоте, должна вмещать порядка $N = 100000$ значений сигнала изгиба гибкой консоли. Использование синхронного детектора позволяет снизить эти требования. Суть приема заключается в использовании синхронного детектора для сбора данных [39, 40]. Пусть на вход синхронного детектора поступает оптический сигнал $s(t)$, соответствующий вертикальным отклонениям конца гибкой консоли, имеющий следующее Фурье представление:

$$s(t) = \sum C_k \cos(2\pi f_k t + \theta_k) \quad (2.9)$$

Опорная частота синхронного детектора f_L выбирается рядом с резонансной частотой зондового датчика f_{res} . Пусть R – амплитуда опорного сигнала синхронного детектора. Тогда опорный сигнал синхронного детектора имеет вид:

$$r(t) = R \cos(2\pi f_L t) \quad (2.10)$$

Выходной сигнал синхронного детектора будет $s(t)r(t) = \frac{R}{2} \sum C_k \cos(2\pi(f_k - f_L)t + \theta_k) + H(t)$, где $H(t)$ – высокочастотная составляющая. Таким образом, спектр выходного сигнала будет сдвинут относительно спектра входного сигнала на опорную частоту f_L (рис. 9).

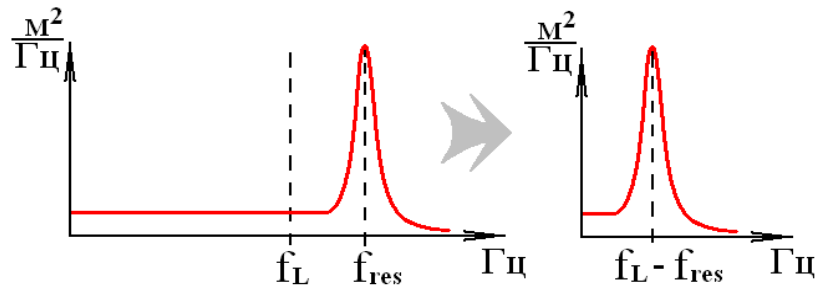


Рисунок 9. Слева – спектр входного сигнала синхронного детектора, справа – спектр выходного сигнала синхронного детектора.

Вместо системы уравнений (2.8) теперь можно записать:

$$\begin{cases} f_{sAMPL} > 10f_{res} / Q \\ N \gg \frac{f_{sAMPL}}{(f_{res} / Q)} \end{cases} \quad (2.11)$$

Из (2.11) видно, что требования к f_{sAMPL} и N значительно снизились. Так, для зондового датчика с резонансной частотой $f_{res} = 750$ кГц и добротностью $Q = 1000$,

согласно (2.11), достаточно частоты оцифровки $f_{\text{sampl}} = 10 \text{ кГц}$, память, работающая на данной частоте, должна вмещать $N = 10000$ значений сигнала изгиба гибкой консоли. Применяемые для измерения механических свойств поверхности жестких образцов зондовые датчики с высокой нормальной жесткостью гибкой консоли, зачастую обладают высокой резонансной частотой и добротностью. Добротность зондового датчика так же оказывается высокой при проведении измерений в вакууме. Предлагаемый способ измерения спектра тепловых шумов, за счет снижения требований к измерительной системе, позволяет измерять нормальную жесткость зондовых датчиков с высокой резонансной частотой и добротностью, что особенно важно при исследовании жестких образцов и при проведении измерений в вакууме. Таким образом, метод определения нормальной жесткости гибкой консоли, основанный на использовании синхронного детектора для измерения спектра тепловых шумов, позволяет существенно расширить возможности измерительной системы.

Характерные спектры тепловых колебаний гибких консолей, измеренные с использованием синхронного детектирования, изображены на рис. 10.

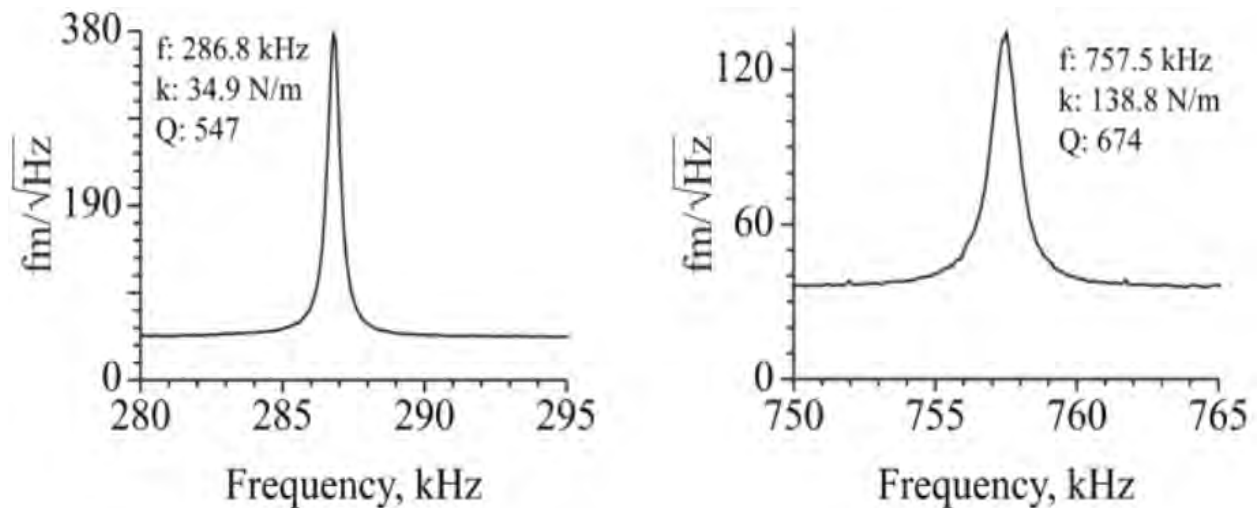


Рисунок 10. Спектры тепловых колебаний гибких консолей двух разных зондовых датчиков, измеренные предлагаемым методом

Бесконтактный метод определения коэффициента обратной оптической чувствительности

Прямое измерение чувствительности системы регистрации по силовым кривым, измеренным на жесткой гладкой поверхности, дает точный результат, но зачастую приводит к повреждению острия зонда. Точное измерение свойств поверхности зондовым датчиком, геометрия острия зонда которого нарушена, невозможно. Поэтому оптическую чувствительность чаще всего измеряют по силовым кривым только после проведения основных измерений, что затрудняет подбор параметров измерительной системы и контролирование получаемых результатов.

Один из современных методов определения оптической чувствительности основан на измерении мощностного спектра тепловых колебаний, вызванных действием молекул окружающей среды, описанный в ряде статей [37, 41]. Согласно (2.1), гибкая консоль, находясь в термодинамическом равновесии с окружающей средой, совершает хаотичные колебания, средняя энергия которых равна тепловой энергии молекул окружающей среды:

$$E_T = \frac{1}{2} k_B T = \frac{1}{2} k \langle z^2 \rangle \quad (2.12)$$

где k_B – постоянная Больцмана, $\langle z^2 \rangle$ – среднеквадратичное отклонение гибкой консоли, k – нормальная жесткость гибкой консоли, T – абсолютная температура.

Мощностной спектр первой моды колебаний гибкой консоли описывается формулой (2.5).

Учитывая, что $\langle z^2 \rangle$ пропорциональна площади под кривой спектральной зависимости (2.7) и принимая во внимание определение коэффициента обратной оптической чувствительности как отношение отклонения конца гибкой консоли к сигналу изгиба гибкой консоли, имеем:

$$\langle z^2 \rangle = \frac{\pi}{2} \text{InvOS}^2 \cdot f_R P_{dc} Q \quad (2.13)$$

Где P_{dc} – высота резонансного пика мощностного спектра некалиброванного сигнала изгиба гибкой консоли зондового датчика. Отсюда следует формула для вычисления коэффициента InvOS:

$$InvOS = \sqrt{\frac{2k_B T}{\pi k f_R Q P_{dc}}} \quad (2.14)$$

Нормальная жесткость k , входящая в (2.14), может быть определена методом Садера (1.12).

Таким образом - комбинирование упомянутого выше метода термошумов и метода Садера позволяет определить нормальную жесткость и коэффициент обратной оптической чувствительности без контакта острия зонда с твердой гладкой поверхностью и гарантирует сохранение его остроты.

Важно установить корреляцию между значениями коэффициента обратной оптической чувствительности, полученными статическим и бесконтактным методами, поскольку это позволило бы использовать бесконтактный метод как основной, учитывая, что при измерении он не требует контакта острия зонда с твердой гладкой поверхностью.

Результаты проведенных измерений показывают, что коэффициенты обратной оптической чувствительности, полученные обоими методами, линейно зависят от длины кантилевера (рис. 11 слева), что согласуется с теоретической формулой (1.18). Однако, они имеют разный угол наклона, что указывает на систематическое рассогласование значений, полученных разными методами. Действительно, сопоставление пар значений коэффициентов (InvOS-TT, InvOS-FC) и построение корреляционной зависимости между ними показывает наличие линейной зависимости с коэффициентом корреляции $R^2 = 0.9925$ (рис. 11 справа). Тангенс угла наклона, равный $0,79 \pm 0,07$, показывает, что коэффициент InvOS измеренный по статическому методу в среднем на 20% меньше коэффициента, измеренного бесконтактным методом.

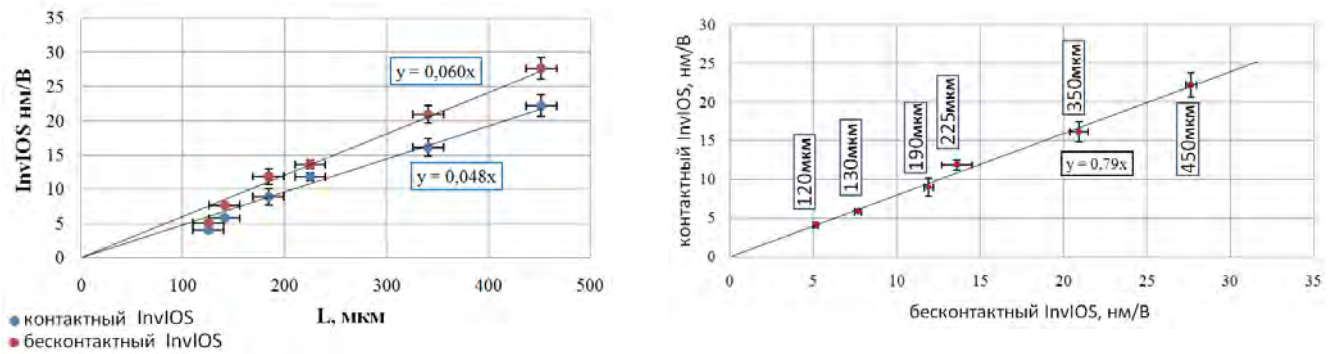


Рисунок 11. Слева - зависимость коэффициента обратной оптической чувствительности, измеренной контактным и бесконтактным способом от длины гибкой консоли. Корреляция между инверсной оптической чувствительности, найденной бесконтактным и контактным методами

Таким образом, бесконтактный метод калибровки может использоваться для определения инверсной оптической чувствительности перед основными измерениями без опасности повреждения острия зонда. Это облегчает настройку параметров измерительной системы и контролирование результатов еще в процессе проведения измерений.

2.2 Сближение острия зонда с поверхностью образца

Зонд является легкоповреждаемым элементом АСМ. Для проведения достоверных количественных АСМ измерений необходимо обеспечить безопасное сближение острия зонда с образцом. Существуют традиционные способы сближения острия зонда с образцом [1, 24]. При их использовании требуется предварительная настройка параметров цепи обратной связи. Такие способы сближения зондового датчика с образцом не позволяют определить рабочую точку цепи обратной связи до касания поверхности, что повышает вероятность повреждения острия зондового датчика. В данной работе предлагается оригинальное решение данной проблемы. Предлагаемый алгоритм похож на уже известный алгоритм [24] - этапы работы двигателей подвода и

этапы выдвижения сканера вертикальных перемещений чередуются, касание поверхности острием зонда происходит на этапе выдвижения сканера. Отличие предлагаемого метода от известного заключается в том, что на этапах выдвижения сканера вертикальных перемещений происходит настройка рабочей точки цепи обратной связи. Каждый раз на этапе выдвижения сканера вертикальных перемещений рабочая точка цепи обратной связи уменьшается, начиная с амплитуды свободных колебаний до тех пор, пока не произойдет касание острием поверхности, определяемое по некоторому критерию. При работе в прерывисто-контактном методе, в качестве такого критерия может использоваться изменение фазы колебаний на некоторую, заранее выбранную величину, наблюдаемое при приближении острия зонда к поверхности образца на малое расстояние.

Поведение зондового датчика при работе в прерывисто-контактных методах в поле внешних сил

Существует множество моделей поведения зондового датчика вблизи поверхности разной степени сложности [42]. Ограничимся рассмотрением тривиальной модели свободного гармонического осциллятора в поле внешних сил:

$$\ddot{z} + 2\gamma\dot{z} + \omega_0^2 z = Ae^{i\omega t} + f(z, \dot{z}) \quad (2.15),$$

Где z - координата острия зонда, γ - постоянная затухания, ω_0 - резонансная частота, $Ae^{i\omega t}$ - подаваемое на зондовый датчик возбуждение, $f(z, \dot{z})$ - нормированная на массу внешняя сила, действующая на острие зонда.

В первом приближении внешнюю силу можно разложить следующим образом:

$$f(z, \dot{z}) \approx C - \alpha z - \beta \dot{z}$$

Тогда уравнение движения примет вид:

$$\ddot{z} + 2\gamma\dot{z} + \omega_0^2 z = Ae^{i\omega t} + C - \alpha z - \beta\dot{z} \quad (2.16)$$

$$\text{Или } \ddot{\tilde{z}} + (2\gamma + \beta)\dot{\tilde{z}} + (\omega_0^2 + \alpha)\tilde{z} = 0 \quad (2.17),$$

$$\text{Где } \tilde{z} = z - \frac{C}{(\omega_0^2 + \alpha)}$$

Через некоторое время в такой системе должны установиться колебания по гармоническому закону с частотой ω . Будем искать решение в виде $Be^{i\omega t}$, где B в общем случае комплексное число:

$$B = \frac{A}{(2\gamma + \beta)i\omega + \omega_0^2 + \alpha - \omega^2} \quad (2.18)$$

Если возбуждение производится на резонансной частоте свободного осциллятора, то $\omega = \omega_0$ и выражение для B примет вид:

$$B = \frac{A}{(2\gamma + \beta)i\omega + \alpha} \quad (2.19)$$

Отсюда фазовый сдвиг, обусловленный наличием внешних сил:

$$\Delta\varphi = \arcsin\left(\frac{\alpha}{2\gamma + \beta}\right) \quad (2.20)$$

А амплитуда колебаний

$$Mag = \frac{A}{\sqrt{(\alpha^2 + (2\gamma + \beta)^2 \omega^2)}} \quad (2.21)$$

Таким образом, диссипативная составляющая внешней силы $\beta\dot{z}$ соответствует изменению амплитуды колебаний, а упругая составляющая (градиент внешней силы) αz в большей степени соответствует изменению фазы колебаний.

Как правило, при приближении возбуждаемого зондового датчика на расстояние около 100 микрометров и ближе к поверхности начинают наблюдаться изменения амплитуды колебаний (на 10-15%), при этом фаза остается практически неизменной вплоть до самого касания поверхности острием зонда.

Такое поведение можно объяснить эффектом воздушного демпфирования за счет сжатия воздуха между поверхностью образца и колеблющейся гибкой консолью зондового датчика.

При касании острием зонда поверхности образца наблюдается резкое изменение фазы колебаний [43], что объясняется наличием близкодействующих сил. Зависимость амплитуды колебаний от расстояния зонд-образец тоже становится существенно более крутой из-за наличия существенной неупругой составляющей, а так же из-за ухода резонансной частоты.

Именно эти близкодействующие силы обеспечивают возможность получения изображения рельефа поверхности с высоким пространственным разрешением при сканировании.

Способ безопасного сближения острия зонда с поверхностью образца

При сближении острия зонда с поверхностью образца по предлагаемому методу [44-47] весь процесс сближения делится логически на два этапа – этап предварительного сближения и этап завершающий сближение.

Для экономии времени на первом этапе сближения, пока поверхность образца находится еще далеко от образца, шаговые двигатели работают в направлении приближения острия зонда к поверхности до тех пор, пока амплитуда колебаний гибкой консоли не снизится на некоторую заранее выбранную величину. Обычно это снижение связано с воздушным демпфированием или электростатическими силами и составляет 5-10% от амплитуды свободных колебаний, что позволяет избежать касания острием зонда поверхности при работающих двигателях подвода.

Второй этап сближения острия зонда с поверхностью образца по предлагаемому способу удобно рассматривать, опираясь на схему рис. 12. В прямоугольниках 1-6, 9 кратко описаны выполняемые действия алгоритма, в ромбах 7, 8 описаны условия ветвления алгоритма.

Второй этап сближения работает по алгоритму, похожему на алгоритм [24], кратко описанный в первой главе. Здесь так же происходит чередование этапов работы двигателя подвода 2 и этапов перемещения сканера 1, 4-6. Точно так же перед осуществлением нескольких шагов 2 двигателями в направлении к поверхности обратная связь размыкается 1, сканер вертикальных перемещений полностью втягивается. После выполнения шагов 2 двигателем обратная связь замыкается 4 и по положению выдвинувшегося сканера происходит автоматическое определение наличия контакта зонда с поверхностью 8. Эти шаги прodelываются до тех пор, пока после очередного замыкания цепи обратной связи 4 сканер вертикальных перемещений не окажется в среднем, рабочем положении. Уникальность предлагаемого метода заключается в способе управления сканером вертикальных перемещений на каждом шаге 3-8.

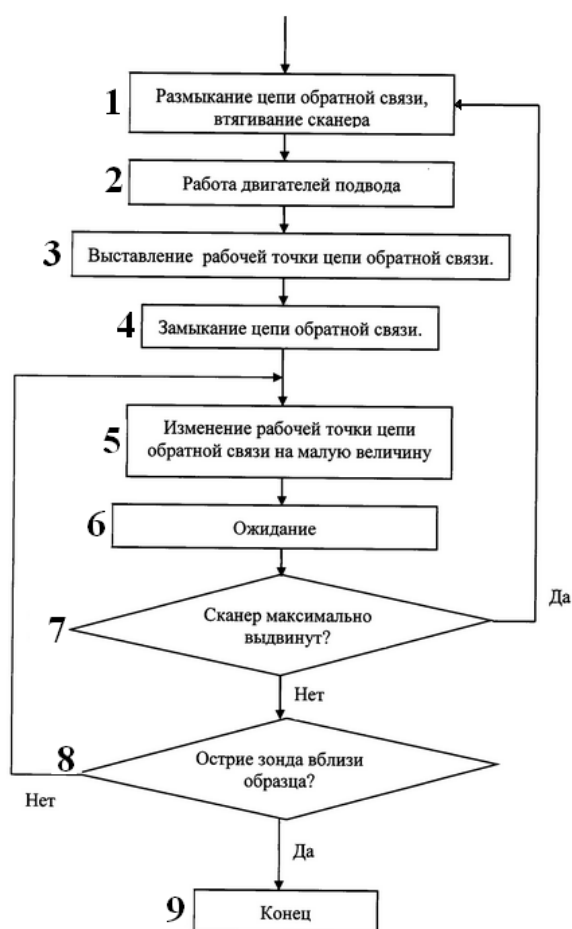


Рисунок 12. Схема алгоритма сближения острия зонда с поверхностью образца по предлагаемому способу.

На протяжении всего процесса сближения входным сигналом обратной связи выступает амплитуда колебаний гибкой консоли, регистрируемых при помощи оптической системы регистрации. Перед замыканием цепи обратной связи 4 рабочая точка цепи устанавливается равной амплитуде колебаний гибкой консоли в данный момент времени 3. Таким образом, сигнал ошибки рассогласования цепи обратной связи оказывается равным нулю. После этого цепь обратной связи замыкается 4 и начинается этап выдвижения 5-8 сканера вертикальных перемещений. После замыкания обратной связи 4 происходит уменьшение 5 рабочей точки цепи обратной связи на малую величину, и ожидание 6, чтобы обратная связь успела отработать изменение 5. Постепенное уменьшение 5 рабочей точки цепи обратной связи с последующим ожиданием 6 повторяется до тех пор, пока сканер вертикальных перемещений не окажется выдвинутым на максимальную величину 7 или острие зонда не окажется в достаточной близости к поверхности 8. Если в результате этих действий 5-8 сканер вертикальных перемещений оказался максимально выдвинут 7, то обратная связь размыкается, сканер втягивается 1, работа шаговых двигателей 2 и манипуляции 3-8 со сканером снова повторяются. Сближение продолжается до тех пор, пока на каком-то из циклов выдвижения 3-8 сканера вертикальных перемещений острие зонда не оказывается в достаточной близости к поверхности образца.

Видно, что отличительной особенностью предлагаемого на рис. 12 алгоритма является то, что рабочая точка обратной связи здесь не выбирается заранее, а варьируется 3, 5. За счет этого, обеспечивается снижение разрушающего воздействия на острие зонда в момент касания 8 поверхности образца острием зонда.

Осталось выбрать критерий определения близости острия зонда к поверхности образца 8. Для этого подходят два независимых критерия определения достаточной близости острия зонда к поверхности образца, которые могут применяться как самостоятельно, так и совместно. Первый критерий

основан на резком изменении амплитуды колебаний гибкой консоли наблюдаемом при приближении зондового датчика к поверхности образца. Примерный вид зависимости амплитуды колебаний от расстояния зонд-образец показан на рис. 13.

По горизонтальной оси отчитывается расстояние зонд-образец H , по вертикальной – амплитуда колебаний гибкой консоли M . На существенном удалении $H > H_1$ изменение амплитуды колебаний гибкой консоли с расстоянием не заметно. При относительно не большом удалении от поверхности образца $H_2 < H < H_1$, начинают проявляться дальнодействующие силы воздушного демпфирования и электростатического взаимодействия, приводящие чаще всего к небольшому уменьшению амплитуды колебаний гибкой консоли зондового датчика. Именно это небольшое изменение амплитуды колебаний используется для определения момента, когда необходимо перейти от первого этапа сближения, основанного на непрерывной работе шаговых двигателей ко второму этапу, основанному на последовательной работе шаговых двигателей и выдвигении сканера вертикальных перемещений.

