

5. **Росс, Твег.** Системы зажигания легковых автомобилей: практ. пособ. / Твег Росс. – М.: За рулем, 2004. – 96 с.

6. **Авербух, И. И.** Стабилизированная электронная система зажигания / И. И. Авербух // Радио. – 1997. – № 1. – С. 26–27.

7. **Guzzella, L.** Introduction to Modeling and Control of Internal Combustion Engine Systems / L. Guzzella, C. H. Onder // Springer Berlin Heidelberg. – 2010. – 354 p.

8. **Cook, J. A.** Engine Control / J. A. Cook, J. W. Grizzle, J. Sun // The Control Handbook / William S. Levine, Ed. – CRC Press, 1996. – P. 1261–1274.

9. **Тимченко, А. А.** Основы системного підходу та системного аналізу об'єктів нової техніки / А. А. Тимченко. – К.: Либідь, 2004. – 288 с.

10. **Тимченко, А. А.** Дослідження структур та моделювання процесів управління багаторежимним об'єктом автономного функціонування / А. А. Тимченко, М. В. Підгорний, В. В. Войко // Збірник наук. праць Міжнар. наук.-практ. конф. «Сучасні інформаційні та інноваційні технології на транспорті MINTT-2010». – Херсон, 2010. – С. 218–220.

REFERENCES

1. **Vasil'chenko, V. Iu.,** Gromiko, A. V., Pilipenko, O. M., & Stoliarenko, G. S. (2010) Experimental Investigations on GA3-3110 Engine Indices with Adding Ozone Into Fuel. *Visnik Cherkas'kogo Derzhavnogo Tekhnologichnogo Universitetu* [Proceedings of Cherkasy State Technological University], 4, 109–113 (in Russian).

2. **Sosnin, D. A.,** & Yakovlev, V. F. (2005) *State-of-the-Art Automobile Electronic Systems*. Moscow, SOLON-Press. 240 p. (in Russian).

3. **Sinel'nikov, A. Kh.** (1986) *Electronic Devices for Automobiles*. Moscow, Energoizdat. 239 p. (in Russian).

4. **Morgulev, A. S.,** & Sonin, E. K. (1968) *Semiconductor Ignition System*. Moscow, Energia. 64 p. (in Russian).

5. **Ross, Tveg.** (2004) *Vehicle Ignition Systems*. Moscow, Publishing House Za Ruliom. 96 p. (in Russian).

6. **Averbukh, I. I.** (1997) Stabilized Electronic Ignition System. *Radio* [Radio], 1, 26–27 (in Russian).

7. **Guzzella, L.,** & Onder, C. H. (2010) *Introduction to Modeling and Control of Internal Combustion Engine Systems*. Springer Berlin Heidelberg. 354 p. Doi: 10.1007/978-3-642-10775-7.

8. **Cook, J. A.,** Grizzle, J. W., & Sun, J. (1996) Engine Control. *The Control Handbook*. William S. Levine, Ed. CRC Press, 1261–1274.

9. **Timchenko, A. A.** (2004) *Basic Principles on Systematic Approach to Systematic Analysis of New Technology Objects*. Kiev, Libid'. 288 p. (in Ukrainian).

10. **Timchenko, A. A.,** Podgorny, M. V., & Voyko, V. V. (2010) Investigation of Structures and Simulation of Processes for Control of Multimode Independently Operational Object. *Zbirnik Nauk. Prats' Mizhnar. Nauk.-Prakt. Konf. "Suchasni Informatsiini ta Innovatsiini Tekhnologii na Transporti MINTT-2010"* [Collection of Scientific Papers of International Scientific and Practical Conference "Modern Information and Innovative Technologies in Transport MINTT-2010"]. Kherson, 218–220 (in Ukrainian).