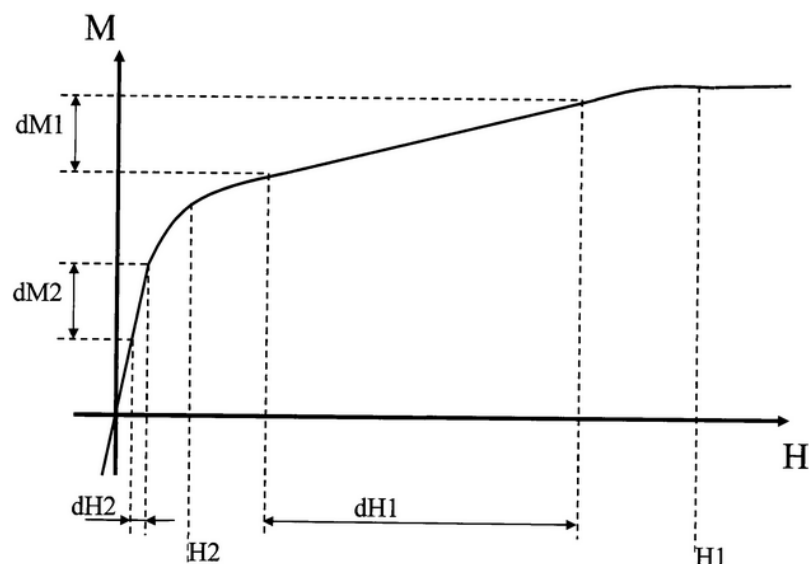


Рисунок 13. Примерный вид зависимости амплитуды колебаний от расстояния зонд-образец.

При дальнейшем приближении острия зонда к поверхности $H < H_2$ начинают сказываться близкодействующие силы межмолекулярного взаимодействия, приводящие к более резкой зависимости амплитуды колебаний M от расстояния H . Точка H_2 может считаться моментом касания поверхности острием зонда.

Опишем, как в процессе выполнения сближения острия зонда с поверхностью по алгоритму рис. 12. можно определить момент H_2 касания поверхности острием. Рабочая точка обратной связи в процессе варьирования каждый раз уменьшается на одну и ту же малую величину $dM = dM_1 = dM_2$ (рис. 13). Однако это изменение приводит к разным перемещениям сканера $dH_1 > dH_2$. Условие уменьшения отклика цепи обратной связи dH ниже заранее заданной величины на одно и то же небольшое изменение рабочей точки цепи обратной связи dM может быть использовано для определения момента касания H_2 . Таким образом, это служит критерием для определения достаточной близости острия зонда к поверхности образца

Другой критерий основан на детектировании скачкообразного изменения фазы колебаний. Как было описано в предыдущем подразделе, скачкообразное изменение фазы колебаний вызвано высоким градиентом сил, что связано с близкодействующим взаимодействием. Использование этого критерия отличается простотой и надежностью – достаточно лишь выбрать некоторое пороговое значения для фазы колебаний (обычно 3-5 градусов) в самом начале подвода, и, при изменении фазы более этого порога за один цикл выдвижения сканера вертикальных перемещений, останавливать сближение. Именно поэтому этот критерий был выбран в качестве основного для способа безопасного сближения острия зонда с поверхностью образца.

На рис. 14 представлены временные зависимости сигналов амплитуды и фазы колебаний гибкой консоли зондового датчика в процессе сближения с поверхностью предлагаемым способом.

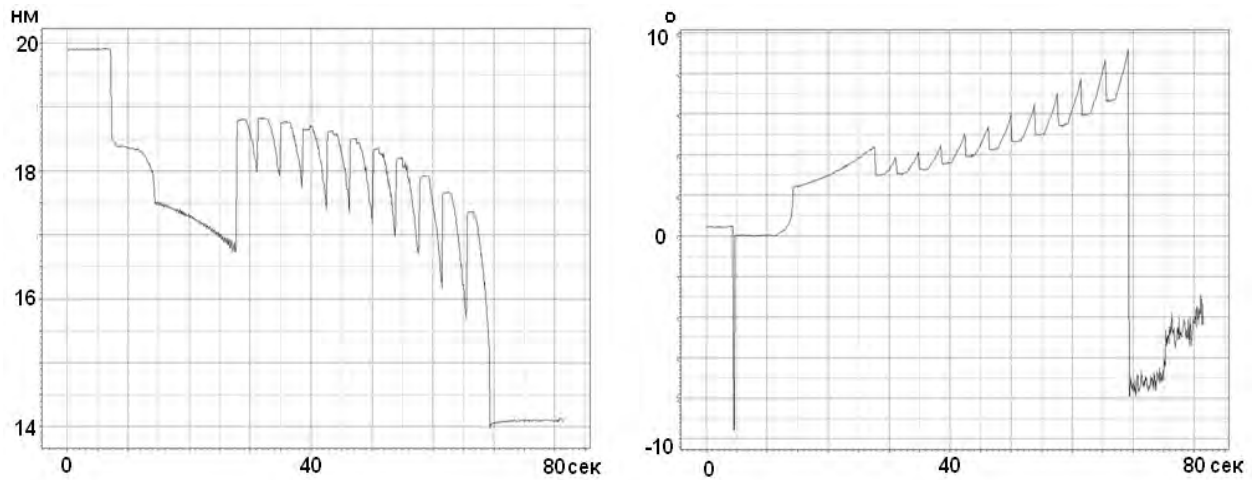


Рисунок 14. Слева временная зависимость амплитуды, справа – фазы колебаний гибкой консоли зондового датчика.

С 15-ой по 30-ю секунды происходит быстрое предварительное сближение шаговыми двигателями. С 30-ой по 60-ю секунду происходит второй этап сближения – периодическое пилообразное изменение амплитуды и фазы колебаний в этом промежутке времени соответствует циклическим выдвиганиям сканера. Скачкообразное изменение фазы на 60-ой секунде останавливает процедуру сближения острия зонда с поверхностью.

Результаты применения способа безопасного сближения острия зонда с поверхностью образца

Разработанный способ безопасного сближения острия зонда с поверхностью образца применялся на сканирующем зондовом микроскопе Ntegra Prima (производитель ЗАО «Нанотехнология-МДТ» г. Зеленоград). Процесс подвода был полностью автоматизирован. Для контроля результата работы алгоритма использовались зондовые датчики серии DLC Supersharp компании NT-MDT. На рис. 15 представлено РЭМ изображение острия такого зонда.

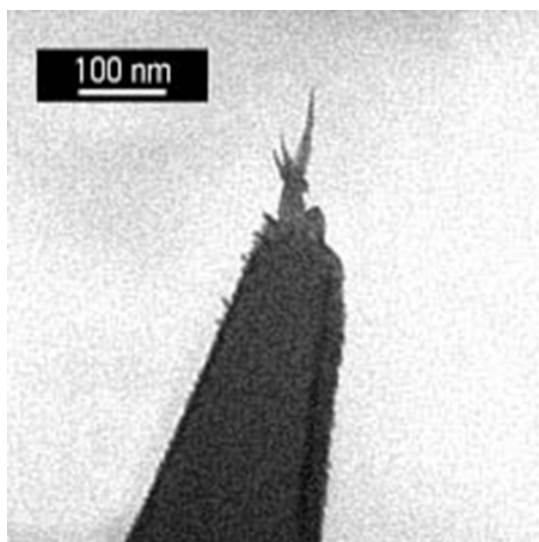


Рисунок 15. РЭМ изображение DLC (diamond like carbon) Supersharp зонда компании NT-MDT.

Характерный размер острия для этого зондового датчика составляет 1 нм, поэтому такие зондовые датчики используются для получения сверхвысоких латеральных разрешений [48, 49]. В качестве тестового объекта использовалась молекула ДНК, осажденная на слюде – один из стандартных образцов для демонстрации высокого разрешения [50, 51]. Для сравнения сканирование проводилось после сближения острия зонда с поверхностью как уже по известному методу [24], так и по предложенному методу сближения (рис. 16). На рис. 16 слева поперечное сечение молекулы ДНК составило около 40 нм, что указывает на то, что острие зонда было повреждено при подводе. На рис. 16 справа сечение молекулы ДНК составило около 4 нм, что примерно соответствует ожидаемой ширине молекулы с учетом толщины острия зонда.

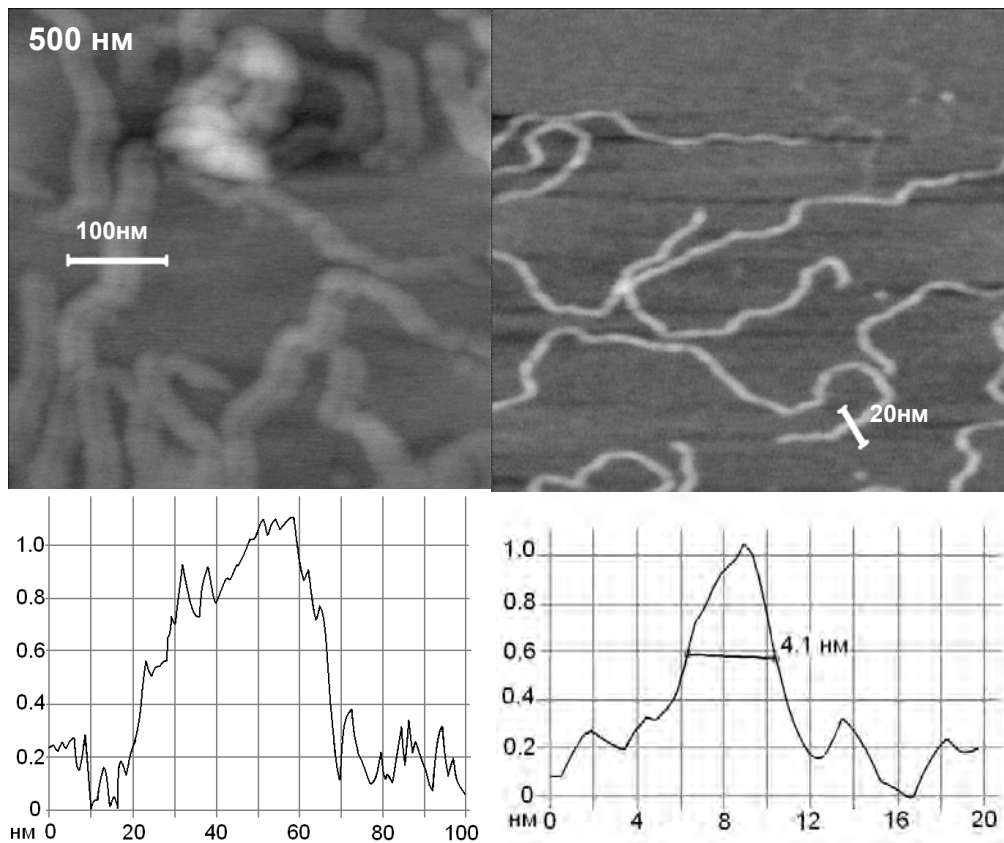


Рисунок 16. Слева изображение молекулы ДНК, полученное после сближения острия зонда с поверхностью известным методом, справа – после сближения острия зонда с поверхностью предлагаемым методом.

Также была проанализирована степень разрушающего воздействия острием зонда поверхности образца в процессе подвода. Для этого в качестве образца был выбран парафин с модулем Юнга около 500кПа при комнатной температуре, а в качестве зондового датчика использовался NSG30 жесткостью около 30Н/м. На рис. 17 слева виден след от острия зонда, оставшийся после сближения с поверхностью по известному способу, на рис. 17 справа поверхность образца осталась неповрежденной после сближения предлагаемым способом.

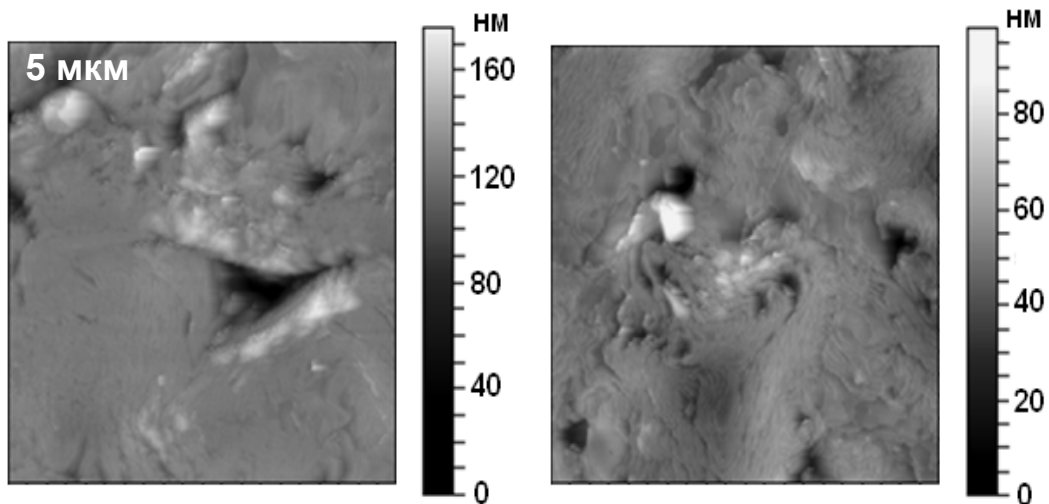


Рисунок 17. Слева изображение поверхности парафина, полученное после сближения острия зонда с поверхностью известным методом, справа – после сближения острия зонда с поверхностью предлагаемым методом.

2.3 Основные результаты по главе 2.

В этой главе были предложены методы подготовки к проведению АСМ измерений – а именно – методы калибровки и метод безопасного сближения острия зонда с поверхностью образца.

Существует множество методов определения двух важных параметров измерительной АСМ системы - жесткости гибкой консоли зондового датчика и инверсной чувствительности оптической системы регистрации. Большая часть таких методов требует либо сложных манипуляций с зондовым датчиком - метод эталонного зондового датчика, метод присоединенных масс, либо имеет низкую точность – метод вычисления жесткости из геометрических размеров и физических свойств материала гибкой консоли.

Метод определения жесткости и инверсной оптической чувствительности, основанный на методе термошумов и методе Садера, позволяет измерять эти параметры, не касаясь острием зонда поверхности.

Применяемые для измерения механических свойств поверхности жестких образцов зондовые датчики с высокой нормальной жесткостью гибкой консоли, зачастую обладают высокой резонансной частотой и добротностью. Добротность зондового датчика так же оказывается высокой при проведении измерений в вакууме. Предлагаемый способ измерения спектра тепловых шумов, за счет снижения требований к измерительной системе, позволяет измерять нормальную жесткость зондовых датчиков с высокой резонансной частотой и добротностью, что особенно важно при исследовании механических свойств жестких образцов и при проведении измерений в вакууме. Таким образом, метод определения нормальной жесткости гибкой консоли, основанный на использовании синхронного детектора для измерения спектра тепловых шумов, позволяет расширить возможности измерительной системы.

В ходе проведенных экспериментов было показано, что предлагаемый способ безопасного сближения острия зонда с поверхностью образца позволяет работать с мягкими, легкоповреждаемыми образцами и с легкоповреждаемыми зондовыми датчиками, получая при этом хорошо воспроизводимые результаты измерений. Предложенный метод не только безопасно сближает острие зонда с поверхностью, но и автоматически настраивает рабочую точку цепи обратной связи. Принцип настройки рабочей точки цепи обратной связи в процессе сближения острия зонда с поверхностью образца универсален. Он может быть применен для контактного, токового и других методов АСМ измерений.

Предлагаемые методы подготовки к АСМ измерениям позволяют расширить сферу применимости АСМ, повысить воспроизводимость и достоверность измерений механических и других свойств поверхности при помощи АСМ.

Глава 3. Получение карты силовых кривых высокого разрешения

В первой главе был дан краткий обзор методов измерения силовых кривых. Для изучения механических свойств поверхности целесообразно применять специальный способ перемещения образца [28] (рис. 6), позволяющий получать карту силовых кривых с достаточно большим разрешением за приемлемое время.

Как и в прерывисто-контактных методах зондовый датчик совершает колебания в вертикальном направлении. Это обеспечивает снижение латеральных сил и так же позволяет работать при малых силах воздействия на образец, благодаря постоянному контролю нейтрального положения (1 и 5 рис. 6). В отличие от традиционных прерывисто-контактных методов, колебания зондового датчика не являются резонансными. При таких колебаниях изгиб гибкой консоли будет соответствовать мгновенной силе, действующей на зонд. Это позволяет поддерживать при помощи обратной связи требуемую силу воздействия на образец, интерпретирование полученных данных не осложнено необходимостью учета динамических свойств зондового датчика, как при работе в традиционных прерывисто-контактных методах измерений. Нерезонансные прерывисто-контактные методы позволяют работать в вакууме, где использование традиционных прерывисто-контактных методов затруднено из-за высокой добротности резонансных колебаний зондового датчика и медленной реакции обратной связи, поддерживаемой по амплитуде колебаний.

Одна из ценнейших особенностей нерезонансных прерывисто-контактных методов АСМ измерений заключается в возможности получения информации о механических свойствах поверхности с высоким пространственным разрешением. Помимо этого нерезонансные прерывисто-контактные методы ценны для многих специальных приложений, которые заслуживают внимания и будут рассмотрены в данной главе отдельно. Максимальная скорость измерения силовых кривых

оказывается выше в сотни или тысячи раз, чем при измерении силовых кривых традиционным способом, а время получения карты силовых кривых с разрешением 512x512 составляет порядка 10 мин., что является стандартом для получения изображений карт рельефа и других свойств поверхности при помощи большинства коммерческих СЗМ.

Автором была проделана работа по реализации данного метода, что потребовало учета множества факторов и технических деталей. Так же были разработаны и успешно применены оригинальные алгоритмы, расширяющие сферу применимости нерезонансных прерывисто-контактных методов.

Программа состоит из двух частей – одна часть выполняется на блоке электроники, вторая часть на персональном компьютере. Блок электроники включает в себя высокоскоростные АЦП (аналого-цифровой преобразователь [52]) для измерения сигналов и ПЛИС (программируемая логическая интегральная схема [53]) для высокоскоростного управления процессом измерения, первичной высокоскоростной обработки, сжатия и пересылки на персональный компьютер экспериментальных данных. На компьютере производится более сложная и медленная обработка данных, производится сохранение карты силовых кривых для более тщательного последующего анализа. Главные параметры блока электроники, используемого для данной реализации нерезонансных прерывисто-контактных методов, следующие:

- Частота работы АЦП 20 МГц
- Разрядность АЦП 16 бит
- Максимальная, заявленная производителем скорость передачи данных на компьютер 100 Мбит/с

Рассмотрим далее реализацию программы для работы в нерезонансных прерывисто-контактных методах более детально.

3.1 Нерезонансные прерывисто-контактные методы измерения

Обычно перед началом эксперимента образец устанавливается в держатель для образца, зондовый датчик так же устанавливается в свой держатель. Производится автоматическая калибровка зондового датчика. На основании метода Садера и метода термошумов, как было описано в первой главе, автоматически находится нормальная жесткость гибкой консоли зондового датчика и определяется коэффициент инверсной оптической чувствительности. После этого пользователь в традиционном прерывисто-контактном методе осуществляет автоматическое сближение острия зонда с поверхностью образца. После завершения сближения последующие измерения могут выполняться в нерезонансных прерывисто-контактных методах.

Все эти, описанные выше, операции не требуют выполнения никаких специальных действий, кроме действий, выполняемых при подготовке к проведению измерений, - установка образца и зондового датчика, настройка оптической системы регистрации, нахождение резонанса и сближение острия зонда с образцом. Поэтому перейдем сразу к описанию доступных в нерезонансных прерывисто-контактных методах параметров, правильный выбор которых позволяет улучшить достоверность и воспроизводимость измерений.

В связи с особенностью нерезонансных прерывисто-контактных методов, важнейшее ограничение связано с конечностью скорости работы аналогово-цифровых преобразователей и скорости передачи и обработки данных. На рис. 18 проиллюстрирован смысл параметров, позволяющих эффективно распорядиться имеющимися вычислительными ресурсами.

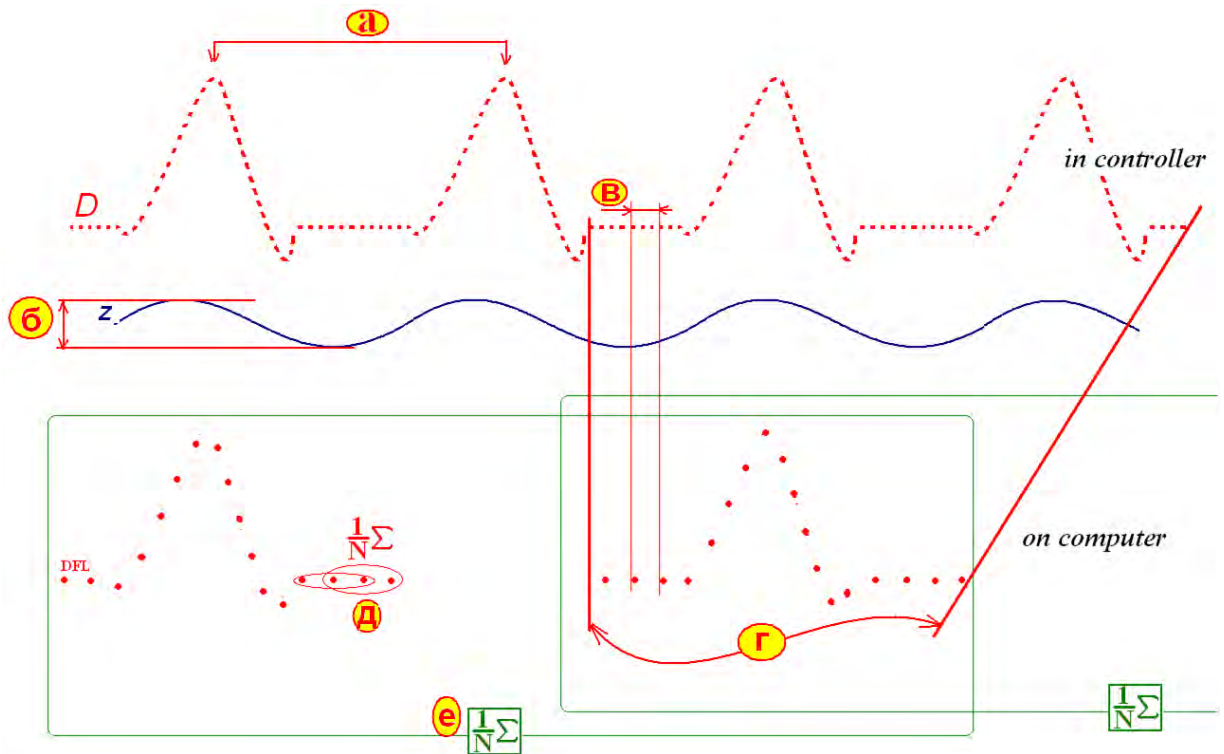


Рисунок 18. Параметры усреднения и децимации нерезонансных прерывисто-контактных методов.