Поступила 30.05.2013

УДК 53.088.3

НОВЫЕ СПОСОБЫ ОБРАБОТКИ РЕЗУЛЬТАТОВ НАНОИНДЕНТИРОВАНИЯ МЕТОДОМ АТОМНО-СИЛОВОЙ МИКРОСКОПИИ

Аспиранты **МОХАММЕД САЛЕМ А. А.¹⁾, МЕЛЬНИКОВА Г. Б.²⁾,**
канд. физ.-мат. наук **МАХАНЁК А. А.²⁾,**
акад. НАН Беларуси, докт. техн. наук, проф. **ЧИЖИК С. А.²⁾**

¹⁾Белорусский национальный технический университет,

²⁾Институт тепло- и массообмена имени А. В. Лыкова НАН Беларуси

E-mail: salimalkobati11@mail.ru

Точность определения модуля упругости методом атомно-силовой микроскопии в значительной степени зависит от качества обработки экспериментальных данных, получаемых при наноиндентировании. В условиях вибрационных помех многократно повторенная калибровка может давать заниженное значение калибровочного коэффициента. Подобный артефакт вызван проскальзыванием зонда по более твердой, чем у исследуемого образца, и неоднородной по высоте поверхности кремниевой пластинки. При обработке данных наноиндентирования на малых глубинах внедрения зонда в образец модуль упругости, вычисленный по модели Герца, зависит от величины внедрения. За искомый модуль принимают значение, близкое к асимптотическому, т. е. получаемое при достаточно большой деформации объекта. Такая деформация не всегда возможна в эксперименте, либо достигается при слишком больших (десятки процентов) относительных деформациях, т. е. за пределами допустимой области применения модели Герца.

Целью работы является демонстрация нескольких новых возможностей обработки данных наноиндентирования как на этапе получения или уточнения калибровочного коэффициента атомно-силового микроскопа, так и при анали-

зе кривой внедрения в исследуемый объект. Рассмотрены две методики определения калибровочного коэффициента на основе модели Герца, а также модели Джонсона – Кенделла – Робертса. Предложены новые способы определения модуля упругости методом атомно-силовой микроскопии. Показана возможность калибровки атомно-силового микроскопа по материалу с известными механическими свойствами, обосновывается необходимость и приводится алгоритм коррекции измеренной глубины внедрения зонда с учетом силы адгезии при вычислении модуля упругости в области малых деформаций образца. Предложенные способы определения калибровочного коэффициента и асимптотического значения модуля упругости будут полезны для получения воспроизводимых и более точных результатов атомно-силовой спектроскопии механических свойств.

Ключевые слова: атомно-силовая микроскопия, наноиндентирование, калибровка, модуль упругости, модель Джонсона – Кенделла – Робертса.

Ил.: 2. Табл. 2. Библиогр.: 10 назв.

NEW MECHANISMS FOR NANOINDENTATION DATA PROCESSING USING ATOMIC FORCE MICROSCOPY METHOD

MOHAMMED SALEM A. A.¹⁾, MELNIKOVA G. B.²⁾, MAKHANIUK A. A.²⁾, CHIZHIK S. A.²⁾

¹⁾Belarusian National Technical University,

²⁾A. V. Luikov Heat and Mass Transfer Institute of NAS of Belarus

Elastic modulus accuracy using atomic force microscopy depends significantly on processing quality of the experimental data obtained during nanoindentation. Multiply repeated calibration can lead to conservative value of the calibration factor. Such artefact is caused by probe slipping on silicon plate surface which is harder than surface of the investigated specimen and which is non-uniform in height. Elastic modulus calculated by the Hertz model depends on penetration value while processing the indentation data at small depth of the probe penetration into the specimen. A value being close to asymptotical one which is obtained at rather large object deformation is taken as a required modulus. Such deformation is not always possible in an experiment, or it is achieved with rather large (tens of percent) relative deformations that is beyond permissible region of the Hertz model application.

The purpose of this paper is to demonstrate several new opportunities for nanoindentation data processing, as at the stage of obtaining or verifying a calibration factor of the atomic force microscope so while analyzing an investigated object penetration curve. The paper considers two methodologies for determination of the calibration factor on the basis of the Hertz and Johnson-Kendall-Roberts models and proposes new mechanisms for determination of elastic modulus while using method of atomic force microscopy. The possibility to calibrate atomic force microscope according to material with known mechanical properties has been shown in the paper. The paper substantiates the necessity and provides an algorithm for correction of the measured probe penetration depth with due account of adhesive forces while calculating the in the region of small specimen deformations. The proposed methods for determination of the calibration factor and asymptotic value of the elastic modulus will be useful for obtaining reproducible and more accurate results of atomic force microscopy for mechanical properties.