Параметры “а” и “б” - частота и амплитуда вертикальных перемещений соответственно. “в” – децимация. Использование этого параметра позволяет сделать децимацию с усреднением, в результате уменьшается эффективная частота дискретизации. Децимация с усреднением реализована на ПЛИС, установленной в блоке электроники, что позволяет сэкономить пропускную способность канала передачи данных на компьютер для последующей обработки.

Следующий параметр “г” позволяет производить децимацию с усреднением по ансамблю. Усреднение и децимация происходит следующим образом – накапливается несколько кривых, измеренных с заданной частотой “а” и вычисляется из них средняя по ансамблю кривая. Описанный алгоритм также реализован на ПЛИС. Полученная усредненная кривая передается для последующей обработки на компьютер.

Параметры “д” и “е” относятся к вычислениям, производимым уже компьютером с полученными от блока электроники данными.

Параметр “д” позволяет сглаживать полученные от блока электроники данные. Этот параметр задает полуширину окна для КИХ фильтра (фильтр с конечной импульсной характеристикой) Савицкого-Голая [54]. Выбор фильтра Савицкого-Голая для сглаживания обусловлен тем, что в результате такой фильтрации значения в каждом узле соответствует полиномиальной аппроксимации на основе соседних узлов, попадающих в окно фильтра. Такой сглаживающий фильтр в наименьшей степени искажает форму входного сигнала.

Параметр “г” позволяет применять скользящее усреднение по ансамблю получаемых от блока электроники кривых. Усреднение по ансамблю производится каждый раз по заданному числу последних полученных от блока электроники кривых.

Чтобы показать, как использование описанных параметров позволяет эффективно использовать доступные вычислительные ресурсы, рассмотрим некоторые типичные установки параметров, часто используемые при работе в нерезонансных прерывисто-контактных методах.

Типичные значения при работе в нерезонансных прерывисто-контактных методах – частота вертикальных перемещений “а” = 1кГц, децимация “в” = 10, децимация по ансамблю “г” = 1.

При таких настройках в одной силовой кривой будет содержаться 2000 точек измерения (частота работы АЦП - 20МГц), а загруженность канала передачи данных будет составлять 32Мбит/с (разрядность АЦП – 16бит). Теперь, если требуется измерять силовые кривые с частотой “а” = 2кГц и при этом необходимо сохранить разрешение в 2000 точек измерения на кривую, то децимация выбирается “в” = 5, а децимация по ансамблю выбирается “г” = 2, для того, чтобы чрезмерно не нагружался канал передачи данных и вычислительные мощности компьютера. Загруженность канала передачи данных будет по-прежнему составлять при таких параметрах 32Мбит/с.

Таким образом, описанные параметры, позволяют распорядиться доступными вычислительными ресурсами. Для многих приложений частота

получения от блока электроники силовых кривых может оказаться не важной (при исследовании механических свойств поверхности в точке), в таких случаях за счет использования децимации с усреднением по ансамблю можно сэкономить ресурсы и повысить количество точек измерения в отдельной силовой кривой. Для других задач, таких как получение карты силовых кривых, необходима высокая частота получения силовых кривых от блока электроники, описанные параметры настраиваются таким образом, чтобы эта частота была достаточной.

Опишем также способ вычисления сигнала для поддержания обратной связи. Перед началом работы выбирается положение двух пар маркеров, как показано на рис. 19.

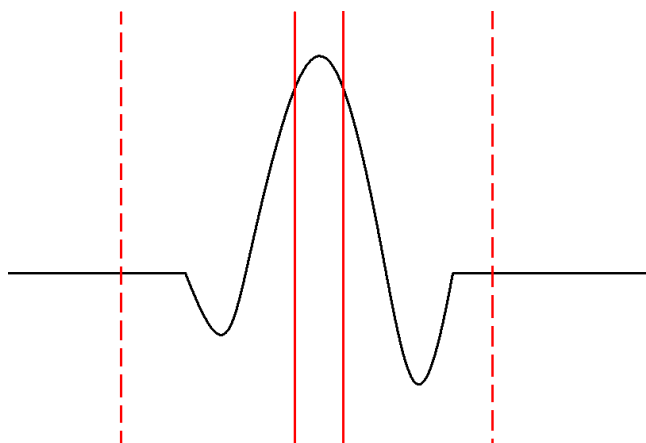


Рисунок 19. Выбор положения маркеров для настройки цепи обратной связи.

На вход обратной связи в качестве сигнала обратной связи поступает разница между условно максимальным изгибом гибкой консоли (точка 3 на рис. 6) и уровнем базовой линии, который соответствует неизогнутому состоянию гибкой консоли (точки 1 и 5 рис. 6).

Условно максимальный изгиб гибкой консоли вычисляется как усредненный между сплошными красными маркерами (рис. 19), а уровень базовой линии - как усредненный вне области между пунктирными красными маркерами, сигнал изгиба гибкой консоли.

Это позволяет по-разному настраивать цепь обратной связи. Чем больше выбранные области для усреднения максимального изгиба и уровня базовой

линии, тем меньшее влияние на работу цепи обратной связи будут оказывать случайные шумы.

Иногда, при исследовании образца с сильно различающейся жесткостью по поверхности, окно для нахождения условно максимального изгиба гибкой консоли целесообразно выбирать широко, в том числе для того, чтобы на мягкие области поверхности воздействие происходило с меньшей силой, чем на жесткие области. Сказанное иллюстрирует рис. 20.

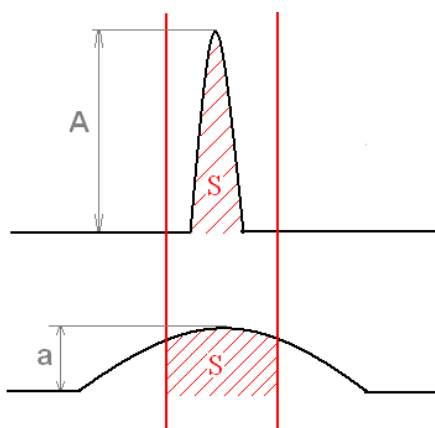


Рисунок 20. Выбор окна для нахождения условно максимального изгиба гибкой консоли. Сверху временная зависимость изгиба гибкой консоли, соответствующая твердым участкам поверхности образца – снизу – мягким.

Если ширина окна была бы выбрана уже, чем на рис. 20, то это могло бы привести к тому, что на мягких областях поверхности не происходил бы отрыв острия зонда от образца, происходило бы повреждение острия зонда и образца.

Также полезна возможность выбора произвольной области для усреднения уровня базовой линии. При приближении острия зонда к поверхности, с образцом взаимодействуют как самое острие зонда, так и элементы его окружающие. Даже если результирующая сила взаимодействия между острием зонда и поверхностью оказывается силой притяжения, зачастую самый кончик зонда испытывает уже значительные силы отталкивания со стороны образца (рис. 21).

Часто для получения рельефа поверхности образца, желательно оказывать минимально возможное воздействие на образец [55]. Согласно потенциалу

Леонарда Джонсона [56, 57], при приближении острия зонда к образцу, сила притяжения между атомами острия и атомами поверхности сменяется силами отталкивания. Потенциал Леонарда Джонса для двух частиц имеет следующий вид:

$$U(r) = 4\varepsilon \left[\left(\frac{\sigma}{r} \right)^{12} - \left(\frac{\sigma}{r} \right)^6 \right], \quad (3.1)$$

где r — расстояние между центрами частиц, ε — глубина потенциальной ямы, σ — расстояние, на котором энергия взаимодействия становится равной нулю. Параметры ε и σ являются характеристиками атомов соответствующего вещества. Минимум потенциала лежит в точке $r_{\min} = \sigma \sqrt[6]{2}$.

При больших значениях r молекулы притягиваются, что соответствует члену $-\left(\frac{\sigma}{r}\right)^6$ в формуле (3.1). Эту зависимость можно обосновать теоретически, зависимость обусловлена силами Ван-дер-Ваальса (диполь-дипольное индуцированное взаимодействие).

На малых же расстояниях молекулы отталкиваются из-за обменного взаимодействия (при перекрытии электронных облаков молекулы начинают сильно отталкиваться), чему соответствует член $\left(\frac{\sigma}{r}\right)^{12}$.

Правильно выбрав окно для нахождения уровня базовой линии, оказывается возможным поддерживать обратную связь, оставаясь в зоне притяжения острия зонда к образцу (рис. 21 справа).

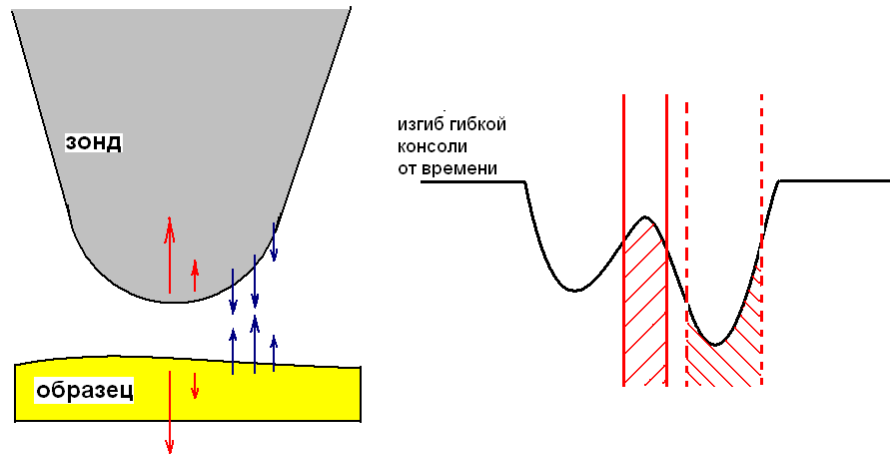


Рисунок 21. Слева – взаимодействие острия зонда с образцом, справа – выбор окон усреднения для вычисления сигнала обратной связи.

Без использования такого приема, т.е. при работе с окнами, как на рис. 19, с отрицательной величиной рабочей точки цепи обратной связи, поведение обратной связи оказывается нестабильным. При коротко-временной потере взаимодействия с образцом, обратная связь полностью втянет сканер вертикальных перемещений и перестанет контролировать поверхность. Использование же предлагаемого способа выбора окон усреднения для вычисления сигнала обратной связи позволяет работать с малыми амплитудами вертикальных перемещений (несколько нанометров и менее). Дистанция действия сил притяжения может превышать амплитуду вертикальных перемещений.

Работая при малых амплитудах вертикальных перемещений, зачастую удается добиться более высокого разрешения и меньшего разрушающего воздействия на поверхность острием зонда.

Описанные оригинальные технические решения позволяют существенно расширить сферу применимости нерезонансных прерывисто-контактных методов измерения. Некоторые экспериментальные результаты успешного использования нерезонансных прерывисто-контактных методов для применений, не связанных напрямую с количественными механическими измерениями, представлены кратко в последнем разделе данной главы.

В следующем разделе описан способ устранения искажений, вызванных влиянием паразитных гидродинамических сил на гибкую консоль зондового датчика при проведении измерений в вязкой среде.

3.2 Устранение искажений, вызванных гидродинамическими силами

Возможность проведения измерений в вязкой среде чрезвычайно важна для многих АСМ приложений, таких как медицина и биологические исследования. При работе в нерезонансных прерывисто-контактных методах в жидкости возникает следующая проблема – на гибкую консоль действуют гидродинамические силы, зачастую превосходящие силы взаимодействия острия зонда с образцом [58]. Без специальных алгоритмов коррекции затруднена не только интерпретация измеряемых кривых, но даже поддержание обратной связи. Примерный вид искаженной гидродинамическими силами зависимости изгиба гибкой консоли от времени представлен на рис. 22 сверху.

Существует множество способов полосовой фильтрации [59, 60]. Однако применение подобных методов фильтрации, хоть и помогает существенно снизить негативное влияние гидродинамических сил, само порождает артефакты. Эти артефакты вызваны тем, что сигнал взаимодействия острия зонда с образцом, т.е. полезный сигнал, сам дает вклад на частоте вертикальных перемещений. Применение полосовой фильтрации, таким образом, искажает полезный сигнал. Примерный вид зависимости изгиба гибкой консоли от времени с артефактами полосовой фильтрации показан на рис. 22 снизу.

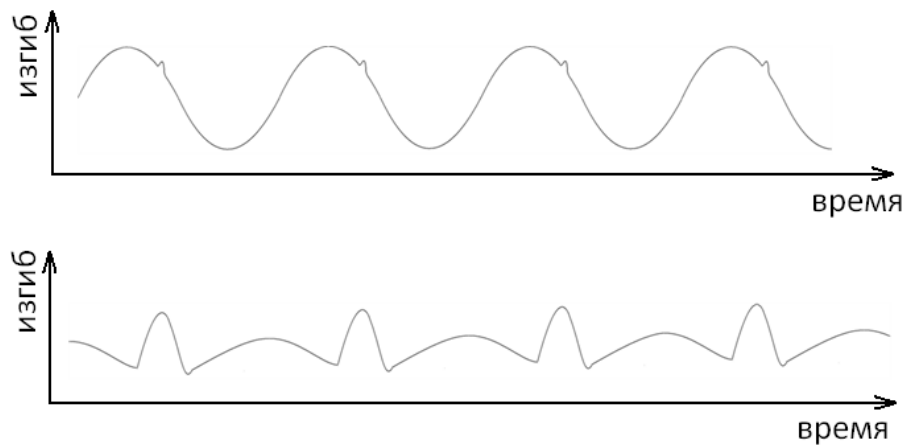


Рисунок 22. Сверху искаженная гидродинамическими силами зависимость изгиба гибкой консоли от времени. Снизу - зависимости изгиба гибкой консоли от времени, с артефактами полосовой фильтрации.

Поэтому распространение получил метод устранения искажений, основанный на использовании синхронного детектирования [28]. Гидродинамические силы, действующие на гибкую консоль, вызванные быстрым перемещением зондового датчика или образца в вязкой среде, изменяются по синусоидальному закону. При помощи синхронного детектора регистрируется амплитуда и фаза гидродинамических сил для их последующего учета. Недостаток этого метода заключается в том, что для точного измерения амплитуды и фазы гидродинамических сил необходимо удаление зондового датчика от поверхности на некоторое расстояние. После сближения острия зонда с поверхностью, с течением времени, амплитуда и фаза гидродинамических сил может меняться, что приводит к уменьшению точности их устранения.

Предлагаемый способ позволяет измерять гидродинамические силы непрерывно в процессе работы без отвода зондового датчика от поверхности, это достигается за счет использования для синхронного детектирования опорных сигналов \sin_0 и \cos_0 (рис. 23 слева) особой формы. Опорные сигналы \sin_0 и \cos_0 отличны от нуля в выбранном пользователем окне, заведомо не содержащем период времени, когда происходит взаимодействие острия зонда с поверхностью.

Взаимодействие острия зонда с образцом происходит в тот период времени, когда опорные сигналы синхронного детектора равны нулю. Таким образом, взаимодействие острия зонда с образцом не вносит вклада в измеряемые синхронным детектором компоненты входного сигнала. Заметим, что входной сигнал синхронного детектора можно разложить на четыре составляющие: косинус, синус, постоянная составляющая и компонента соответствующая сигналу взаимодействия острия зонда с образцом (рис. 23 справа).

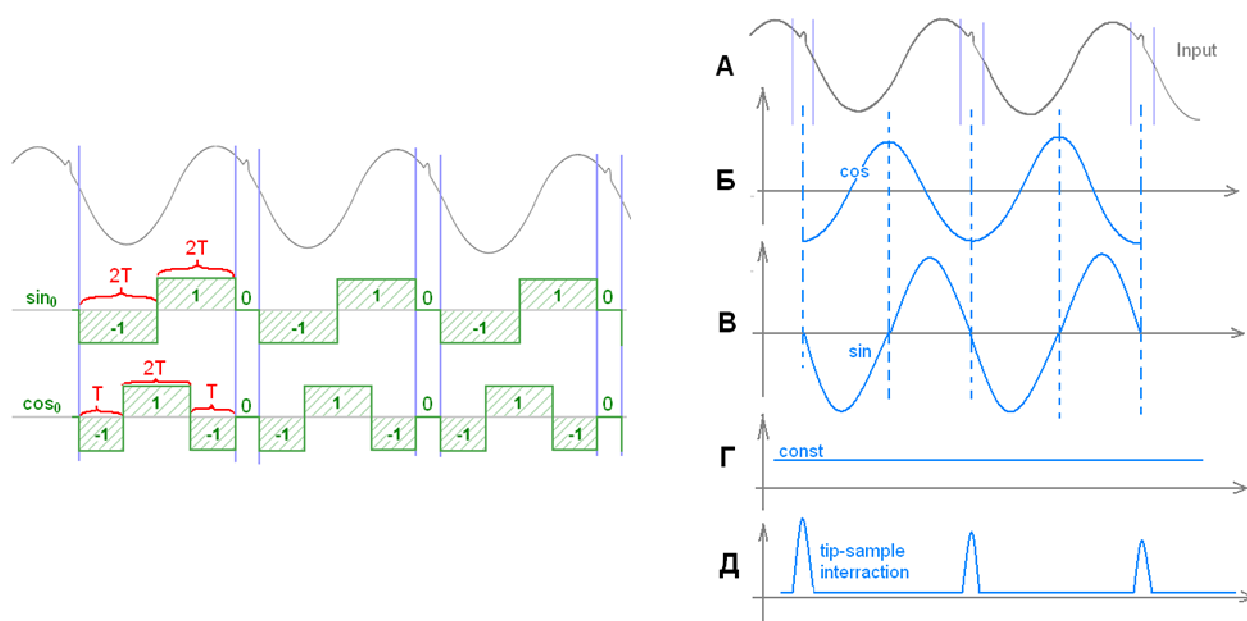


Рисунок 23. Слева - опорные сигналы для синхронного детектирования с окном (компенсация паразитных гидродинамических сил) Справа - оазложение входного сигнала синхронного детектора на четыре составляющие. А - входной сигнал, Б – косинус компонента, В – синус компонента, Г – постоянная составляющая, Д – компонента взаимодействия острия зонда с образцом.

В результате умножения входного сигнала на опорный сигнал \sin_0 с последующей НЧ-фильтрацией получится сигнал пропорциональный амплитуде синус компоненты входного сигнала. Аналогично в результате умножения входного сигнала на опорный сигнал \cos_0 с последующей НЧ-фильтрацией получится сигнал, пропорциональный амплитуде косинус компоненты входного сигнала. Таким образом, синхронное детектирование с опорными сигналами особой формы позволяет регистрировать гидродинамические силы, действующие

на гибкую консоль зондового датчика, не размыкая обратной связи и не удаляя зондового датчика от поверхности.

На рис. 24 представлен результат устранения искажений, вызванных гидродинамическими силами, на практике.

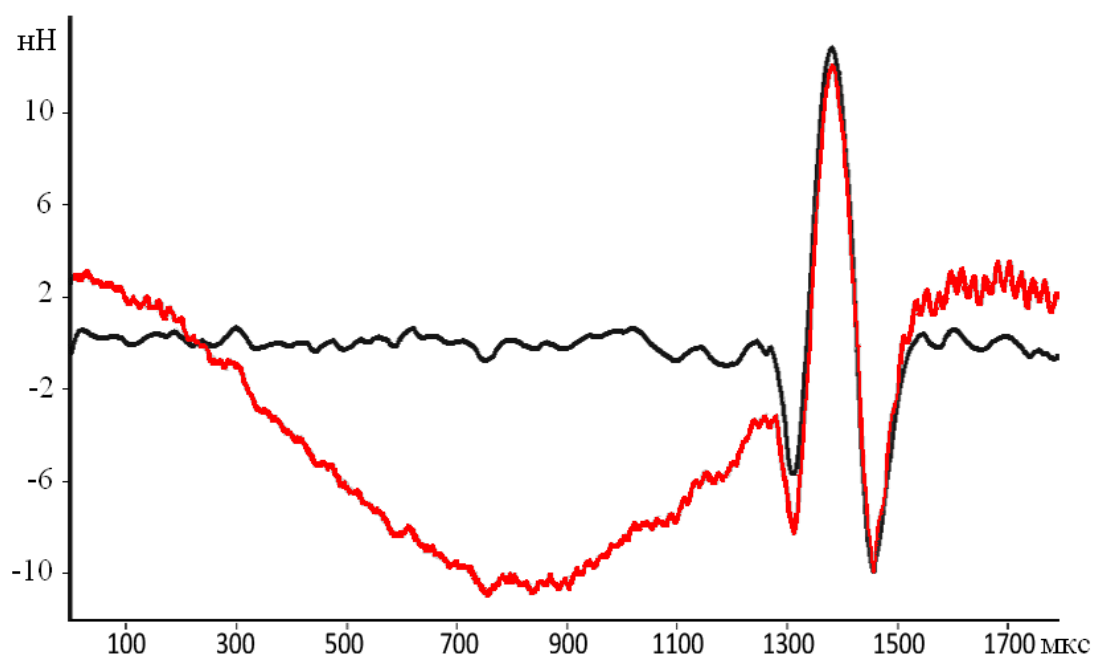


Рисунок 24. Устранение искажений, вызванных действием паразитных гидродинамических сил на гибкую консоль зондового датчика. Исходная кривая показана красным цветом, обработанная – черным цветом.

3.3 Устранение искажений, вызванных резонансным откликом зондового датчика

Перейдем теперь к способу устранения искажений, вызванных возникающим при скоростном измерении силовых кривых резонансным откликом зондового датчика.

При использовании зондовых датчиков с мягкой гибкой консолью, резонансная частота которых сравнима с частотой вертикальных перемещений, возникают некоторые сложности. На измерениях сказывается резонансное

поведение гибкой консоли, поддержание обратной связи затрудняется, кроме того, мгновенный изгиб гибкой консоли уже однозначно не определяет силу, действующую на острие зондового датчика в данный момент времени.

Существует метод [28], позволяющий вычислять уровень базовой линии для поддержания обратной связи, избегая большей части шумов, связанных с резонансным поведением гибкой консоли. Суть этого метода заключается в том, что производится усреднение уровня базовой линии во временном интервале, содержащем целое число периодов свободных колебаний гибкой консоли зондового датчика. В результате такого усреднения вычисляемый уровень базовой линии будет в меньшей степени подвержен шумам, связанным с неустойчивостью амплитуды и фазы резонансных колебаний, возникающих при отрыве острия зонда от поверхности образца. Однако такое решение нельзя считать полным. Хотя решение и позволяет вычислять уровень базовой линии и поддерживать обратную связь, оно не позволяет устранять искажения измеряемых силовых кривых, что затрудняет настройку измерительной системы и снижает точность измерений механических свойств поверхности.

Поэтому для решения данной проблемы был применен метод учета динамических погрешностей, который еще иногда называют методом обратной динамики и часто применяют в сканирующей зондовой микроскопии для компенсации динамических характеристик элементов измерительной системы, чаще всего сканеров [61-64].

В нашем случае в роли элемента измерительной системы, динамические характеристики которого следует компенсировать, выступает зондовый датчик. Подходящей моделью поведения зондового датчика с прямоугольной гибкой консолью служит модель гибкой балки, поведение которой описывается уравнением Эйлера-Бернулли [65], хотя и эта модель в ряде случаев может давать существенную ошибку [66].

В качестве модели для описания резонансного поведения зондового датчика была выбрана модель гармонического осциллятора. Формула, описывающая резонансное поведение зондового датчика выглядит следующим образом:

$$\ddot{x} + 2\gamma\dot{x} + \omega_0^2 x = \omega_0^2 f(t) \quad (3.2)$$

Где γ - декремент затухания, ω_0 - резонансная частота колебаний гибкой консоли, $f(t)$ - нормированная в единицах сигнала изгиба гибкой консоли воздействие на острие зонда со стороны образца. Во время проведения АСМ измерений измеряется изгиб гибкой консоли x , метод учета динамических погрешностей должен позволить восстановить воздействие на острие зонда $f(t)$.

$$f(t) = x + \frac{2\gamma}{\omega_0^2} \dot{x} + \frac{1}{\omega_0^2} \ddot{x} \quad (3.3)$$

Передаточная функция звена, реализующего метод учета динамических погрешностей, должна иметь следующий вид:

$$H(\omega) = 1 + \frac{2\gamma}{\omega_0^2} i\omega - \frac{1}{\omega_0^2} \omega^2 = 1 + i \frac{1}{Q} \frac{\omega}{\omega_0} - \frac{\omega^2}{\omega_0^2} \quad (3.4)$$

Где $Q = \frac{\omega_0}{2\gamma}$ - добротность свободных колебаний.

В большинстве случаев, когда требуется устранение искажений, вызванных резонансным откликом зондового датчика, добротность свободных колебаний зондового датчика достаточно высока, чтобы при построении передаточной функции звена, реализующего метод учета динамических погрешностей, можно было пренебречь затуханием:

$$\tilde{H}(\omega) = 1 - \frac{\omega^2}{\omega_0^2} \quad (3.5)$$

В качестве алгоритма, реализующего метод учета динамической погрешности был выбран не рекурсивный КИХ фильтр [67] (фильтр с конечной импульсной характеристикой) следующего вида:

$$y[j] = x[j-k] - \frac{2x[j-k] - x[j] - x[j-2k]}{2(1 - \cos(\omega_0 k \Delta t))} \quad (3.6)$$

Где ω_0 резонансная частота зондового датчика, а k – некоторое натуральное число, определяющее частотную полосу метода учета динамической погрешности. Передаточная функция фильтра (3.6) имеет вид:

$$\begin{aligned} H(\omega) &= e^{-i\omega k \Delta t} \frac{2e^{-i\omega k \Delta t} - 1 - e^{-2i\omega k \Delta t}}{2(1 - \cos(\omega_0 k \Delta t))} = e^{-i\omega k \Delta t} \left(1 - \frac{2 - e^{i\omega k \Delta t} - e^{-i\omega k \Delta t}}{2(1 - \cos(\omega_0 k \Delta t))} \right) = \\ &= e^{-i\omega k \Delta t} \left(1 - \frac{2 - e^{i\omega k \Delta t} - e^{-i\omega k \Delta t}}{2(1 - \cos(\omega_0 k \Delta t))} \right) = e^{-i\omega k \Delta t} \left(1 - \frac{1 - \operatorname{ch}(i\omega k \Delta t)}{1 - \cos(\omega_0 k \Delta t)} \right) = e^{-i\omega k \Delta t} \left(1 - \frac{1 - \cos(\omega k \Delta t)}{1 - \cos(\omega_0 k \Delta t)} \right) \end{aligned} \quad (3.7)$$

Где Δt – временной интервал между измерениями сигналами изгиба гибкой консоли. Коэффициент $e^{-i\omega k \Delta t}$ можно трактовать как постоянную задержку на величину $k\Delta t$, компенсируемую при отображении и обсчете силовых кривых:

$$H(\omega) = 1 - \frac{1 - \cos(\omega k \Delta t)}{1 - \cos(\omega_0 k \Delta t)} \quad (3.8)$$

Передаточная функция (3.8) приближается к передаточной функции (3.5) в области низких частот при малых значениях k .

На практике имеет смысл выбирать значение k достаточно большим, чтобы высокочастотный шум, присутствующий в измерительной системе, чрезмерно не усиливался после прохождения звена, реализующего метод учета динамической погрешности.

На рис. 26 виден результат применения предлагаемого метода борьбы с искажениями, вызванными возникающим при измерении силовых кривых на скорости 1кГц резонансным откликом зондового датчика на практике. В отличие от известного способа [28], предлагаемый метод позволяет не только эффективно поддерживать обратную связь, но и восстанавливать, искаженную резонансным поведением зондового датчика, форму силовых кривых, измеряемых на высоких скоростях, в режиме реального времени.

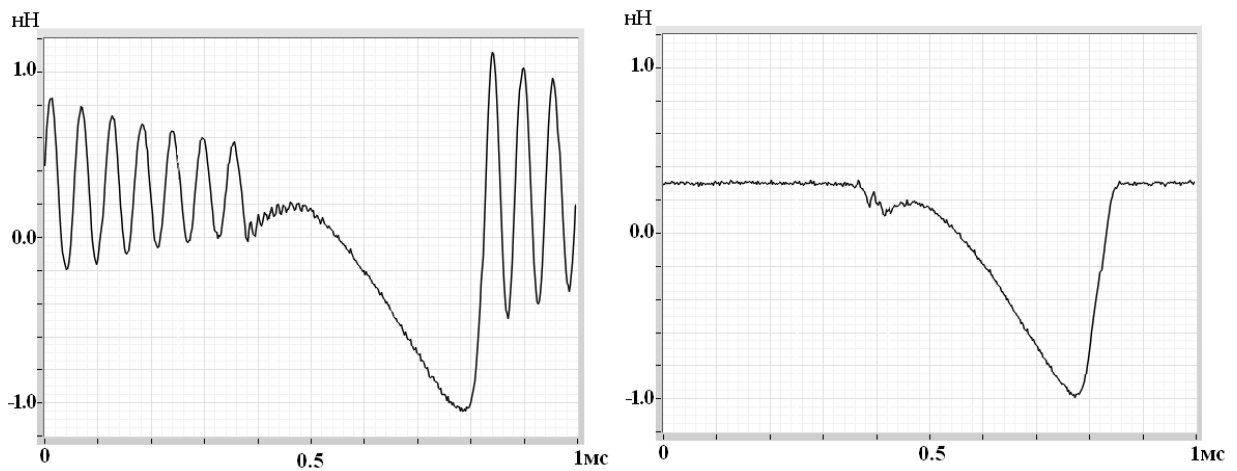


Рисунок 26. Результат применения предлагаемого метода борьбы с искажениями, вызванными возникающим при измерении силовых кривых на скорости 1кГц резонансным откликом зондового датчика.

3.4 Некоторые применения нерезонансных прерывисто-контактных методов измерения

Одна из ценнейших особенностей нерезонансных прерывисто-контактных методов измерений заключается в возможности получения информации о механических свойствах поверхности с высоким пространственным разрешением.

Рассмотрим некоторые примеры применения нерезонансных прерывисто-контактных методов измерений, не связанных напрямую с изучением механических свойств поверхности, чтобы лучше понимать принцип работы, возможности, оценить сферу применимости таких методов.

Часто уровень базовой линии не несет в себе какой-либо полезной информации и используется только для более точного поддержания невысоких, по сравнению с контактной методикой, сил взаимодействия острия зонда с образцом обратной связью, как было описано ранее. Тем не менее, иногда уровень базовой линии может содержать в себе полезную информацию – он соответствует дальнедействующим силам, присутствующим между острием зонда и образцом.

Ниже (рис. 27) показаны карты сигнала уровня базовой линии, которые соответствуют картине распределения дальнедействующих магнитных и электростатических сил взаимодействия зонда с образцом.

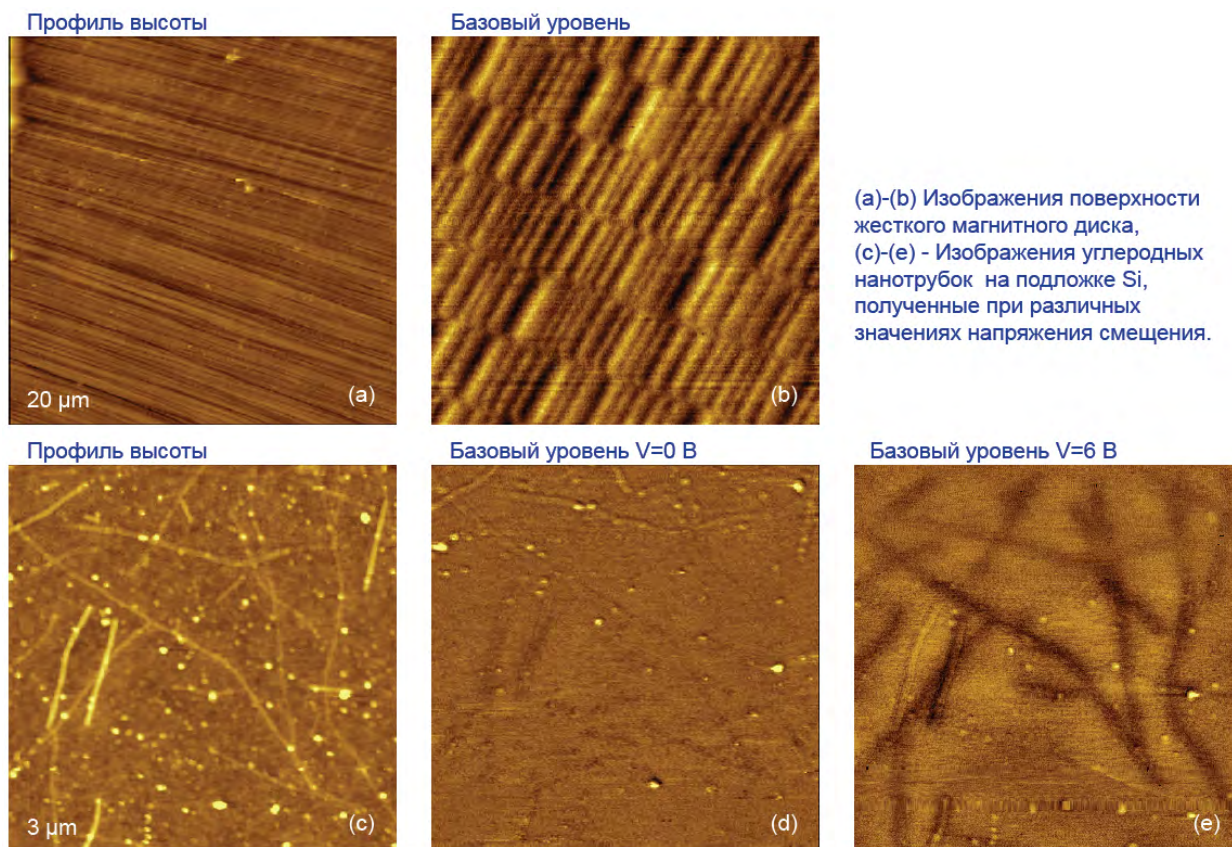


Рисунок 27. Использование нерезонансных прерывисто-контактных методов измерения для получения карт дальнедействующих магнитных и электростатических сил между острием зонда и поверхностью образца.

Другое возможное применение нерезонансных прерывисто-контактных методов измерения – получение контраста сопротивления растекания на легкоповреждаемых латеральными силами образцах. Контактный метод измерения в этом случае не позволяет получения рельефа поверхности и искомого контраста из-за чрезмерного воздействия на образец со стороны острия зонда. Ниже (рис. 28) представлен результат применения нерезонансных прерывисто-контактных методов измерения для получения карты тока растекания нанотрубок на кремниевой подложке.

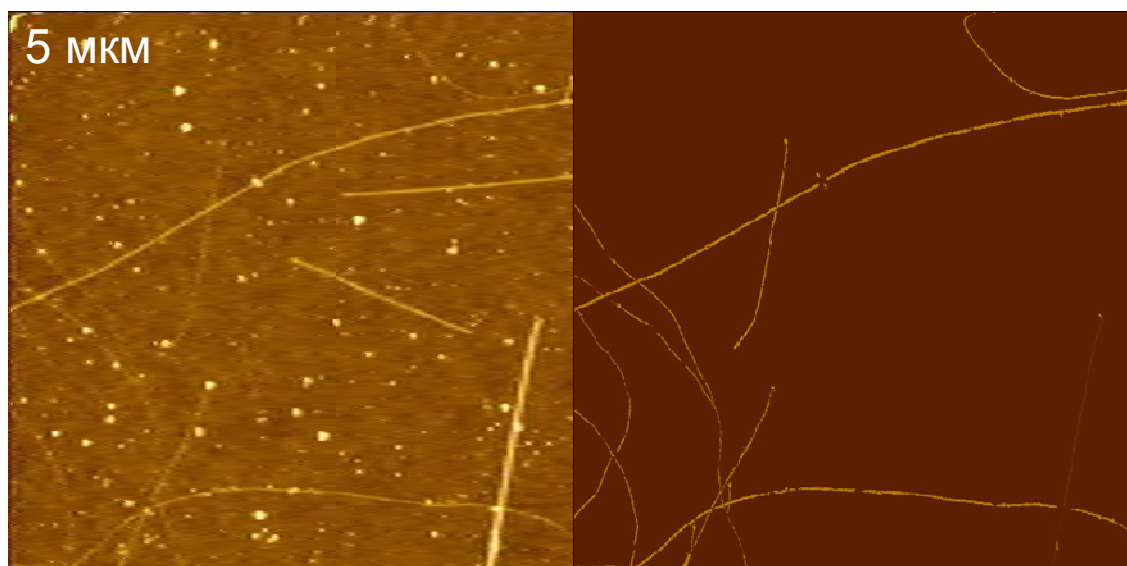


Рисунок 28. Изображение углеродных нанотрубок на кремниевой подложке.

Слева рельеф поверхности, справа – ток зонд-образец.

Видно, что не на всех участках нанотрубок протекает ток между острием зонда и образцом, что, может быть объяснено различиями в электронных свойствах этих объектов – среди них могут быть как проводники, так и полупроводники.

Ниже (рис. 29) представлено изображение упорядоченных цепочек C390H782, демонстрирующее высокое пространственное разрешение при работе в нерезонансных прерывисто контактных методах АСМ.

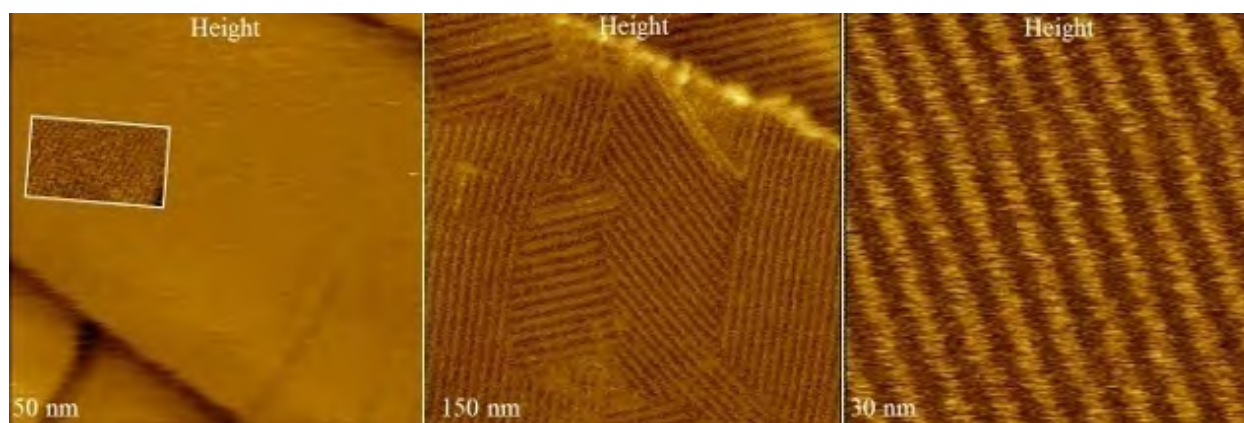


Рисунок 29. Изображение упорядоченных цепочек C390H782 высокого разрешения.

АСМ измерения отдельных макромолекул биологического и синтетического происхождения предоставляют уникальные данные о молекулярных размерах, конформации, ветвлении и других структурных особенностях этих объектов. Примером таких измерений являются измерения ДНК молекул на слюде. На рисунке ниже (рис. 30) представлены изображения молекул поли (N-винил) акрилата на кремниевой подложке, полученные в традиционном и нерезонансном прерывисто-контактных методах измерения [68, 69]. Видно, что при проведении измерений нерезонансным методом, мягкие структуры молекул поли (N-винил) акрилата оказываются заметно примятыми острием зонда. Высота структур на изображении рельефа поверхности оказывается ниже, чем в случае сканирования той же поверхности традиционным прерывисто-контактным методом измерения.

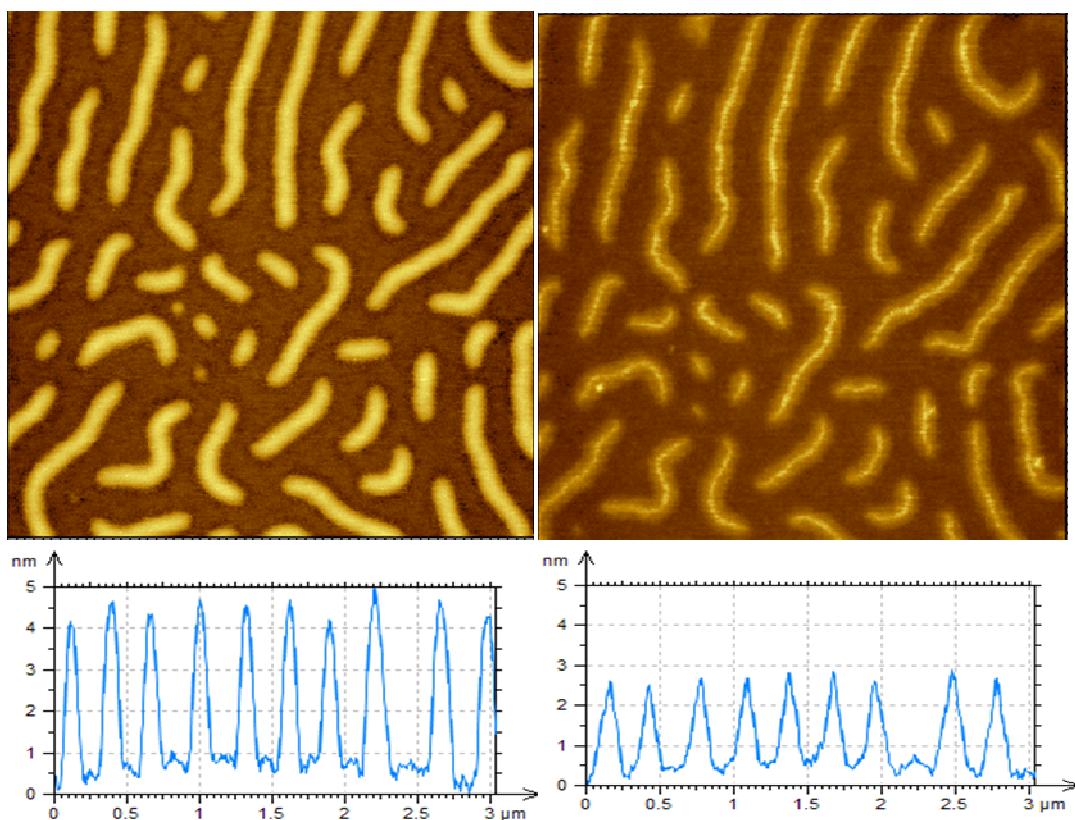


Рисунок 30. Изображения молекул поли (N-винил) акрилата на кремниевой подложке, полученные – слева – в традиционном, справа - в нерезонансном прерывисто-контактном методе измерения.

Изображения, полученные нерезонансным методом, позволяют лучше судить о структуре макромолекул – отчетливо видны сердцевина и примятые острием зонда боковые группы поли (N-винил) акрилата. Деформация макромолекул в данном случае оказывается обратимой – сканирование того же участка образца традиционным методом после работы в нерезонансном методе, дает прежний результат.

Изучение структуры слоя триблок-кополимера SBS на кремниевой подложке (рис. 31) – другой пример, когда применение нерезонансного метода может давать дополнительную информацию, недоступную при сканировании традиционным прерывисто-контактным методом измерения.