Keywords: atomic force microscopy, nanoindentation, calibration, elastic modulus, Jackson-Kendall-Robertson (JKR) model.

Fig. 2. Tab. 2. Ref.: 10 titles.

Введение. Атомно-силовой микроскоп позволяет определять модуль упругости объектов микронного и субмикронного размеров. Вычисление модуля упругости осуществляется по данным статической силовой спектроскопии, получаемым при внедрении наноразмерного зонда в исследуемый объект. При этом обычно используется модель Герца [1, 2], дающая связь между модулем упругости исследуемого образца и измеряемыми параметрами: величиной внедрения зонда в образец и отклонением консоли. Особенностью получаемых результатов по индентированию материалов, более мягких, нежели кремний, является зависимость определяемого модуля упругости от величины внедрения.

Измерениям модуля упругости в статическом режиме методом атомно-силовой микро-

скопии (АСМ) предшествует калибровка прибора. Ее цель – установление масштаба отклонения кантилевера, т. е. получение калибровочного коэффициента для пересчета отклонения консоли, измеряемого в условных единицах, в единицы длины, выраженные в нанометрах. Методика калибровки состоит в индентировании образца, обладающего достаточно большим модулем упругости, и определении коэффициента K , представляющего тангенс угла наклона кривой индентирования к оси перемещения образца. При этом пренебрегают деформацией зонда и образца, т. е. предполагают, что фактическое отклонение консоли тождественно перемещению образца. Калибровка осуществляется обычно по пластинкам кремния. Формула для определения калибровочного коэффици-

ента по двум точкам с номерами n и m имеет вид

$$K = \frac{Z_{defl,n}^* - Z_{defl,m}^*}{Z_{pos,n} - Z_{pos,m}}, \quad (1)$$

где Z_{defl}^* , Z_{pos} – измеренное в условных единицах отклонение консоли и фактическое перемещение рабочей площадки (образца).

В последующем калибровочный коэффициент используется для вычисления фактического отклонения кантилевера $Z_{defl} = Z_{defl}^* / K$.

Целью исследований авторов является демонстрация нескольких новых способов обработки кривых внедрения зонда в поверхность исследуемого объекта, а также уточнение некоторых методических аспектов получения калибровочного коэффициента.

Калибровка атомно-силового микроскопа. Прежде всего отметим, что при вычислении калибровочного коэффициента по формуле (1) нельзя выбирать близкие точки n и m кривой индентирования. Вычисление тангенса локального угла наклона кривой Z_{defl}^* по отношению к оси перемещения образца весьма чувствительно к ошибкам во входных данных, обусловленным вибрационными, акустическими и другими шумами, присутствующими в измеряемом сигнале Z_{defl}^* . В случае сильных помех ошибка в величине калибровочного коэффициента может составлять десятки процентов.

При определении калибровочного коэффициента целесообразно использовать не локальное значение тангенса угла наклона кривой внедрения, а осредненное по линейному участку данной кривой с достаточно большим количеством точек. Главным достоинством такого подхода по сравнению с двухточечной оценкой K по формуле (1) является уменьшение влияния помех во входных данных на величину калибровочного коэффициента. Наш опыт показывает, что определение калибровочного коэффициента таким способом дает меньший разброс значений при анализе множества калибровочных кривых. Из этого множества и выбирается максимальное для данной консоли значение K . Недостатком такого способа является систематическое занижение величины ка-

либровочного коэффициента, связанное с фактической нелинейностью кривой внедрения. Частично исправляет такую ситуацию параболическая аппроксимация кривой внедрения:

$$Z_{defl}^*(Z_{pos}) = a_0 + a_1 Z_{pos} + a_2 Z_{pos}^2; \\ K \approx a_1 + 2a_2 Z_{pos,max}, \quad (2)$$

где $Z_{pos,max}$ – максимальное отклонение консоли.

Нередко, особенно при работе с жесткой консолью в условиях умеренных и сильных вибрационных помех, многократно повторенная калибровка дает заниженное значение калибровочного коэффициента. Подобный артефакт вызван проскальзыванием зонда по более твердой, чем у исследуемого образца, и неоднородной по высоте поверхности кремниевой пластинки. При возникновении подобной ситуации необходимо увеличивать количество калибровок до получения хотя бы нескольких значений калибровочного коэффициента, достаточно близких к максимальному значению из всего множества калибровочных кривых.

Методика определения калибровочного коэффициента на основе модели Герца. Здесь мы предлагаем и рассматриваем несколько альтернативных способов обработки данных по калибровке отклоняющейся системы АСМ. Цель обработки – получение калибровочного коэффициента из решения обратной задачи силовой спектроскопии.

Первый из рассматриваемых способов основан на модели Герца, записанной в виде

$$\frac{Z_{defl}^*}{K} - C \left(Z_{pos} - \frac{Z_{defl}^*}{K} \right)^{3/2} = 0, \quad (3)$$

где $C = 4E^* R^{1/2} / (3k)$; R – радиус закругления наконечника зонда; k – жесткость консоли; $1/E^* = (1 - \nu_1^2) / E_1 + (1 - \nu_2^2) / E_2$ – эффективный модуль упругости; индексы «1» и «2» относятся к материалу зонда и поверхности внедрения; E , ν – модуль упругости и коэффициент Пуассона соответственно.

Дифференцируя (3) по Z_{pos} , можно получить следующее выражение для калибровочного коэффициента K :

$$\frac{1}{K} = \frac{3}{K_0} - \frac{2Z_{pos}}{Z_{defl}^*}, \quad (4)$$

справедливое при любых E_1 , E_2 , ν_1 и ν_2 , в том числе для случая «кремний – кремний». В (4) $K_0 = dZ_{defl}^*/dZ_{pos}$ – локальное значение угла наклона калибровочной кривой к оси вертикальных перемещений рабочей площадки АСМ, оцениваемого из (1) или аппроксимации кривой внедрения в верхней ее части полиномом невысокой степени, например параболой.

Также калибровочный коэффициент можно определить непосредственно из (3) подгонкой параметров этой модели K и C к измеренной кривой внедрения. Наш опыт показал, что более точные результаты при этом достигаются при введении поправки d_0 в величину внедрения зонда, т. е. на основе несколько усложненной модели:

$$\frac{Z_{defl}^*}{K} - C \left(Z_{pos} - \frac{Z_{defl}^*}{K} + d_0 \right)^{3/2} = 0. \quad (5)$$

Применение перечисленных выше способов определения калибровочного коэффициента иллюстрирует рис. 1.

Трехпараметрическую аппроксимацию калибровочной кривой моделью (5) осуществляли с использованием метода Хука – Дживса [3]. Целевая (минимизируемая) функция имела вид

$$\Phi = \sum_n \left[\frac{Z_{defl,n}^*}{K} - C \left(Z_{pos,n} - \frac{Z_{defl,n}^*}{K} + d_0 \right)^{3/2} \right] = \min. \quad (6)$$

Как видно из рис. 1а, в, кривая внедрения обладает слабой нелинейностью и хорошо описывается параболической зависимостью величины отклонения кантилевера от величины перемещения кремниевой пластинки.