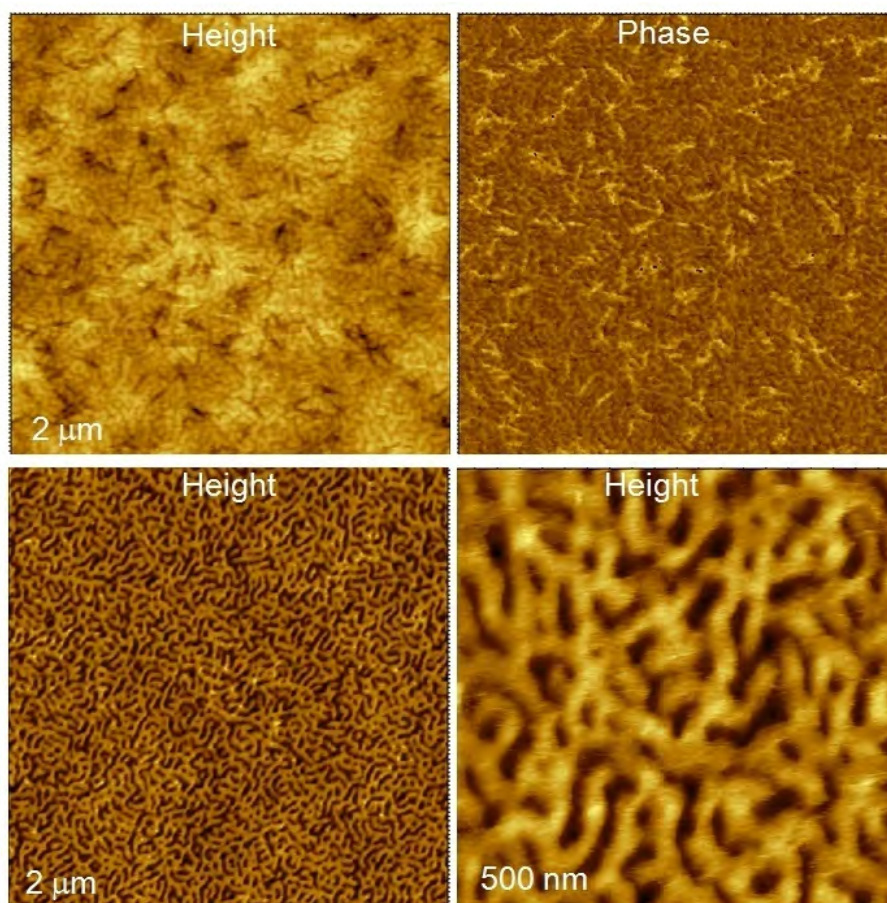


Рисунок 31. Изображения триблок-сополимера SBS на кремниевой подложке, полученные – сверху – в традиционном, снизу - в нерезонансном прерывисто-контактном методе измерения.

Морфология, наблюдаемая при измерении нерезонансными прерывисто-контактными методами, выявляет мягкие и твердые компоненты, входящие в состав поверхности образца. Возможность прикладывать более высокие силы к поверхности образца острием зонда, при работе предлагаемым методом по сравнению с традиционным методом, обусловлена нерезонансным поведением гибкой консоли зондового датчика во время проведения измерений. В то же время, при работе в предлагаемом нерезонансном методе, латеральные силы пренебрежимо малы по сравнению с латеральными силами, действующими на поверхность образца при работе в контактном методе. Так же постоянный контроль в процессе работы положения ненагруженной гибкой консоли зондового датчика позволяет контролировать малые силы взаимодействия острия зонда с поверхностью, благодаря чему метод позволяет получать изображения высокого разрешения легкоповреждаемых образцов.

3.5 Основные результаты по главе 3

Развитие полупроводниковой электроники в последнее время и использование специальных алгоритмов сделало возможным использование нерезонансных прерывисто-контактных методов в качестве полноценного средства измерения рельефа с высоким разрешением, исследования магнитных и электрических свойств поверхности. Так же этот метод позволяет получать карту силовых кривых высокого разрешения за приемлемое время, которая в дальнейшем может быть использована для измерения механических свойств поверхности.

Использование специальных алгоритмов цифровой обработки сигналов и динамического управления позволяет существенно расширить сферу применимости нерезонансных прерывисто-контактных методов для таких приложений, как измерения, проводимые в жидкости или в вакууме, измерения,

проводимые зондовым датчиком с низкой частотой собственных колебаний, измерения хрупких образцов, получение высокого пространственного разрешения. В то же время нерезонансные прерывисто-контактные методы позволяют изучать морфологию поверхности образца в тех случаях, когда это требует большего воздействия на образец со стороны острия зонда, чем при работе в традиционных прерывисто-контактных методах измерения.

Глава 4. Определение механических свойств поверхности

Данная глава посвящена изучению механических свойств поверхности с высоким пространственным разрешением при помощи нерезонансных прерывисто-контактных методов АСМ измерений. Рассмотрены известные модели взаимодействия острия зонда с образцом [70-72]. Предложен метод определения модуля Юнга и работы адгезии в соответствии с различными теоретическими моделями взаимодействия острия зонда с образцом по силовым кривым, измеряемым на высоких скоростях, посредством их аппроксимации в режиме реального времени.

4.1 Модели взаимодействия, учитывающие адгезию

В первой главе были кратко рассмотрены известные модели упругого безадгезионного взаимодействия острия зонда с поверхностью образца. Эти модели имеют ограниченную сферу применимости, прежде всего из-за того, что они не учитывают силу адгезии между острием зонда и поверхностью образца. Простейшую поправку, учитывающую силы адгезии, дает модель Дерягина-Мюллера-Топорова [73, 74]. Согласно модели Дерягина-Мюллера-Топорова, сила взаимодействия с абсолютно твердой сферы с упругим полупространством зависит от глубины проникновения следующим образом [32]:

$$F = \frac{4}{3} E^{1/2} R^{1/2} d^{3/2} + 2\Delta\gamma\pi R \quad (4.1)$$

Где $\Delta\gamma$ – работа адгезии – имеет размерность Дж/м². Наряду с упрощенной моделью Дерягина-Мюллера-Топорова существует другая, более сложная модель

Джонсона-Кенделя-Робертса [75], описывающая взаимодействие сферы с упругим полупространством и учитывающая силу адгезии.

Между твердой сферой и упругой поверхностью обычно присутствуют силы притяжения – силы Ван-дер-ваальса. Форма поверхности изменяется, поверхность полуплоскости прилипает к поверхности сферы, деформация поверхности имеет вид (рис. 32):

$$u_z = d - \frac{r^2}{2R} \quad (4.2)$$

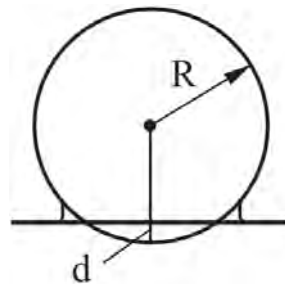


Рисунок 32. Примерная конфигурация при взаимодействии сферы с поверхностью.

Как было показано в первой главе, распределение давлений (1.22) вызывает деформацию поверхности (1.23).

Найдем теперь, какую деформацию поверхности вызовет сила, распределенная по следующему закону [32]:

$$p = p_0 \left(1 - \frac{r^2}{a^2} \right)^{\frac{1}{2}}, \quad r^2 = x^2 + y^2 \quad (4.3)$$

Перейдя к полярным координатам:

$$p = p_0 \left(1 - \frac{r^2 + s^2 + 2rs \cos \varphi}{a^2} \right)^{\frac{1}{2}} = \frac{p_0}{a} (a^2 - r^2 - s^2 - 2rs \cos \varphi)^{\frac{1}{2}} = \frac{p_0}{a} (\alpha^2 - 2\beta s - s^2)^{\frac{1}{2}}, \quad \text{где } \alpha^2 = a^2 - r^2, \quad \beta = r \cos \varphi.$$

Тогда деформация поверхности упругого полупространства будет:

$$u_z = \frac{1-\nu^2}{\pi E} p_0 a \int_0^{2\pi} \left(\int_0^{s_1} (\alpha^2 - 2\beta s - s^2)^{\frac{1}{2}} ds \right) d\varphi, \quad \text{где } \int_0^{s_1} (\alpha^2 - 2\beta s - s^2)^{\frac{1}{2}} ds = \frac{\pi}{2} - \arctan(\beta/\alpha)$$

Так как $\arctan(\beta(\varphi)/\alpha) = -\arctan(\beta(\varphi + \pi)/\alpha)$, то

$$u_z = \frac{1-\nu^2}{\pi E} p_0 a \int_0^{2\pi} \frac{\pi}{2} d\varphi = \frac{\pi(1-\nu^2) p_0 a}{E} = const \quad (4.4)$$

Таким образом, искомое распределенное давление создает равномерную деформацию внутри круга радиуса a .

Руководствуясь принципом суперпозиции – деформация на суммарное воздействие равна сумме деформаций – будем искать распределение давления в виде:

$$p = p_0 \left(1 - r^2/a^2\right)^{-1/2} + p_1 \left(1 - r^2/a^2\right)^{1/2}, \text{ тогда}$$

$$u_z = \frac{\pi a (1-\nu^2)}{E} \left[p_0 + \frac{1}{2} p_1 \left(1 - \frac{r^2}{2a^2}\right) \right] \quad (4.5)$$

Из (4.2) и (4.5):

$$p_1 = \frac{E}{\pi(1-\nu^2)} \frac{2a}{R}, \quad p_0 = \frac{E}{\pi(1-\nu^2)} \left(\frac{d}{a} - \frac{a}{R} \right) \quad (4.6)$$

Для того чтобы определить радиус области контакта воспользуемся условием минимальности потенциальной энергии взаимодействия. Для линейной упругой системы запасенная потенциальная энергия может быть найдена следующим образом:

$$U_{el} = \frac{1}{2} \int p(x, y) u_z(x, y) dx dy$$

Для данного случая:

$$U_{el} = \frac{\pi d a^2}{2} \left[p_0 \left(1 - r^2/a^2\right)^{-1/2} + p_1 \left(1 - r^2/a^2\right)^{1/2} \right] \left(1 - \frac{r^2}{2dR}\right) dr \quad (4.7)$$

После замены $\xi = 1 - r^2/a^2$ и интегрирования получим:

$$U_{el} = \frac{\pi d a^2}{2} \left[p_0 \left(2 - \frac{2}{3} \frac{a^2}{dR}\right) + p_1 \left(\frac{2}{3} - \frac{2}{15} \frac{a^2}{dR}\right) \right] \quad (4.8)$$

Учитывая (4.6) получим:

$$U_{el} = \frac{E}{1-\nu^2} \left[d^2 a - \frac{2}{3} \frac{d a^3}{R} + \frac{a^5}{5R^2} \right] \quad (4.9)$$

Общая энергия взаимодействия, с учетом относительной энергии поверхностного натяжения $2\gamma\pi a^2$ будет:

$$U_{tot} = \frac{E}{1-\nu^2} \left[d^2 a - \frac{2}{3} \frac{da^3}{R} + \frac{a^5}{5R^2} \right] - 2\gamma\pi a^2 \quad (4.10)$$

Найдем проникновение твердой сферы в упругое полупространство из условия минимальности потенциальной энергии

$$\frac{\partial U_{tot}}{\partial a} = \frac{E}{1-\nu^2} \left[d^2 - 2 \frac{da^2}{R} + \frac{a^4}{R^2} \right] - 2\gamma\pi a = \frac{E}{1-\nu^2} \left(d - \frac{a^2}{R} \right)^2 - 2\gamma\pi a = 0 \quad (4.11)$$

$$\text{Отсюда } d = \frac{a^2}{R} \pm \sqrt{\frac{2\gamma\pi a(1-\nu^2)}{E}} \quad (4.12)$$

$$U_{tot} = \frac{E}{1-\nu^2} \left[\frac{8}{15} \frac{a^5}{R^2} + \frac{\gamma\pi a^2(1-\nu^2)}{E} \pm \frac{4}{3} \frac{a^3}{R} \sqrt{\frac{2\gamma\pi a(1-\nu^2)}{E}} \right] \quad (4.13)$$

Знак минус соответствует состоянию с низшим уровнем энергии:

$$F = -\frac{dU_{tot}}{d(d)} = -\frac{\partial U_{tot}}{\partial(d)} - \frac{\partial U_{tot}}{\partial a} \frac{da}{d(d)} \quad (4.14)$$

так как $\frac{\partial U_{tot}}{\partial a} = 0$, то:

$$F = \frac{\partial U_{tot}}{\partial(d)} = \frac{E}{1-\nu^2} \left[2da - \frac{2}{3} \frac{a^3}{R} \right] \quad (4.15)$$

$$F = E^* \left[2 \left(\frac{a^2}{R} - \sqrt{\frac{2\gamma\pi a}{E^*}} \right) a - \frac{2}{3} \frac{a^3}{R} \right] = E^* \left[\frac{4}{3} \frac{a^3}{R} - \left(\frac{8\gamma\pi a^3}{E^*} \right)^{1/2} \right], \quad \text{где } E^* = \frac{E}{1-\nu^2} \quad (4.16)$$

Минимально-возможная сила достигается при следующем радиусе пятна контакта:

$$a = \left(\frac{9}{8} \frac{\gamma\pi R^2}{E^*} \right)^{1/3} \quad (4.17)$$

И равна:

$$F = -\frac{3}{2} \gamma\pi R \quad (4.18)$$

Из (4.16), решая квадратное уравнение, получим:

$$a^3 = \frac{3R}{4E^*} \left(F + 3\gamma\pi R + \sqrt{6\gamma\pi RF + (3\gamma\pi R)^2} \right) \quad (4.19)$$

Подставив (4.12) в (4.15) найдем зависимость между d и F :

$$d = \frac{a(F)^2}{R} - \sqrt{\frac{2\gamma\pi a(F)}{E^*}}, \quad \text{где } a(F) = \left(\frac{3R}{4E^*} \left(F + 3\gamma\pi R + \sqrt{6\gamma\pi RF + (3\gamma\pi R)^2} \right) \right)^{1/3} \quad (4.20)$$

Теории Державина-Мюллера-Топорова и Джонсона-Кенделя-Робертса лишь на первый взгляд противоречат друг другу. На самом деле теория Державина-Мэллера-Топорова рассматривает силу адгезии как далекодействующую силу, которая распределена по большому объему твердой сферы и упругого полупространства, не зависит от расстояния и не влияет на характер деформации упругого полупространства. Модель Джонсона-Кенделя-Робертса, напротив, рассматривает силу притяжения как короткодействующую силу, которая действует лишь в области контакта на поверхность сферы и поверхность упругого полупространства. Минимально возможная сила на единицу площади в контактной области определяется величиной работы адгезии. Существует модель Маугиса [76, 77], которая связывает эти две модели, приведем ее без вывода:

$$1 = \frac{\lambda a^2}{2} \left(\frac{K}{\pi R^2 \sigma} \right)^{\frac{2}{3}} \left[\sqrt{m^2 - 1} + (m^2 - 2) \arctan \sqrt{m^2 - 1} \right] + \frac{4\lambda a^2}{3} \left(\frac{K}{\pi R^2 \sigma} \right)^{\frac{1}{3}} \left[1 - m + \sqrt{m^2 - 1} \arctan \sqrt{m^2 - 1} \right] \quad (4.21)$$

$$F = \frac{Ka^3}{R} - \lambda a^2 \left(\frac{\pi \sigma K^2}{R} \right)^{\frac{2}{3}} \left[\sqrt{m^2 - 1} + m^2 \arctan \sqrt{m^2 - 1} \right] \quad (4.22)$$

$$h = \frac{a^2}{R} - \frac{4\lambda a}{3} \left(\frac{\pi \sigma}{RK} \right)^{\frac{1}{3}} \sqrt{m^2 - 1}, \quad (4.23)$$

Где m – некоторый параметр, связывающий силу взаимодействия F , радиус области контакта a и деформацию h , $K = \frac{4}{3} E^*$. λ - дополнительный параметр модели, который определяет дальность действия сил притяжения. $\lambda = 0$ соответствует далекодействующим силам адгезии, уравнения вырождаются в уравнения модели Дерягина-Мюллера-Топорова, $\lambda = \infty$ соответствует случаю близкодействующих сил адгезии, уравнения вырождаются в уравнения модели Джонсона-Кенделя-Робертса (рис. 33).

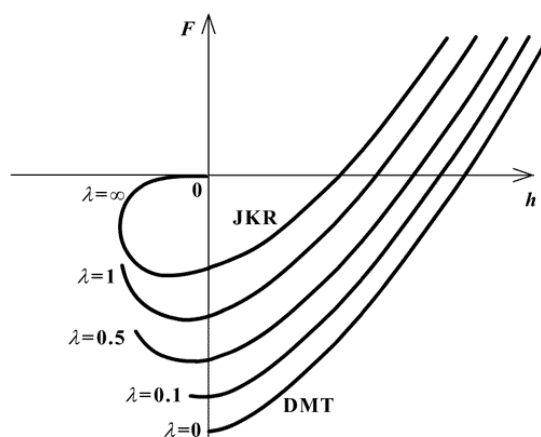


Рисунок 33. Связь модели Маугиса с моделью Дерягина-Мюллера-Топорова и Джонсона-Кенделя-Робертса.

Стоит отметить, что потенциал Леонарда-Джонса предсказывает быстрое падение силы адгезии с расстоянием [78]. Характеристическая длина σ обычно составляет несколько ангстрем [79], что много меньше типичного радиуса кривизны острия зонда. Поэтому зачастую применение модели Джонсона-Кенделя-Робертса оказывается оправданным.

Существует множество других моделей контактной механики. Заслуживают упоминания методы редукции размерности [80, 81], которые позволяют упростить рассмотрение задачи контактного взаимодействия, учесть вязкоупругие свойства поверхности, силу трения [82]. Так же известно дальнейшее обобщение [70] модели Маугиса, согласующееся с потенциалом Леонарда-Джонса.

4.2 Аппроксимация силовых кривых

Существует множество моделей взаимодействия зонда с образцом [71, 72]. Алгоритмы аппроксимации, основанные на методе наименьших квадратов [83], могут быть использованы для точного определения модуля Юнга и работы адгезии в соответствии с различными теоретическими моделями взаимодействия острия зонда с образцом и для оценки применимости данных моделей к

измеряемым силовым кривым. Аппроксимация силовых кривых, измеряемых на высоких скоростях, в режиме реального времени позволяет более точно настраивать параметры измерительной системы и выбирать подходящую модель взаимодействия острия зонда с образцом в процессе работы. Возможность выбора части силовой кривой, по которой производится аппроксимация, позволяет применять теоретическую модель взаимодействия острия зонда с образцом для той части силовой кривой, для которой она оказывается применима в большей степени. В данной главе для определения модуля Юнга и работы адгезии предложены алгоритмы, удовлетворяющие перечисленным требованиям.

Аппроксимация силовых кривых в моделях безадгезионного взаимодействия острия зонда с поверхностью образца

Согласно модели Герца (1.28), описывающей индентирование упругого полупространства твердой сферой, при взаимодействии острия зонда с поверхностью образца, сигнал изгиба гибкой консоли D_i [м], связан с деформацией образца h_i [м] следующим образом (индекс показывает, что значения относятся к экспериментальным точкам измерения):

$$kD_i = \left(\frac{4}{3}E\right)\sqrt{R}h_i^{3/2} \quad (4.24)$$

Где k [Н/м] - жесткость гибкой консоли, E [Па] – модуль Юнга, R [м] – радиус острия зонда D_i [м] и h_i [м] изгиб гибкой консоли и деформация в i -ой точке кривой.

Между вертикальным положением зондового датчика или образца друг относительно друга Z_i [м], изгибом гибкой консоли D_i [м] и деформацией образца h_i [м] существует следующая связь:

$$h_i = Z_i - D_i + Z_0 \quad (4.25)$$

Здесь Z_0 соответствует вертикальному положению зондового датчика или образца друг относительно друга в момент касания поверхности острием зонда, D_i – измеряемый сигнал изгиба гибкой консоли, а Z_i может быть рассчитано по следующей формуле:

$$Z_i = Amp \left(1 - \cos \left(2\pi \frac{i}{N-1} \right) \right) \quad (4.26)$$

Известен способ поточечного расчета модуля Юнга на основе уравнений (4.24)-(4.26):

$$E = \frac{3}{4} \frac{k}{\sqrt{R}} \left\langle \frac{D_i}{(Z_i - D_i + Z_0)^{3/2}} \right\rangle \quad (4.27)$$

Здесь треугольные скобки справа обозначают усреднение по i . В этом традиционном методе расчета модуля Юнга момент касания острием зонда поверхности образца Z_0 определяется по достижению сигналом изгиба гибкой консоли некоторого заранее выбранного порогового значения. Точное определение момента касания часто бывает осложнено наличием капиллярных эффектов, воздушным демпфированием и другими явлениями, поэтому вернемся к рассмотрению предлагаемого метода расчета модуля Юнга, основанного на аппроксимации.

Заметим, что (4.24) можно переписать:

$$D_i = (A)^{3/2} h_i^{3/2} \text{ или } D_i^{2/3} = Ah_i = A(Z_i - D_i + Z_0) = A(Z_i - D_i) + B, \text{ где}$$

$$A = \left(\frac{4}{3} \frac{E\sqrt{R}}{k} \right)^{2/3} [m^{-1/3}], \quad B = AZ_0 [m^{2/3}]$$

Задача свелась к методу наименьших квадратов для линейного случая:

$$|D_i^{2/3}| = A|Z_i - D_i| + B, \text{ где } D_i \text{ – измеряемый сигнал,} \quad (4.28)$$

После нахождения параметров аппроксимации A и B , можно найти модуль Юнга и определить момент касания поверхности для данной кривой:

$$E = \frac{3}{4} A^{3/2} \frac{k}{\sqrt{R}}, \quad Z_0 = \frac{B}{A} \quad (4.29)$$

Описанный алгоритм экономичен с точки зрения потребляемых вычислительных ресурсов. Большая часть алгоритма составляет вычисление нескольких численных интегралов в заданной пользователем временной области, что сравнимо по вычислительным затратам с традиционным способом (4.27).

Преимущество предлагаемого способа над традиционным методом (4.27), основанным на поточечном вычислении модуля Юнга E заключается в том, что момент касания поверхности острием зонда Z_0 определяется не по достижению изгиба гибкой консоли порогового значения, а в результате аппроксимации выбранного участка силовой кривой. Помимо того, что это обеспечивает устойчивость метода к случайным выбросам и шумам сигнала изгиба гибкой консоли, это позволяет применять модели взаимодействия острия зонда с образцом для материалов с зависимым от глубины проникновения модулем Юнга (рис. 34).