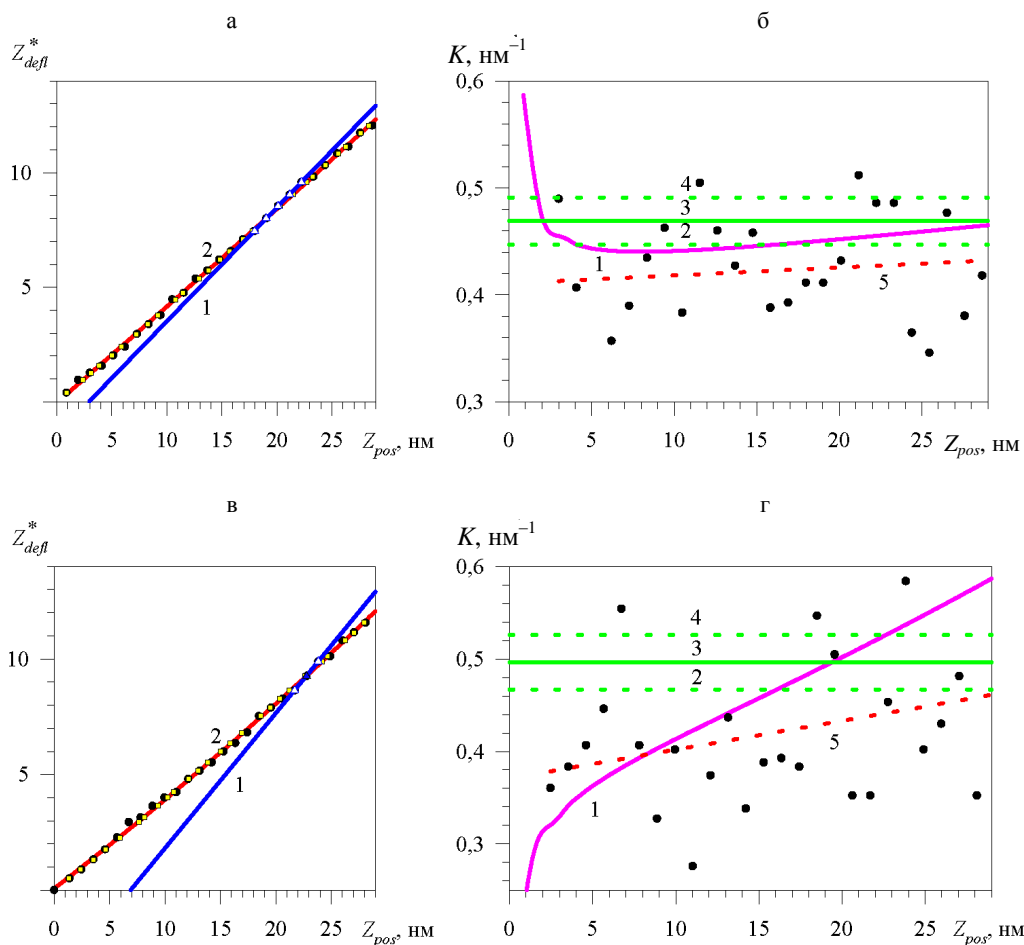


Рис. 1. Калибровочная кривая по кремниевой пластине (а, в) и калибровочный коэффициент (б, г) при $R = 45$ нм (а, б) и $R = 46$ нм (в, г)

Аппроксимирующая кривая (линия 2) проходит вблизи экспериментальных точек. Прямая линия 1 на этих рисунках показывает наклон касательной к калибровочной кривой, вычисленный с использованием двухточечной оценки угла по формуле (1) в точке, где этот угол принимает максимальное значение. Это случай завышения величины калибровочного коэффициента, характерного для ручной обработки калибровочных данных при наличии умеренных или сильных вибрационных помех. Квадратные символы на рис. 1б, г отражают результат аппроксимации экспериментальных данных согласно модели (5) с определением коэффициентов K , C и d_0 . Величина определенного таким образом калибровочного коэффициента K , а также его минимальное и максимальное значения представлены на рис. 1б, г линиями 2–4. Линия 1 на этих рисунках показывает результат, получаемый при вычислении K по формуле (4), а пунктирная линия 5 – линейную аппроксимацию значений K , вычисленных из (1) (сплошные символы).

Можно констатировать, что в некоторых случаях модели (4) и (5) дают близкие результаты для искомого калибровочного коэффициента. Рис. 1г свидетельствует, что результат вычисления K согласно модели (4) явно завышен. Следует также обратить внимание на довольно большой разброс значений калибровочного коэффициента, получаемого с использованием формулы (1), в верхней части кривой внедрения.