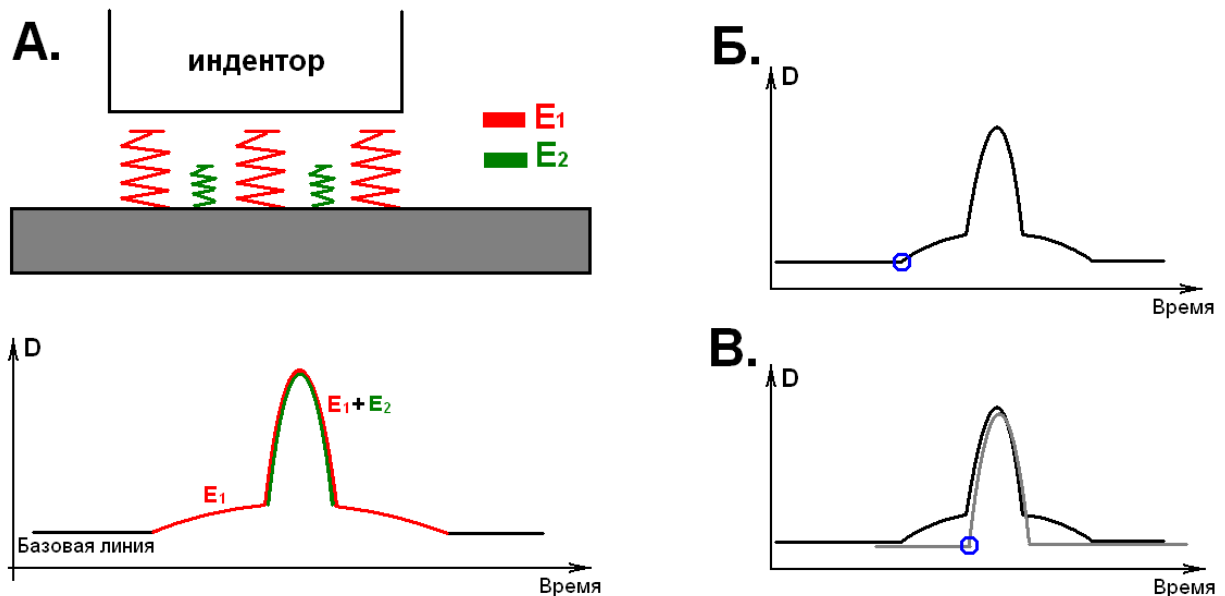


Рисунок 34. Сравнение традиционного и предлагаемого метода обработки силовой кривой для материала с зависимым от глубины проникновения модулем Юнга. А - простейшая модель взаимодействия, Б - момент касания, определяемый традиционным способом В – предлагаемым способом.

При использовании предлагаемого способа, момент касания поверхности будет определяться таким образом, чтобы обеспечить наилучшее согласие

выбранного участка экспериментальной кривой с теорией в рамках рассматриваемой модели. Это позволяет с некоторым приближением применять модель Герца, в том числе для материалов с зависимым от глубины проникновения модулем Юнга.

Аналогично можно произвести аппроксимацию методом наименьших квадратов для модели конической формы зонда (1.31):

$$kD_i = \frac{2E}{\pi} \frac{h_i^2}{\tan \theta}, \quad h_i = Z_i - D_i + Z_0 \quad (4.30)$$

Отсюда:

$$D_i = A^2 h_i^2, \text{ или } D_i^{1/2} = Ah_i = A(Z_i - D_i + Z_0) = A(Z_i - D_i) + B, \text{ где } A = \left(\frac{2}{\pi} \frac{E}{\tan \theta} \right)^{1/2} [M^{-1/2}], \quad B = AZ_0 [M^{2/3}]$$

$$E = \frac{\pi}{2} A^2 \tan \theta, \quad Z_0 = \frac{B}{A} \quad (4.31)$$

Задача, как и в прошлом случае, свелась к методу наименьших квадратов для линейного случая:

$$|D_i^{1/2}| = A|(Z_i - D_i)| + B, \text{ где } Di - \text{измеряемый сигнал}, \quad (4.32)$$

$$Z_i = Amp \left(1 - \cos \left(2\pi \frac{i}{N-1} \right) \right) - \text{траектория вертикальных перемещений.}$$

Аппроксимация силовых кривых в моделях взаимодействия острия зонда с поверхностью образца, учитывающих адгезию

Очень часто наблюдаются силы адгезии, возникающие между острием зонда и образцом, которыми нельзя пренебрегать при определении модуля Юнга материала по силовым кривым, и которые сами могут являться объектом исследования.

Далее будут подробно рассмотрены более сложные модели взаимодействия острия зонда с поверхностью, учитывающие силы адгезии и вязкоупругие свойства образца. Прежде чем начать описание алгоритмов аппроксимация, обратим внимание на следующую особенность измеряемых силовых кривых. Глубина адгезионной ямы при подводе зондового датчика и образца друг от

друга оказывается существенно меньше глубины адгезионной ямы при отводе. Оказывается, подобное поведение может быть успешно объяснено в рамках модели упругого поведения образца [71] (рис. 35).

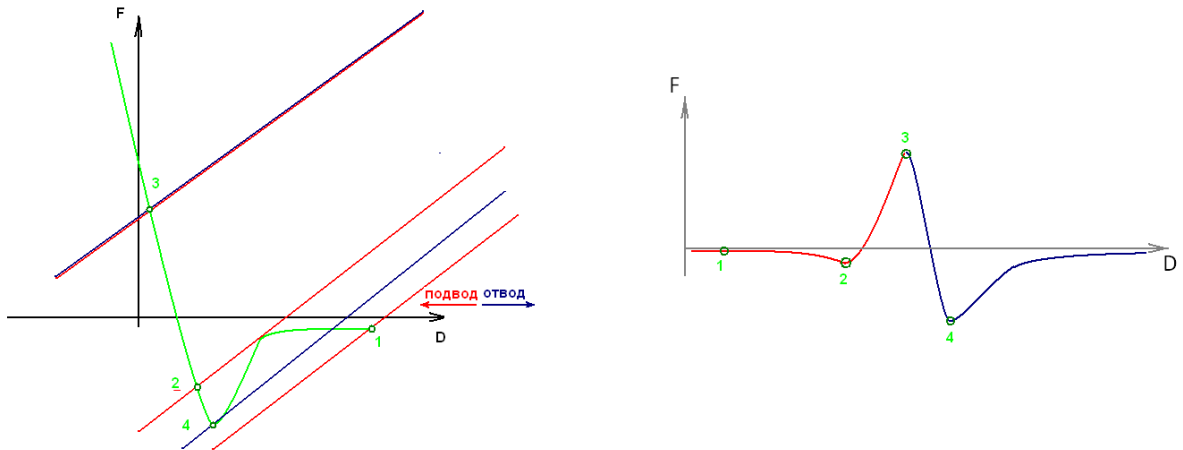


Рисунок 35. Слева – процесс измерения силовой кривой, справа полученная временная зависимость сигнала изгиба гибкой консоли.

На одной декартовой плоскости (рис. 35) $F(D)$ изображен отклик поверхности (зеленая кривая) и отклик зондового датчика на воздействие (красные и синие наклонные линии). Точка пересечения кривой отклика поверхности образца и зондового датчика соответствует контакту острия зонда с поверхностью. При движении в направлении к поверхности образца, самое дно адгезионной ямы может не достигаться. При достаточно мягком зондовом датчике возникает ситуация, когда одному и тому же расположению зондового датчика относительно образца соответствует более одного устойчивого состояния изгиба гибкой консоли. При движении в сторону поверхности и от поверхности реализуются разные сценарии поведения, таким образом, система в целом обладает гистерезисом. Как видно на рис. 35, дно адгезионной ямы достигается всегда в процессе отвода зондового датчика от образца. Эффект особенно заметен при работе зондовыми датчиками с мягкой гибкой консолью. Его проявление, например, можно увидеть на рис. 26. Кроме того многие модели (модель Джонсона-Кенделя-Робертса или модель Маугисса) предсказывают гистерезисное поведение даже при работе зондовыми датчиками с жесткими гибкими

консолями. Близкодействующая сила притяжения возникает при касании острием зонда поверхности и пропадает лишь тогда, когда острие отведено уже на большее расстояние – это происходит вследствие «прилипания» к зонду поверхности упругого полупространства рис. 36.

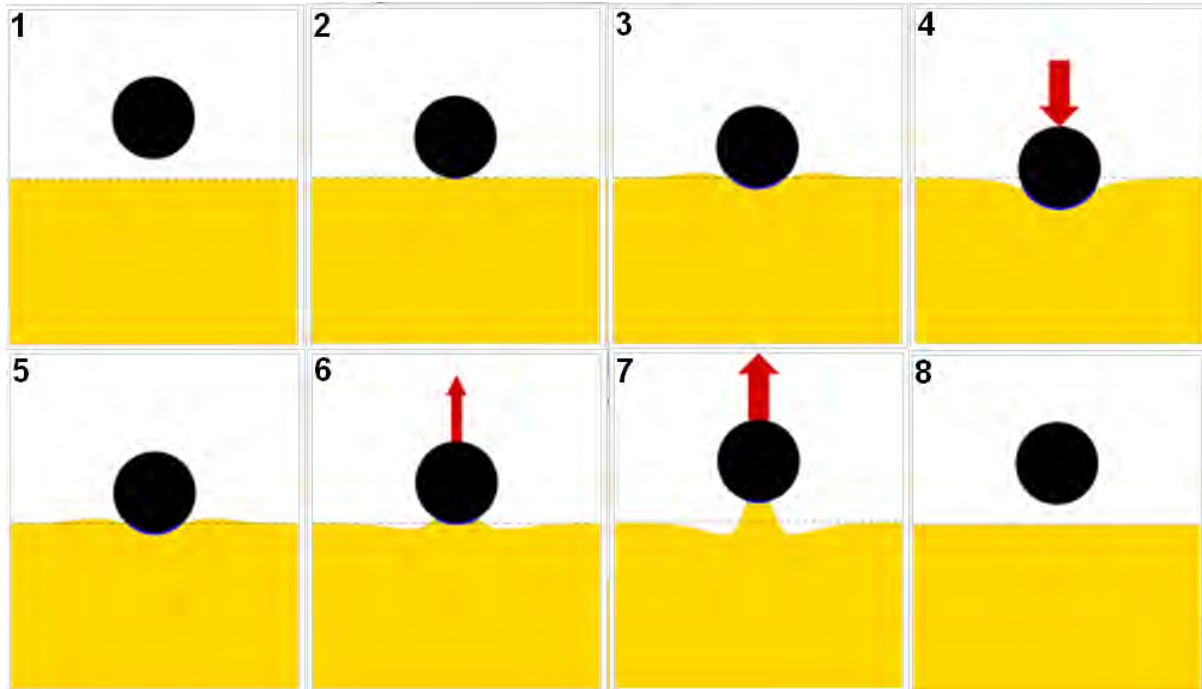


Рисунок 36. Гистерезисное поведение адгезионных сил при взаимодействии твердой сферы с упругим полупространством.

Таким образом, при реализации аппроксимации силовых кривых согласно модели учитывающей адгезию следует использовать силу адгезии, измеренную при отводе зонда от поверхности. Метод аппроксимация согласно модели Дерягина-Мюллера-Топорова практически не отличается от метода аппроксимации согласно модели Герца. Уравнение (4.24), с учетом силы адгезии модифицируется в:

$$k(D_i - D_{\min}) = \left(\frac{4}{3}E\right)\sqrt{R}h_i^{3/2} \quad (4.33)$$

Задача после сведения к методу наименьших квадратов выглядит следующим образом:

$$\left|(D_i - D_{\min})^{2/3}\right| = A|(Z_i - D_i)| + B \quad (4.34)$$

Модуль Юнга находится по формулам(4.29). Работа адгезии:

$$\gamma = -\frac{D_{\min}}{2\pi R} \quad (4.35)$$

Иначе дело обстоит с методом аппроксимации по модели Джонсона-Кенделя-Робертса. Из (4.19) и (4.20):

$$\begin{aligned} d &= E^{*-2/3} R^{-1/3} \left(\frac{3}{4} \left(F + 3\gamma\pi R + \sqrt{6\gamma\pi RF + (3\gamma\pi R)^2} \right) \right)^{2/3} - \\ & - \sqrt{\gamma\pi} E^{*-2/3} \left(6R \left(F + 3\gamma\pi R + \sqrt{6\gamma\pi RF + (3\gamma\pi R)^2} \right) \right)^{1/6} = E^{*-2/3} g(F), \end{aligned} \quad (4.36)$$

Где:

$$\begin{aligned} g(F) &= R^{-1/3} \left(\frac{3}{4} \left(F + 3\gamma\pi R + \sqrt{6\gamma\pi RF + (3\gamma\pi R)^2} \right) \right)^{2/3} - \\ & - \sqrt{\gamma\pi} \left(6R \left(F + 3\gamma\pi R + \sqrt{6\gamma\pi RF + (3\gamma\pi R)^2} \right) \right)^{1/6} \end{aligned} \quad (4.37)$$

Напомним, что работа адгезии определяется по глубине адгезионной ямы из (4.18):

$$\gamma = -\frac{2}{3} \frac{F_{\min}}{\pi R}$$

Таким образом, модуль Юнга может быть найден после решения стандартной задачи на метод наименьших квадратов:

$$|g_i| = A|(Z_i - D_i)| + B, \text{ где } g_i = g(kD_i)$$

$$A = E^{*2/3}, \quad B = AZ_0. \text{ Откуда } E^* = A^{3/2}.$$

Стоит отметить, что найденный таким образом модуль Юнга не оптимален, в том смысле, что он не обеспечивает наименьшую среднюю квадратичную ошибку при аппроксимации кривой D_i . Вместо этого обеспечивается оптимальное, с точки зрения наименьшей квадратичной ошибки, согласие функции $g_i = g(kD_i)$ с моделью поведения Джонсона-Кенделя-Робертса. На практике же разница оказывается практически не заметной.

В процессе работы в нерезонансных прерывисто-контактных методах можно выбрать область на измеренной кривой изгиба гибкой консоли для аппроксимации, видеть и сравнивать аппроксимирующую теоретическую кривую

с экспериментальной кривой. Для точных измерений лучше, если деформация образца оказывается больше или сравнимой с изгибом гибкой консоли зондового датчика.

Перейдем к обзору экспериментальных данных, полученных посредством применения описанных алгоритмов аппроксимации измеряемых в нерезонансных прерывисто-контактных методах силовых кривых.

4.3 Экспериментальные результаты измерения механических свойств поверхности

В качестве образца, демонстрирующего возможности нерезонансных прерывисто-контактных методов для получения контраста упругости был использован поли-диметил-силоксан на кремниевой подложке [68] (рис. 37).

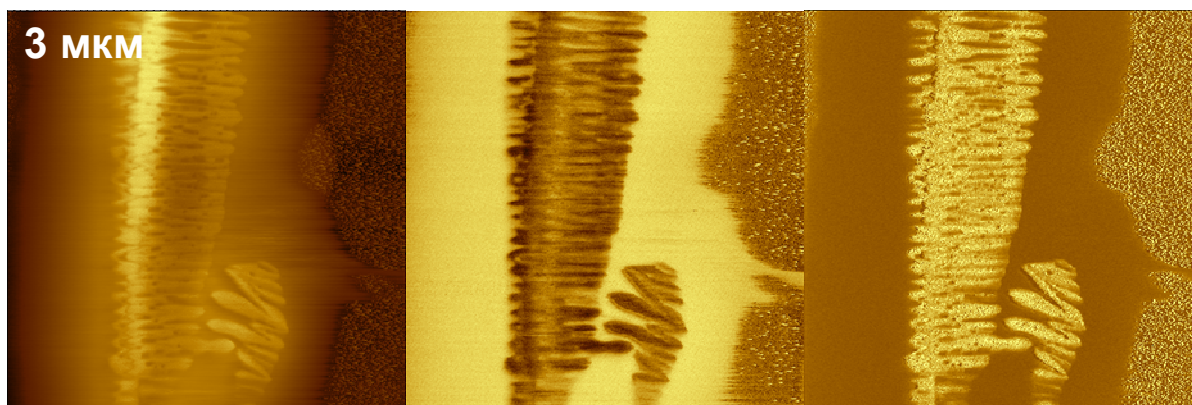


Рисунок 37. Изображение поли-диметил-силоксана на кремниевой подложке.

Слева на право – изображения карт рельефа, работы адгезии и контраста упругости.

Упругие свойства этого полимера обычно зависят от окружающей температуры и неоднородны по поверхности.

Рассмотрим теперь карту модуля Юнга биосовместимого полимера, состоящего из слоев поли-этилен-гликоля и пептида, соединенных уретановыми

связями. Пептидные блоки образуют сноп-подобные структуры на аморфной поверхности с более высокой величиной модуля Юнга (рис. 38). Колебания модуля Юнга составили около 50-110МПа, работа адгезии на изображении колеблется в диапазоне 300-500мН/м. Внизу (рис. 38) видна типичная зависимость сигнала изгиба гибкой консоли от времени. Такие кривые могут быть не только использованы для определения модуля Юнга и работы адгезии в режиме реального времени, но и сохранены при сканировании в виде массива (1024x1024 кривые и более) для более детальной последующей обработки.

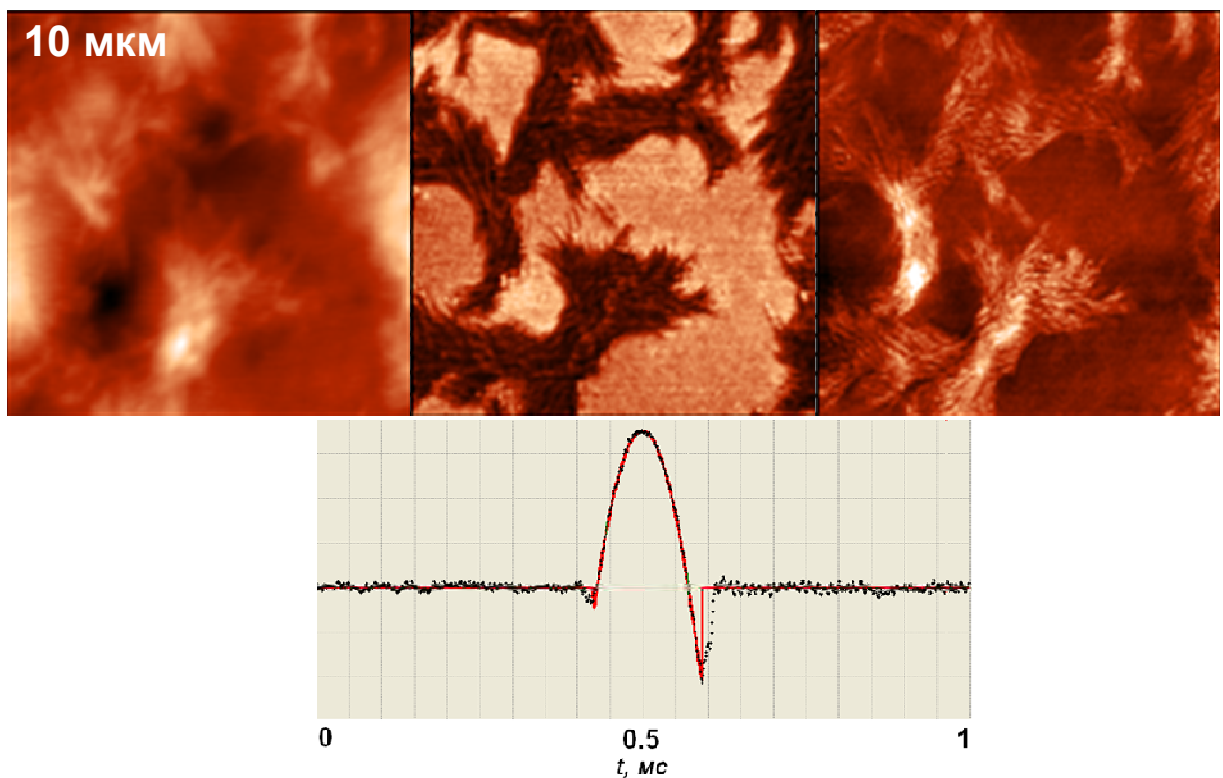


Рисунок 38. Вверху - изображение биосовместимого полимера состоящего из слоев поли-этилен-гликоля и пептида, соединенных уретановыми связями на кремниевой подложке. Слева на право – изображения карт рельефа, работы адгезии и модуля Юнга. Внизу - Результат аппроксимации силовой кривой согласно модели Дерягина-Мюллера-Топорова.

Результат аппроксимации измеренной кривой изгибов гибкой консоли методом наименьших квадратов согласно модели Дерягина-Мюллера-Топорова на графике от времени изображен красным цветом. Имеется возможность выбора

произвольной области измеренной кривой изгибов гибкой консоли для аппроксимации, расчета модуля Юнга и работы адгезии.

В качестве еще одного тестового образца для измерений механических свойств поверхности был взят двухкомпонентный сплав олова и висмута (рис. 39). Для измерения модулей Юнга компонентов (32ГПа для висмута и 50ГПа для олова) был выбран зонд с очень жесткой гибкой консолью (жесткость около 300Н/м). Для контроля полученного результата та же область была отсканирована методом зонда Кельвина. Разница работы выхода этих металлов позволяет легко обнаружить эти компоненты по контрасту, получаемому этим методом.

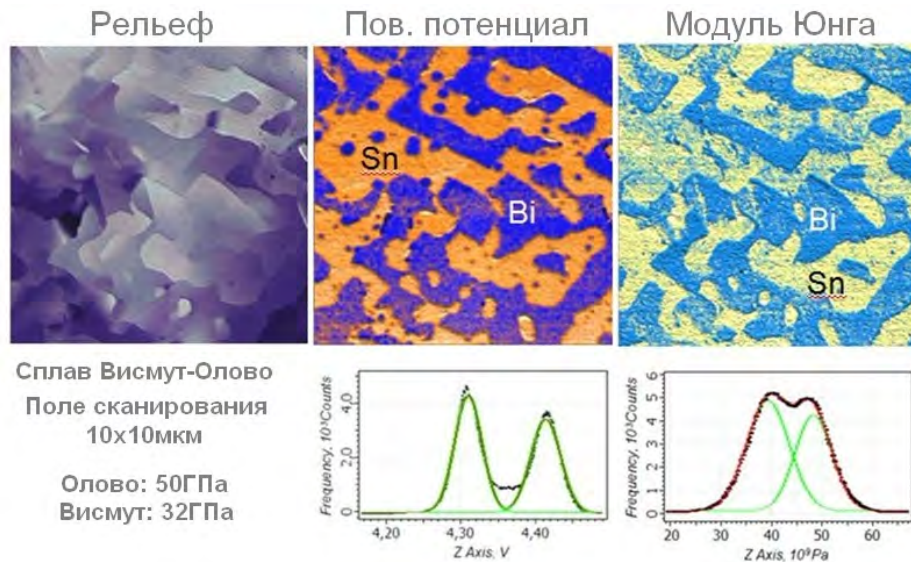


Рисунок 39. Изображение двухкомпонентного сплава олова и висмута. Слева направо – изображения карт рельефа, модуля Юнга и карта, полученная методом зонда Кельвина.

Возможность различать столь жесткие материалы по механическим свойствам, а тем более измерять модуль Юнга с высоким латеральным разрешением, предоставляемая нерезонансными прерывисто-контактными методами, является уникальной для методов АСМ.