Особенностью применения модели Герца при обработке данных наноиндентирования является сильная зависимость вычисляемого модуля упругости от величины внедрения $\delta = Z_{pos} - Z_{defl}$ вблизи точки контакта, т. е. при малых деформациях исследуемого объекта. С увеличением δ модуль упругости уменьшается, стремясь к асимптоте, принимаемой за фактическое значение измеряемого модуля. Из этого следует, что для нахождения параметра K при известном C можно воспользоваться уравнением (3) только при достаточно большом внедрении зонда в образец. При неизвестном K величина деформации в точке ($Z_{defl,n}^*$, $Z_{pos,n}$) также не известна, но должна быть достаточной для получения близкого к асимптоте значения

модуля упругости (при решении прямой задачи определения E по точкам кривой внедрения). Необходимы согласованный выбор жесткости консоли, величины максимальной прикладываемой силы и размеров зонда для получения значения E , близкого к асимптотическому значению, что приводит к необходимости нескольких повторных измерений для разных сочетаний этих параметров.

При обработке результатов вычисления модуля упругости, особенно полученных при небольших глубинах внедрения, когда E сильно зависит от δ , мы предлагаем использовать для сглаживания этих результатов и грубой оценки асимптотического значения модуля упругости E_a следующую Паде-аппроксимацию [4] логарифма модуля упругости:

$$\ln E(\delta) = \frac{\ln(E_0) + C_1 \delta \ln(E_a)}{1 + C_1 \delta}. \quad (7)$$

Аппроксимация (7) удобна для интерполяции вычисленных модулей упругости на заданную глубину внедрения и полезна при сравнении результатов, получаемых в разных экспериментах на заданной (одной и той же) глубине внедрения. Данная аппроксимация далее демонстрируется на примере модулей упругости, вычисленных по модели Герца.

Методика определения калибровочного коэффициента на основе модели Джонсона – Кенделла – Робертса (ДЖР). Определить калибровочный коэффициент можно, проведя калибровку по эталонному (и более мягкому, чем кремний) образцу с известными значениями модуля упругости E_e и коэффициента Пуассона ν_e . Причем глубина внедрения не обязательно должна быть большой.

Кажущаяся зависимость вычисляемого по модели Герца модуля упругости от величины внедрения обусловлена, наряду с другими факторами, также влиянием адгезионных сил. Это влияние особенно велико вблизи точки контакта и может распространяться на весь диапазон внедрения зонда в эталонный или исследуемый образец. В рамках модели Герца нулевой силе контакта соответствуют нулевые значения радиуса контакта и глубины внедрения. Фактически из-за сил притяжения нулевая сила контакта достигается в результате взаим-

ной компенсации сил притяжения и отталкивания при выходе зонда из области притяжения, а контактный радиус и величина внедрения в образец в точке контакта не равны нулю. Таким образом, при обработке данных по наноиндентированию с использованием модели Герца допускается систематическая ошибка в величине внедрения зонда в исследуемый образец.

При наличии значительной силы адгезии и недостаточно большой глубине внедрения зонда в образец целесообразна разработка методики определения калибровочного коэффициента с учетом влияния этой силы. Авторы предлагают такую методику с использованием модели ДКР [5] и калибровочных данных по менее жесткому образцу, нежели кремний. Преимущество использования более мягкого эталонного образца состоит в снижении эффекта проскальзывания и более надежной оценке величины калибровочного коэффициента.

Согласно теории ДКР, выражения, связывающие величину внедрения $\delta_{\text{ДКР}}$, радиус контакта a однородного полусферического зонда, плотность поверхностной энергии γ и нагрузку $F_{\text{ДКР}}$ имеют вид [6]:

$$\delta_{\text{ДКР}}(a) = \frac{a^2}{R} - \left(\frac{2\pi a \gamma}{E^*} \right)^{1/2}; \quad (8)$$

$$F(a)_{\text{ДКР}} = \frac{4E^* a^3}{3R} - (8\pi a E^* \gamma)^{1/2}. \quad (9)$$