На рис. 40 представлены результаты измерения модуля Юнга на различных полимерах с известным значением модуля Юнга.

	PE87	LDPE	HDPE	PVAC	PC	PS	sPS
E_{макро}, ГПа	0.065	0.15-0.29	0.6-1.6	1.6-2.9	1.8-3.2	3.0-3.5	3.8-8.1
E_{изм}, ГПа	0.055	0.2	1.2	2.5	2.8	3.2	5.4

Рисунок 40. Результаты измерения модуля Юнга на различных полимерах с известным значением модуля Юнга. PE87 – разветвленный полиэтилен с плотностью 0.87г/см^2 , LDPE – низкоплотный полиэтилен, HDPE – высокоплотный полиэтилен, PVAC – поли-винилацетат, PC – поликарбонат, PS – атактический полистирол, sPS – синдиотактический полистирол.

Представленные результаты позволяют судить о применимости предлагаемых способов обработки силовых кривых для широкого класса исследуемых образцов.

4.4 Взаимодействие острия зонда с вязкоупругими образцами

В предыдущем разделе было продемонстрировано, как аппроксимация измеренных силовых кривых согласно рассмотренным моделям упругого взаимодействия острия зонда с образцом позволяет успешно определять основные механические свойства поверхности образца. Описанные алгоритмы обработки силовых кривых вкупе с нерезонансными прерывисто-контактными методами измерения позволяют получать уникальные экспериментальные результаты.

Тем не менее, рассмотренные до сих пор модели взаимодействия острия зонда с образцом не учитывают всех механических свойств поверхности, проявляющихся и поддающихся анализу при работе в нерезонансных прерывисто-контактных методах измерений.

В данном разделе будет кратко рассмотрены более общие модели взаимодействия острия зонда с образцом, учитывающие вязкоупругость. Так же

будут предложены возможные способы обработки экспериментальных данных учитывающие вязкоупругость, в том числе в режиме реального времени.

Модели вязкоупругого взаимодействия острия зонда с образцом

Существуют множество моделей, описывающих поведение таких вязкоупругих материалов, как аморфные полимеры, полукристаллические полимеры и биополимеры. Эти модели, в том числе модель Максвелла, модель Кельвина-Фойгта, модель Зинера, используются для предсказания отклика материала на различные воздействия. Материал представляется в виде линейных комбинаций пружин и демпферов, моделирующих упругие и вязкие составляющие соответственно [84, 85]. Каждая модель отличается расположением этих элементов (рис. 41). Вязкоупругие модели эквивалентны электрическим цепям. Механическое напряжение соответствует электрическому заряду, а механическая деформация соответствует электрическому напряжению. Жесткость пружины аналогична электрической емкости, а вязкость демпфера – электрическому сопротивлению.

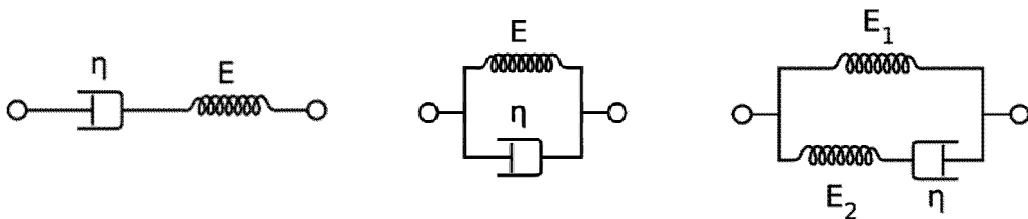


Рисунок 41. Слева направо – модель Максвелла, модель Кельвина-Фойгта, модель Зинера.

Поведение пружины, подчиняется следующему закону:

$$\sigma = E\varepsilon \quad (4.38)$$

Где ε - деформация, σ - механическое напряжение, E – модуль упругости.

Поведение демпфера описывается следующим образом:

$$\sigma = \eta \frac{d\varepsilon}{dt} \quad (4.39)$$

Где так же ε - деформация, σ - механическое напряжение, η – вязкость.

Модель Максвелла:

Модель Максвелла может быть представлена с помощью вязкого демпфера и упругой пружины соединенных последовательно, как показано на схеме (рис. 41). Модель может быть представлена следующим уравнением:

$$\frac{d\varepsilon}{dt} = \frac{\sigma}{\eta} + \frac{1}{E} \frac{d\sigma}{dt} \quad (4.40)$$

Модель Максвелла предсказывает, что при постоянной деформации напряжение экспоненциально убывает со временем, что справедливо для большинства полимеров. Одним из ограничений этой модели является то, что она не точно описывает ползучесть. Модель Максвелла постулирует, что при постоянном механическом напряжении деформация будет линейно возрастать со временем. Однако для большей части полимеров, скорость деформации снижается со временем [85].

Применимость модели: термопластичные полимеры, в непосредственной близости от их температуры плавления, свежий бетон, разнообразные металлы при температуре, близкой к их температуре плавления.

Модель Кельвина-Фойгта:

Модель Кельвина-Фойгта, представляется в виде демпфера и упругой пружины соединенных параллельно, как показано на рис. 41. Модель может быть представлена следующим уравнением:

$$\sigma(t) = E\varepsilon(t) + \eta \frac{d\varepsilon(t)}{dt} \quad (4.41)$$

Эта модель моделирует поведение твердого тела, которое переживает обратимую вязкоупругую деформацию. При приложении постоянного напряжения, материал деформируется с убывающей скоростью, деформация асимптотически приближается к постоянной величине. Как и модель Максвелла, модель Кельвина-Фойгта имеет свои ограничения. Модель хорошо описывает

ползучесть материалов, но в отношении к релаксации модель гораздо менее точна.

Применимость модели: органические полимеры, резина, дерево, когда нагрузка не слишком высока.

Модель Зинера:

Модель Зинера или модель Стандартного Твердого Тела сочетает в себе достоинства модели Максвелла и модели Кельвина-Фойгта, представляется в виде демпфера и двух упругих пружин, соединенных параллельно, как показано на рис. 41. Модель может быть представлена следующим уравнением:

$$\frac{d\varepsilon}{dt} = \frac{E_2 \left(\frac{\eta}{E_2} \frac{d\sigma}{dt} + \sigma - E_1 \varepsilon \right)}{E_1 + E_2} \quad (4.42)$$

При приложении некоторого напряжения материал сразу же деформируется на некоторую величину. Далее деформация продолжает увеличиваться, асимптотически приближаясь к некоторой постоянной величине. Хотя модель Зинера и является более точной, чем модель Максвелла и Кельвина-Фойгта, при некоторых условиях и она дает неточные результаты. Кроме того модель сложнее и имеет больше параметров.

Существуют и другие, более сложные и совершенные модели поведения вязкоупругих материалов [86-88]. Все они описываются линейными дифференциальными уравнениями на подобии (4.42). Поведение этих линейных вязкоупругих моделей эквивалентно поведению некоторых линейных фильтров. Каждому такому фильтру можно поставить в соответствие ступенчатую импульсную характеристику $J(t)$, соответствующую отклику материала на некоторое ступенчатое изменение механического напряжения. Допустим, к материалу приложено следующее напряжение:

$$\sigma = \sigma_0 \Delta(t) \quad (4.43)$$

Где $\Delta(t)$ равно нулю при $t < 0$ и равно единице при $t > 0$.

Тогда деформация будет зависеть от времени следующим образом:

$$\varepsilon(t) = \sigma_0 J(t) \quad (4.44)$$

Например, для модели Зинера ступенчатая импульсная характеристика $J(t)$ имеет вид:

$$J(t) = \frac{1}{E_1 + E_2} + \left(\frac{1}{E_1} - \frac{1}{E_1 + E_2} \right) (1 - e^{-\lambda t}), \quad \lambda = \frac{E_1 E_2}{(E_1 + E_2) \eta} \quad (4.45)$$

Согласно принципу линейности, модель Герца (1.29) взаимодействия твердой сферы с упругим полупространством можно распространить на вязкоупругий случай следующим образом [89]:

$$\frac{4\sqrt{R}}{3} h^{3/2}(t) = \int_0^t J(t-\xi) \left[\frac{dF(\xi)}{d\xi} \right] d\xi \quad (4.46)$$

Для модели конического зонда (1.31) можно обобщить для вязкоупругого случая следующим образом:

$$\frac{2}{\pi \tan \alpha} d^2(t) = \int_0^t J(t-\xi) \left[\frac{dF(\xi)}{d\xi} \right] d\xi \quad (4.17)$$

Данные уравнения применимы, прежде всего, для безадгезионного взаимодействия. В то же время уравнение (4.47), пожалуй, можно распространить и на простейший случай адгезии Дерягина-Мюллера-Топорова. Согласно этой модели между острием зонда и образцом действует дальнедействующая сила адгезии, не меняющая характер деформации упругого полупространства. Тогда уравнение (4.1), учитывающее адгезию Дерягина-Мюллера-Топорова, для вязкоупругого случая можно записать в виде:

$$\frac{4\sqrt{R}}{3} h^{3/2}(t) = \int_0^t J(t-\xi) \left[\frac{d\tilde{F}(\xi)}{d\xi} \right] d\xi \quad (4.48)$$

Где $\tilde{F}(t) = F(t) + 2\Delta\pi R$ при времени t , принадлежащем временному интервалу взаимодействия острия с зондом $t \in [t_1, t_2]$ и $\tilde{F}(t) = F(t) = 0$ во время отсутствия взаимодействия зонда с образцом $t \notin [t_1, t_2]$

Будем рассматривать дальше наиболее практически значимый случай (4.48). Покажем далее два возможных алгоритма определения параметров образца, подчиняющегося модели (4.48).

Метод определения параметров вязкоупругого образца по силовым кривым, основанный на методе Фурье

Метод Фурье является одним из общепринятых методов решения интегро-дифференциальных уравнений [90-92]. Метод оказывается применим для решения уравнения (4.48).

Пользуясь свойством свертки [93] возьмем Фурье образ обеих частей уравнения (4.48):

$$\mathbb{F}\left(\frac{4\sqrt{R}}{3}h^{3/2}(t)\right) = \mathbb{F}(J(t))\mathbb{F}(\tilde{F}'(t)) \quad (4.49)$$

Откуда:

$$\mathbb{F}(J(t)) = \frac{\mathbb{F}\left(\frac{4\sqrt{R}}{3}h^{3/2}(t)\right)}{\mathbb{F}(\tilde{F}'(t))} \quad (4.50)$$

Пользуясь свойством Фурье-образа и производной, получим:

$$J(t) = \mathbb{F}^{-1}\left(\frac{\mathbb{F}\left(\frac{4\sqrt{R}}{3}h^{3/2}(t)\right)}{\mathbb{F}(\tilde{F}'(t))}\right) = \mathbb{F}^{-1}\left(\frac{\mathbb{F}\left(\frac{4\sqrt{R}}{3}h^{3/2}(t)\right)}{i\omega\mathbb{F}(\tilde{F}(t))}\right) = \int_0^t \mathbb{F}^{-1}\left(\frac{\mathbb{F}\left(\frac{4\sqrt{R}}{3}h^{3/2}(t)\right)}{\mathbb{F}(\tilde{F}(t))}\right) dt$$

Или окончательно:

$$J(t) = \int_0^t \mathbb{F}^{-1}\left(\frac{\mathbb{F}\left(\frac{4\sqrt{R}}{3}h^{3/2}(t)\right)}{\mathbb{F}(\tilde{F}(t))}\right) dt \quad (4.51)$$

Таким образом, зная воздействие $F(t)$ и отклик $\frac{4\sqrt{R}}{3}h^{3/2}(t)$, можно найти ступенчатую импульсную характеристику $J(t)$, полностью характеризующую поведение линейного вязкоупругого материала. Описанный алгоритм нахождения $J(t)$ очень похож на поиск ступенчатой импульсной характеристики некоторого линейного фильтра, когда известно воздействие на линейный фильтр и его отклик.

Главной сложностью при реализации предложенного метода является неоднозначность, возникающая при определении точки касания поверхности образца. Из-за этого точное определение проникновения острия зонда в образец $h(t)$ затруднено и (4.51) даст неточный результат. Другой недостаток описанного метода заключается в высокой вычислительной сложности – алгоритм требует вычисления трех преобразований Фурье (двух прямых и одного обратного), что ставит под вопрос возможность реализации данного алгоритма в режиме реального времени. Рассмотренный алгоритм, пожалуй, имеет скорее теоретическое значение, нежели практическое, он демонстрирует схожесть поведения линейных вязкоупругих материалов с поведением линейных фильтров.

Далее будет рассмотрен алгоритм определения вязкоупругих свойств материала по силовым кривым, который может быть реализован на практике и должен давать более точный результат, в том числе в режиме реального времени.

Метод определения параметров вязкоупругого образца по силовым кривым, основанный на методе наименьших квадратов

Ограничимся рассмотрением модели Стандартного Твердого Тела (4.42). Рассмотрим отдельно два случая, когда $1/\lambda \ll \tau$ и $1/\lambda \gg \tau$, где τ - характерное время взаимодействия острия зонда с образцом. Для большинства образцов будет справедливо одно из этих двух условий. Если для какого-то образца $1/\lambda$ оказывается порядка характерного времени взаимодействия острия зонда с образцом, то можно изменить частоту измерения силовых кривых таким образом, чтобы выполнялось какое-либо из упомянутых выше условий.

В случае $1/\lambda \ll \tau$, выражение для $J(t)$ (4.45) в первом приближении примет следующий вид:

$$J(t) = \frac{1}{E_1} - \frac{E_2}{(E_1 + E_2)E_1} \frac{\delta(t)}{\lambda}, \quad \lambda = \frac{E_1 E_2}{(E_1 + E_2)\eta}$$

Или

$$J(t) = \frac{1}{E_1} - \frac{\eta}{E_1^2} \delta(0) \quad (4.52)$$

Где $\delta(0)$ - дельта функция. Тогда правая часть (4.48) упроститься следующим образом:

$$\int_0^t J(t-\xi) \left[\frac{d\tilde{F}(\xi)}{d\xi} \right] d\xi = \int_0^t \left(\frac{1}{E_1} - \frac{\eta}{E_1^2} \delta(0) \right) \left[\frac{d\tilde{F}(\xi)}{d\xi} \right] d\xi = \frac{\tilde{F}(t)}{E_1} - \frac{\eta}{E_1^2} \tilde{F}'(t)$$

И уравнение (4.48) примет вид:

$$\frac{4\sqrt{R}}{3} h^{3/2}(t) = \frac{\tilde{F}(t)}{E_1} - \frac{\eta}{E_1^2} \tilde{F}'(t)$$

Или по-другому:

$$h(t) = \left(\frac{3}{4E_1\sqrt{R}} \right)^{2/3} \left(\tilde{F}(t) - \frac{\eta}{E_1} \tilde{F}'(t) \right)^{2/3} \quad (4.53)$$

Для случая $1/\lambda \ll \tau$ получен ожидаемый результат – поведение острия зонда с образцом не зависит от предыстории – глубина проникновения $h(t)$ определяется мгновенным значением силы $F(t)$ и мгновенной скоростью ее изменения $F'(t)$. Это позволяет действовать похожим на упругий случай образом. Чтобы свести задачу аппроксимации методом наименьших квадратов к линейному случаю, для небольшого проявления вязкоупругости, т.е. для условия $\frac{\eta}{E_1} \ll \tau$ в первом приближении можно считать, что:

$$\left(\tilde{F}(t) - \frac{\eta}{E_1} \tilde{F}'(t) \right)^{2/3} = \tilde{F}^{2/3}(t) \left(1 - \frac{\eta}{E_1} \frac{\tilde{F}'(t)}{\tilde{F}(t)} \right)^{2/3} \approx \tilde{F}^{2/3}(t) - \frac{2}{3} \frac{\eta}{E_1} \tilde{F}'(t) \tilde{F}^{-1/3}(t) \quad (4.54)$$

Тогда уравнение (4.53) примет вид:

$$h(t) = \left(\frac{3}{4E_1\sqrt{R}} \right)^{2/3} \left(\tilde{F}^{2/3}(t) - \frac{2}{3} \frac{\eta}{E_1} \tilde{F}'(t) \tilde{F}^{-1/3}(t) \right) \quad (4.55)$$

Для дискретного случая:

$$\tilde{F}(t) \approx k(D_i - D_{\min}), \quad \tilde{F}'(t) \approx k \frac{D_{i+1} - D_{i-1}}{2\Delta t}, \quad h(t) \approx (Z_i - D_i)$$

где D_i – измеряемый сигнал, $Z_i = \text{Amp} \left(1 - \cos \left(2\pi \frac{i}{N-1} \right) \right)$ – траектория вертикальных перемещений.

В итоге, учтя поправку, даваемую вязкоупругим поведением, удалось свести задачу к линейной задаче аппроксимации методом наименьших квадратов. Задача похожа на задачу аппроксимации методом наименьших квадратов (4.34):

$$|(Z_i - D_i)| = A \left| (D_i - D_{\min})^{\frac{2}{3}} \right| + B \left| \frac{D_{i+1} - D_{i-1}}{2\Delta t} (D_i - D_{\min})^{-\frac{1}{3}} \right| + C \quad (4.56)$$

Решив задачу аппроксимации кривой на некотором, выбранном пользователем участке силовой кривой, и, найдя коэффициенты A , B и C , можно вычислить механические свойства поверхности следующим образом:

$$E_1 = \frac{3}{4} A^{-3/2} \frac{k}{\sqrt{R}}, \quad \eta = -\frac{3}{2} B E_1 \left(\frac{4E_1 \sqrt{R}}{3} \right)^{\frac{2}{3}}, \quad Z_0 = C \quad (4.57)$$

Отметим, что (4.56) может быть плохо обусловлено при наличии значений $(D_i - D_{\min}) \approx 0$. Дело в том, что для того, чтобы было справедливо приближение (4.54) участок силовой кривой, выбранной для аппроксимации не должен включать точки, где сила взаимодействия $\tilde{P}(t)$ близка к нулю.

Перейдем теперь к случаю $1/\lambda \gg \tau$. Выражение (4.45) в первом $e^{-\lambda t} \approx 1 - \lambda t$ приближении примет вид:

$$J(t) = \frac{1}{E_1 + E_2} + t \frac{E_2^2}{(E_1 + E_2)^2 \eta} \quad (4.58)$$

Одновременно с этим можно проинтегрировать по частям правую часть (4.48) и учтя, что $P(0)=0$ получить следующее:

$$\frac{4\sqrt{R}}{3} h^{3/2}(t) = \tilde{F}(t) J(0) + \int_0^t \tilde{F}(\xi) \frac{dJ(t-\xi)}{d(t-\xi)} d\xi \quad (4.59)$$

Подставив (4.58) в (4.59) получим:

$$\frac{4\sqrt{R}}{3} h^{3/2}(t) = \frac{1}{E_1 + E_2} F(t) + \frac{E_2^2}{(E_1 + E_2)^2 \eta} \int_0^t \tilde{F}(\xi) d\xi \quad (4.60)$$

$$h(t) = \left(\frac{3}{4(E_1 + E_2)\sqrt{R}} \right)^{\frac{2}{3}} \left(\tilde{F}(t) + \frac{E_2^2}{(E_1 + E_2)\eta} \int_0^t \tilde{F}(\xi) d\xi \right)^{\frac{2}{3}} \quad (4.61)$$

Для случая, когда эффект вязкоупругости выражен не очень сильно, т. е. когда $\frac{E_2^2}{(E_1 + E_2)\eta} \ll \frac{1}{\tau}$, в первом приближении можно считать, что:

$$\begin{aligned} \left(\tilde{F}(t) + \frac{E_2^2}{(E_1 + E_2)\eta} \int_0^t \tilde{F}(\xi) d\xi \right)^{\frac{2}{3}} &= \tilde{F}^{\frac{2}{3}}(t) \left(1 + \frac{E_2^2}{(E_1 + E_2)\eta} \frac{\int_0^t \tilde{F}(\xi) d\xi}{\tilde{F}(t)} \right)^{\frac{2}{3}} \\ &\approx \tilde{F}^{\frac{2}{3}}(t) + \frac{2}{3} \frac{E_2^2}{(E_1 + E_2)\eta} \left(\int_0^t \tilde{F}(\xi) d\xi \right) \tilde{F}^{-\frac{1}{3}}(t) \end{aligned} \quad (4.62)$$

В итоге (4.61) примет вид:

$$h(t) = \left(\frac{3}{4(E_1 + E_2)\sqrt{R}} \right)^{\frac{2}{3}} \left(\tilde{F}^{\frac{2}{3}}(t) + \frac{2}{3} \frac{E_2^2}{(E_1 + E_2)\eta} \left(\int_0^t \tilde{F}(\xi) d\xi \right) \tilde{F}^{-\frac{1}{3}}(t) \right) \quad (4.63)$$

Для случая $1/\lambda \gg \tau$ получен ожидаемый результат – поведение системы зависит от предыстории. В формуле (4.63) зависимость от предыстории выражена в том, что присутствует интеграл $\int_0^t \tilde{F}(\xi) d\xi$. Заметим, что поскольку было использовано приближение (4.58), верхний предел интеграла должен удовлетворять условию

$$t \ll 1/\lambda \quad (4.64)$$

В нашем случае за нулевой отчет времени целесообразно принимать момент начала измерения силовой кривой. Благодаря тому, что сила, действующая на зонд вне временного окна взаимодействия с образцом $t \notin [t_1, t_2]$, оказывается близка к нулю, достаточно, чтобы время взаимодействия острия зонда с образцом было непродолжительным, т.е., чтобы удовлетворялось менее строгое, чем (4.64), условие $\tau \ll 1/\lambda$, где $\tau = t_2 - t_1$ – время взаимодействия зонда с образцом. Для дискретного случая:

$$\tilde{F}(t) \approx k(D_i - D_{\min}), \quad \int_0^t \tilde{F}(\xi) d\xi \approx k\Delta t \sum_{s=0}^{s=i} D_s, \quad h(t) \approx (Z_i - D_i)$$

В итоге, учтя поправку, даваемую вязкоупругим поведением, удалось свести задачу к линейной задаче аппроксимации методом наименьших квадратов. Задача похожа на задачу аппроксимации методом наименьших квадратов (4.34):

$$|(Z_i - D_i)| = A \left| (D_i - D_{\min})^{\frac{2}{3}} \right| + B \left| \Delta t \left(\sum_{s=0}^{s=i} (D_s - D_{\min}) \right) (D_i - D_{\min})^{-\frac{1}{3}} \right| + C \quad (4.1)$$

Отметим, что (4.65) может быть плохо обусловлено при наличии значений $(D_i - D_{\min}) \approx 0$. Дело в том, что для того, чтобы было справедливо приращение (4.62) участок силовой кривой, выбранной для аппроксимации не должен включать точки, где сила взаимодействия $\tilde{P}(t)$ близка к нулю.

Решив задачу аппроксимации кривой на некотором, выбранном пользователем участке, и, найдя коэффициенты A , B и C , можно вычислить механические свойства поверхности следующим образом:

$$E_1 + E_2 = \frac{3}{4} A^{-3/2} \frac{k}{\sqrt{R}}, \quad \eta \frac{(E_1 + E_2)^2}{E_2^2} = \frac{3}{2} B (E_1 + E_2)^{1/3} \left(\frac{4\sqrt{R}}{3} \right)^{2/3}, \quad Z_0 = C \quad (4.66)$$

Таким образом, было показано, как в первом приближении учесть и определить вязкоупругие механические свойства поверхности образца при обработке силовых кривых, в том числе в режиме реального времени.

4.5 Основные результаты по главе 4

Был дан краткий обзор и проведен анализ основных моделей поведения острия зонда в контакте с поверхностью исследуемого образца. Был разработан и успешно применен метод определения модуля Юнга и работы адгезии по силовым кривым в режиме реального времени, основанный на методе наименьших квадратов. Разработанное программное обеспечение позволяет выбирать область на силовой кривой для аппроксимации, сравнивать измеряемые силовые кривые с теоретическими кривыми, подобранными в результате аппроксимации.

Приведенные экспериментальные результаты демонстрируют эффективность разработанных алгоритмов быстрой обработки измеряемых силовых кривых.

Так же был описан возможный способ учета и определения вязкоупругих механических свойств поверхности при обработке силовых кривых, в том числе в режиме реального времени.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Научные результаты диссертации заключаются в разработке комплекса алгоритмов для исследования локальных свойств поверхности прерывисто-контактными методами АСМ:

1. Предложен оригинальный метод измерения спектра тепловых шумов для определения нормальной жесткости гибкой консоли зондового датчика с высокой резонансной частотой и добротностью.
2. Разработан способ сближения острия зонда с поверхностью образца, использующий алгоритм вариации рабочей точки цепи обратной связи в процессе подвода, позволяющий выбирать рабочую точку цепи обратной связи еще на этапе предварительного сближения и обеспечивающий безопасное касание поверхности острием зонда.
3. Разработан метод фильтрации, основанный на синхронном детектировании, который позволяет в режиме реального времени компенсировать гидродинамические силы, возникающие при скоростном измерении силовых кривых в вязкой среде.
4. Разработан метод учета динамических погрешностей, который позволяет в режиме реального времени устранять искажения, вызванные возникающим при скоростном измерении силовых кривых резонансным откликом зондового датчика.
5. Разработан способ определения модуля Юнга и работы адгезии в соответствии с различными теоретическими моделями взаимодействия острия зонда с образцом по силовым кривым, измеряемым на высоких скоростях, в режиме реального времени.

СПИСОК ИСПОЛЬЗУЕМОЙ ЛИТЕРАТУРЫ

1. Миронов В.Л., Основы сканирующей зондовой микроскопии // М., Техносфера 2005 г.
2. Kai-Chih Chang, Yu-Wei Chiang, Chin-Hao Yang, Je-Wen Liou, Atomic force microscopy in biology and biomedicine // Tzu Chi Medical Journal Volume 24, Issue 4, December 2012, Pages 162–169.
3. Sarah E. Cross, Yu-Sheng Jin, Jianyu Rao, James K. Gimzewski, Applicability of AFM in cancer detection // Nature Nanotechnology 4 Pages 72 - 73 (2009).
4. Д. В. Сивухин, Общий курс физики. В 5 т. Том I. Механика //4-е изд., стереот. — М.: Физмалит; Изд-во МФТИ, 2005.
5. T.R. Albrecht, S. Akamine, T.E. Carver, C.F. Quate, Microfabrication of cantilever styli for the atomic force microscope // J. Vac. Sci. Technol. A8 (1990) 3386-3396.
6. J.P. Cleveland, S. Manne, D. Bocek, P.K. Hansma, A nondestructive method for determining the spring constant of cantilevers for scanning force microscopy // Rev. Sci. Instrum. 64 (1993) 403-405.
7. Clifford C. A., Seah M. P., The determination of atomic force microscope cantilever spring constants via dimensional methods for nanomechanical analysis // Nanotechnology Vol. 16, Number 9, 1666–80, (2005).
8. T.J. Senden, W.A. Ducker, Experimental Determination of Spring Constants in Atomic Force Microscopy // Langmuir 10 (1994) 1003-1004.
9. C.T. Gibson, G.S. Watson, S. Myhra, Scanning force microscopy-calibrative procedures for best practice // Scanning 19 (1997) 564-581.
10. J.E Sader, Calibration of Atomic Force Microscope Cantilevers // Encyclopedia of Surface and Colloid Science, Marcel Dekker, Inc. (2002).
11. Hans-Jurgen Butt and Manfred Jaschke, Calculation of thermal noise in atomic force microscopy, Nanotechnology 6 (1995) 1-7.

12. J.L. Hutter, J. Bechhoefer, Calibration of atomic-force microscope tips, *Rev. Sci. Instrum.* 64 (1993) 1868-1873.
13. J.E. Sader, J.W.M. Chon, P. Mulvaney, Calibration of rectangular atomic force microscope cantilevers, *Rev. Sci. Instrum.* 70 (1999) 3967-3969.
14. J.E. Sader, I. Larson, P. Mulvaney, L.R. White, Method for the calibration of atomic force microscope cantilevers // *Rev. Sci. Instrum.* 66 (1995) 3789-3798.
15. J.E. Sader, L. White, Theoretical analysis of the static deflection of plates for atomic force microscope applications // *J. Appl. Phys.* 74 (1993) 1-9.
16. J.E. Sader, Parallel beam approximation for V-shaped atomic force microscope cantilevers // *Rev. Sci. Instrum.* 66 (1995) 4583-4587.
17. J.E. Sader, Frequency response of cantilever beams immersed in viscous fluids with applications to the atomic force microscope // *J. Appl. Phys.* 84 (1998) 64-76.
18. J.E. Sader, J. Pacifico, C.P. Green, P. Mulvaney, General scaling law for stiffness measurement of small bodies with applications to the atomic force microscope // *J. Appl. Phys.* 97 (2005) 124903.
19. J.W.M. Chon, P. Mulvaney, J.E. Sader, Experimental validation of theoretical models for the frequency response of atomic force microscope cantilever beams immersed in fluids // *J. Appl. Phys.* 87 (2000) 3978-3988.
20. C.T. Gibson, D.A. Smith, C.J. Roberts, Calibration of silicon atomic force microscope cantilevers // *Nanotechnology* 16 (2005) 234-238.
21. Shahid Naeem, Yu Liu, Heng-Yong Nie, W. M. Lau, Jun Yang, Revisiting atomic force microscopy force spectroscopy sensitivity for single molecule studies // *Journal of applied physics* Pages 104, 2008
22. Bhushan Bharat, *Handbook of Micro/Nanotribology* // Boca Raton, etc.: CRC press, 1999.
23. Карпенко Б.К., Ларченко В.И., Прокофьев Ю.А., Шаговые электродвигатели // К.: Техника, 1972. – 216 с.
24. Paul I. Mininni, Jason R. Osborne, James M. Young, Charles R. Meyer, Method and apparatus for rapid automatic engagement of a probe // US Pat 7665349 February 23, 2010.

25. Shao-Kang Hung, En-Te HWU, Ing-Shouh Hwang and Li-Chen FU, Postfitting Control Scheme for Periodic Piezoscanner Driving // Japanese Journal of Applied Physics Vol. 45, No. 3B, (2006), Pages. 1917–1921.
26. D. Croft, G. Shed, S. Devasia, Creep, hysteresis, and vibration compensation for piezoactuators: atomic force microscopy application // ASME J. Dyn. Syst., Meas., Control 123, Pages. 35-43 (2001).
27. D. Croft, G. Shed, S. Devasia, Compensation of drift contamination in AFM image by local scan // Robotics and Biomimetics, 2008. ROBIO 2008. IEEE International Conference.
28. Jian Shi, Yan Hu, Shuiqing Hu, Ji Ma, Shanmin Su., Method and Apparatus of Using Peak Force Tapping Mode to Measure Physical Properties of a Sample // Patent US 20120131702 A1.
29. H. Hertz, On the contact of rigid elastic solids // J. reine und angewandte Mathematik 92, Macmillan, London (1896), p. 156.
30. Hertz, H. R., On Contact Between Elastic Bodies // Collected Works, Vol. 1, Leipzig, Germany, 1895.
31. L.D. Landau, E.M. Lifschitz, Theory of elasticity. // Theoretical Physics, 1999.
32. Popov, Valentin L., Contact Mechanics and Friction. Physical Principles and Applications // Springer-Verlag, 2010.
33. Sneddon, I. N., The Relation between Load and Penetration in the Axisymmetric Boussinesq Problem for a Punch of Arbitrary Profile // Int. J. Eng. Sci., 1965.
34. Рябухин А.Л., Ибрагимов А.Р., Шубин А.Б., Сафронова О.В., Способ изготовления композитных кантилеверов для сканирующего зондового микроскопа // Патент RU 2340963.
35. G.W Bao, S.F.Y Li, Characterization of atomic force microscopy (AFM) tip shapes by scanning hydrothermally deposited ZnO thin films // Talanta, 1998.
36. Wang C, Itoh H, Sun J, Hu J, Shen D, Ichimura S., Characterizing atomic force microscopy tip shape in use // J Nanosci Nanotechnol., 2009.

37. S. Belikov, J. Alexander, C. Wall, I. Yermolenko, S. Magonov, and I. Malovichko, Thermal Tune Method for AFM Oscillatory Resonant Imaging in Air and Liquid. // 2014 American Control Conference June 04-June 06, 2014, Portland, Oregon, USA.
38. W. H. Press, S. A. Teukolsky, W. T. Vetterling, and B. P. Flannery, Numerical Recipes. The art of Scientific Computing // Cambridge University Press, 3rd Edition, Pages 801-806 (1988).
39. И. М. Маловичко, Измерение жесткости АСМ-кантилевера по спектру тепловых шумов // Известия РАН. Серия физическая. - 2013. - Т. 77, № 8. - С. 1073-1075.
40. Маловичко И.М. Измерение жесткости кантилевера по спектру тепловых шумов // XXIV Российская конференция по электронной микроскопии Черногловка 2012. Тезисы докладов.
41. J.P. Cleveland, R. Proksch, M.J. Higgins, S. McEndoo, M. Polcik, Non-invasive determination of optical lever sensitivity in atomic force microscopy // Review of Scientific Instruments, 77, 013701 (2006).
42. Sergey Belikov, Natalia Erina and Sergei Magonov, Interplay between an experiment and theory in probing mechanical properties and phase imaging of heterogeneous polymer materials // Journal of Physics: Conference Series 61 Pages 765–769, (2007).
43. Sergei Magonov and John Alexander, Single-pass Kelvin force microscopy and dC/dZ measurements in the intermittent contact: applications to polymer materials // Beilstein J. Nanotechnol. Vol.2, Pages 15–27. (2011).
44. Маловичко И.М., Способ подвода зонда к образцу для сканирующего зондового микроскопа // Патент (RU 2497134).
45. Маловичко И.М., Разработка и применение метода мягкого подвода АСМ-зонда // Известия РАН. Серия физическая. - 2013. - Т. 77, № 8. - С. 1070-1072.
46. Маловичко И.М., Мягкий подвод АСМ-зонда к поверхности образца // XXIV Российская конференция по электронной микроскопии Черногловка 2012. Тезисы докладов.
47. Маловичко И.М., Разработка и применение метода мягкого подвода АСМ-Зонда к поверхности образца // 19-я Всероссийская межвузовская научно-техническая

конференция студентов и аспирантов «Микроэлектроника и информатика – 2012». Тезисы докладов.

48. Ramsey M. Stevens, New carbon nanotube AFM probe technology // *Materials today* Volume 12, Issue 10, October 2009, Pages 42–45.
49. J.H. Hafner, C.-L. Cheung, A.T. Woolley, C.M. Lieber, Structural and functional imaging with carbon nanotube AFM probes // *Progress in Biophysics & Molecular Biology* 77 (2001) 73–110.
50. Claudio Rivetti, Martin Guthold and Carlos Bustamante, Scanning Force Microscopy of DNA Deposited onto Mica: Equilibration versus Kinetic Trapping Studied by Statistical Polymer Chain Analysis // *J. Mol. Biol.* V. 264, pp. 919–932, (1996).
51. H. G. Hansma and D. E. Laney, DNA binding to mica correlates with cationic radius: assay by atomic force microscopy. // *Biophys J.*, 70(4), pp. 1933-1939, (1996).
52. Хоровиц П., Хилл У., Искусство схемотехники. // Т. 2. Пер. с англ. — 4-е изд., перераб. и доп.— М.: Мир, 1993. — 371 с. ISBN 5-03-002338-0.
53. Угрюмов Е. П., Глава 7. Программируемые логические матрицы, программируемая матричная логика, базовые матричные кристаллы Цифровая схемотехника. // Учеб. пособие для вузов. Изд.2, БХВ-Петербург, 2004. С. 357.
54. Savitzky, A.; Golay, M.J.E., Smoothing and Differentiation of Data by Simplified Least Squares Procedures. // *Analytical Chemistry*, 1964, v.36(8), p.1627–1639.
55. Franz J Giessibl and Seizo Morita, Non-contact AFM // *Journal of Physics: Condensed Matter* Volume 24 Number 8 (2012).
56. Lennard-Jones, J. E. (1924), On the Determination of Molecular Fields: I: From the Variation of the Viscosity of a Gas with Temperature // *Proc. R. Soc. Lond. A* 106 (738): 441–462.
57. Lennard-Jones, J. E. (1924), "On the Determination of Molecular Fields: II: From the Equation of State of a Gas" // *Proc. R. Soc. Lond. A* 106 (738): 463–477.
58. A. Ortega-Esteban, I. Horcas, M. Hernando-Perez, P. Ares, A.J. Perez-Berna, C. SanMartín, J.L. Carrascosa, P.J. dePablo, J. Gomez-Herrero, Minimizing tip–sample forces in jumping mode atomic force microscopy in liquid // *Ultramicroscopy* 114 Pages 56–61 (2012).

59. Лазарев Ю. Ф., Matlab 5.x. // Киев: BHV, (2000). — 384 с.
60. Эмих Л. А., Степашкин А. И., Колядко Д. И., Витязев В. В., Цифровой полосовой фильтр с конечной длительностью весовой функции // Патент SU 674033.
61. G.M. Clayton, S. Tien, A.J. Fleming, S.O.R. Moheimani, S. Devasia, Inverse-feedforward of charge-controlled piezopositioners // Mechatronics 18 (2008) 273–281.
62. G. Schitter, A. Stemmer, Model-based signal conditioning for high-speed atomic force and friction force microscopy // Microelectronic Engineering 67–68 (2003) 938–944.
63. Леесмент С. И. (EE), Быков В. А. (RU), Быков А. В. (RU), Маловичко Иван Михайлович (RU), Остащенко А. Ю. (RU), Котов В. В. (RU) “Способ ускорения измерения рельефа поверхности для сканирующего зондового микроскопа” // Патент (RU 2428655).
64. И. М. Маловичко, А. Ю. Остащенко, С. И. Леесмент. “Применение фазокомпенсирующего метода обратной динамики для увеличения скорости сканирования зондового микроскопа // Известия РАН, Серия физическая (2011) Т. 75, 14-17.
65. E.A. Witmer (1991-1992). "Elementary Bernoulli-Euler Beam Theory". // MIT Unified Engineering Course Notes. pp. 5–114 to 5–164.
66. Hendrik Frentrup “Uncertainty Quantification in Calibration of AFM Probes Due to Non-uniform Cantilevers” // University of Wisconsin-Madison April 2010
67. Куприянов М.С., Матюшкин Б.Д. “Цифровая обработка сигналов: процессоры, алгоритмы, средства проектирования.” СПб, Политехника (1999).
68. I. Malovichko, S. Leesment, J. Alexander, S. Belikov, C. Wall, and S. Magonov, Comparative Atomic Force Microscopy Study of Soft Materials in the Hybrid and Amplitude Modulation Modes // Microscopy applied to nanotechnology Vol.6 (2013).
69. С.И. Леесмент, С.Н. Магонов, И.М. Маловичко Non-resonant oscillatory mode for surface research at nanoscale // 4-я международная конференция «Современные нанотехнологии и нанофотоника для науки и производства» Суздаль 2014. Тезисы докладов.

- 70.S Belikov, S Magonov., Tip-sample interaction force modeling for AFM simulation, control design, and material property measurement // American Control Conference (ACC), 2011.
- 71.B. Capella, G. Deitler., Force-distance curves by atomic force microscopy. // Surface Science Reports, 1999.
- 72.Devendra Khatiwada and Shobha Kanta Lamichhane., A Brief Overview of AFM Force Distance Spectroscopy. // The Himalayan Physics, 2011.
- 73.Derjaguin, BV and Muller, VM and Toporov, Y.P., Effect of contact deformations on the adhesion of particles. // Journal of Colloid and Interface, 1975.
- 74.Muller, VM and Derjaguin, BV and Toporov, Y.P., On two methods of calculation of the force of sticking of an elastic sphere to a rigid plane. // Colloids and Surfaces, 1983.
- 75.K. L. Johnson and K. Kendall and A. D. Roberts, Surface energy and the contact of elastic solids // Proc. R. Soc. London, 1971.
- 76.D. Maugis., Adhesion of spheres: The JKR-DMT transition using a Dugdale model // J. Colloid Interface Sci., 1992.
- 77.D. Maugis., Contact, Adhesion and Rupture of Elastic Solids. // Springer-Verlag, Solid-State Sciences, 2000.
- 78.Пестряев Е.М., Молекулярная динамика на персональном компьютере: учебное пособие // Сборник статей III Всероссийского семинара.
- 79.Б.П.Никольский, Справочник химика // Химия, 1982.
- 80.M. HeB., On the reduction method of dimensionality: The exact mapping at axisymmetric contact problems with and without adhesion // Physical Mesomechanics, 2012.
- 81.Попов V. L., Basic ideas and applications of the method of reduction of dimensionality in contact mechanics. // Physical Mesomechanics.
- 82.Попов V. L., Method of reduction of dimensionality in contact and friction mechanics: A linkage between micro and macro scales // Friction, 2013.
- 83.Линник Ю. В., Метод наименьших квадратов и основы математико-статистической теории обработки наблюдений // математическая теория, 1962.

84. Meyers and Chawla. *Mechanical Behavior of Materials* // Cambridge University Press, 2009.
85. McCrum, Buckley, and Bucknell, *Principles of Polymer Engineering* // Oxford Science Pub, 1988.
86. Wiechert, E., *Ueber elastische Nachwirkung* // Dissertation, Königsberg University, 1889.
87. Wiechert, E., *Gesetze der elastischen Nachwirkung für constante Temperatur* // *Annalen der Physik*, 1893.
88. Roylance, David. *Engineering Viscoelasticity* // Department of Materials Science and Engineering Massachusetts Institute of Technology Cambridge, 2001.
89. H. Lu, B. Wang, J. Ma, G. Huang and H. Viswanathan, *Measurement of Creep Compliance of Solid Polymers by Nanoindentation* // *Mechanics of Time-Dependent Materials*, 2003.
90. Russell J. Crawford, *Plastic Engineering. Third Edition* // Department of Mechanical, Aeronautical and Manufacturing Engineering. The Queen's University of Belfast., 1998.
91. Pinchover, Y., Rubinstein, J., *An Introduction to Partial Differential Equations* // New York: Cambridge University Press, 2005.
92. Polyanin, A. D., *Handbook of Linear Partial Differential Equations for Engineers and Scientists.* // Boca Raton: Chapman & Hall/CRC Press, 2002.
93. John, F. *Partial Differential Equations (4th ed.)*. б.м. : New York: Springer-Verlag, 1982.

СПИСОК ПУБЛИКАЦИЙ

- A1. И. М. Маловичко, Измерение жесткости АСМ-кантилевера по спектру тепловых шумов // Известия РАН. Серия физическая. 2013. Т. 77. № 8. С. 1073-1075.
- A2. Маловичко И.М., Разработка и применение метода мягкого подвода АСМ-зонда // Известия РАН. Серия физическая. 2013. Т. 77. № 8. С. 1070-1072.
- A3. И. М. Маловичко, А. Ю. Остащенко, С. И. Леесмент, Применение фазокомпенсирующего метода обратной динамики для увеличения скорости сканирования зондового микроскопа // Известия РАН. Серия физическая. 2011. Т. 75, №1. С. 14-17.
- A4. Маловичко И.М., Способ подвода зонда к образцу для сканирующего зондового микроскопа // Патент (RU 2497134). 2013.
- A5. Леесмент С. И., Быков В. А., Быков А. В., Маловичко И. М., Остащенко А. Ю., Котов В. В., Способ ускорения измерения рельефа поверхности для сканирующего зондового микроскопа // Патент (RU 2428655). 2011.
- A6. Маловичко И.М., Измерение жесткости кантилевера по спектру тепловых шумов // XXIV Российская конференция по электронной микроскопии. 2012. С. 235.
- A7. Маловичко И.М., Мягкий подвод АСМ-зонда к поверхности образца // XXIV Российская конференция по электронной микроскопии. 2012. С. 236.
- A8. Маловичко И.М., Разработка и применение метода мягкого подвода АСМ-зонда к поверхности образца // 19-я Всероссийская межвузовская научно-техническая конференция студентов и аспирантов «Микроэлектроника и информатика – 2012». 2012. С. 87.

- A9. S. Belikov, J. Alexander, C. Wall, I. Yermolenko, S. Magonov, I. Malovichko, Thermal Tune Method for AFM Oscillatory Resonant Imaging in Air and Liquid // American Control Conference. 2014. pp1009-1014.
- A10. I. Malovichko, S. Leesment, J. Alexander, S. Belikov, C. Wall, S. Magonov, Comparative Atomic Force Microscopy Study of Soft Materials in the Hybrid and Amplitude Modulation Modes // Microscopy applied to nanotechnology. 2013. pp7-12.
- A11. С.И. Леесмент, С.Н. Магонов, И.М. Маловичко Non-resonant oscillatory mode for surface research at nanoscale // 4-я международная конференция «Современные нанотехнологии и нанофотоника для науки и производства». 2014. С. 112-113.