Минимальное значение силы взаимодействия зонда и поверхности материала F_p можно найти, вычислив минимум функции F . Оно равно

$$F_p = -\frac{3}{2} \pi R \gamma. \quad (10)$$

При некотором ненулевом радиусе контакта a_0 сила $F(a_0) = 0$. Из (8) и (9) следует, что соответствующая этому контактному радиусу величина внедрения $\delta_0 = \left(F_p^2 / (3RE^{*2}) \right)^{1/3}$, а (8) и (9) можно представить в виде:

$$\delta_{\text{ДКР}} = \frac{a^2}{R} - \left(\frac{16}{3} \frac{\delta_0^3 a^2}{R} \right)^{1/4} = \delta + \delta_0; \quad (11)$$

$$F_{\text{ДКР}} = F_{\Gamma} \left[1 - \left(\frac{3\delta_0 R}{a^2} \right)^{3/4} \right]; \quad (12)$$

$$F_{\Gamma} = \frac{4E^* a^3}{3R}. \quad (13)$$

В (11) через δ обозначено измеренное значение величины внедрения. Выражение (13) идентично модели Герца с той лишь разницей, что в него входит радиус контакта, учитывающий силу адгезии. При $\delta \gg \delta_0$ модель ДКР преобразуется в модель Герца.

Алгоритм нахождения калибровочного коэффициента включает два этапа. На первом вычисляется эффективный модуль упругости E^* при некотором начальном приближении искомого калибровочного коэффициента $K^{(0)}$, полученного, например, из калибровки по кремниевой пластине любым из описанных выше способов, или задаваемого произвольно (при сильном занижении калибровочного коэффициента могут вычисляться отрицательные деформации). На втором этапе находится и минимизируется невязка между вычисленным эффективным модулем упругости и его заданным (эталонным) значением путем соответствующего уточнения калибровочного коэффициента любым минимаксным способом. Авторы использовали простейший из них: метод деления отрезка пополам [3]. Для нахождения модуля упругости на первом этапе (или при решении системы уравнений (8), (9) при обработке кривых индентирования для вычисления модуля упругости по модели ДКР) методом Хука – Дживса [3] решали следующую оптимизационную задачу:

$$\Phi(E^*) = \sum_n \left| F_n - F_{\text{ДКР}}(\delta_n, E^*) \right| = \min, \quad (14)$$

где F_n – измеренное значение силы в точке n ; $F_{\text{ДКР}}(\delta_n, E^*)$ – значение силы, вычисленное согласно теории ДКР при заданном E^* и измеренном внедрении δ_n .

Для вычисления контактного радиуса a_n из (11) использовали следующую итерационную схему:

$$x_n^{(m)} = \delta_n + \delta_0 + \left(16\delta_0^3 x_n^{(m-1)} \right)^{1/4}, \quad (15)$$

в которой $x_n = a^2/R$; m – номер итерации; $x_n^{(0)} = \delta_n$.

Применение данной методики для определения калибровочного коэффициента по кривой внедрения в материал с известными механическими свойствами (поликарбонат с $E_e = 3,1$ ГПа, $\nu_e = 0,37$ [7–9]) иллюстрирует рис. 2. Исходные данные получены в разных сериях экспериментов. Этим же сериям соответствуют рис. 1а–г, отражающие результаты калибровки по кремнию. Всего выполняли измерение 20 кривых внедрения. Производили отбор лишь тех из них, которым при первичной обработке с использованием калибровочного коэффициента, полученного на кремниевой пластине из параболической аппроксимации (2) калибровочных кривых, соответствовали наибольшие значения модуля упругости по модели Герца. Кривую, для которой вычисляли максимальный модуль упругости, использовали при определении калибровочного коэффициента. То есть, как и в случае калибровки по кремнию, производили отбор данных, соответствующих максимальной жесткости. При этом в большинстве

случаев наблюдали сильное проскальзывание зонда. Только для одной кривой внедрения в эксперименте с радиусом зонда $R = 45$ нм было обнаружено высокое значение модуля упругости. В случае с данными, полученными при $R = 46$ нм, таких кривых было четыре (рис. 2).

По моделям Герца и ДКР вычисляли локальные значения модуля упругости. Поправка δ_0 при этом была единой для всех точек и вычислялась с учетом величины измеренной силы адгезии F_p . Таким образом, во всех случаях находили как общую для всех измеренных точек величину модуля упругости (константа, не зависящая от величины внедрения и входящая в модель ДКР), так и локальное (в каждой точке) значение модуля упругости, соответствующее значению измеренной силы и глубины внедрения в этой точке. То есть здесь наряду с определением калибровочного коэффициента для всех кривых осуществляли и определение модуля упругости при заданном калибровочном коэффициенте.

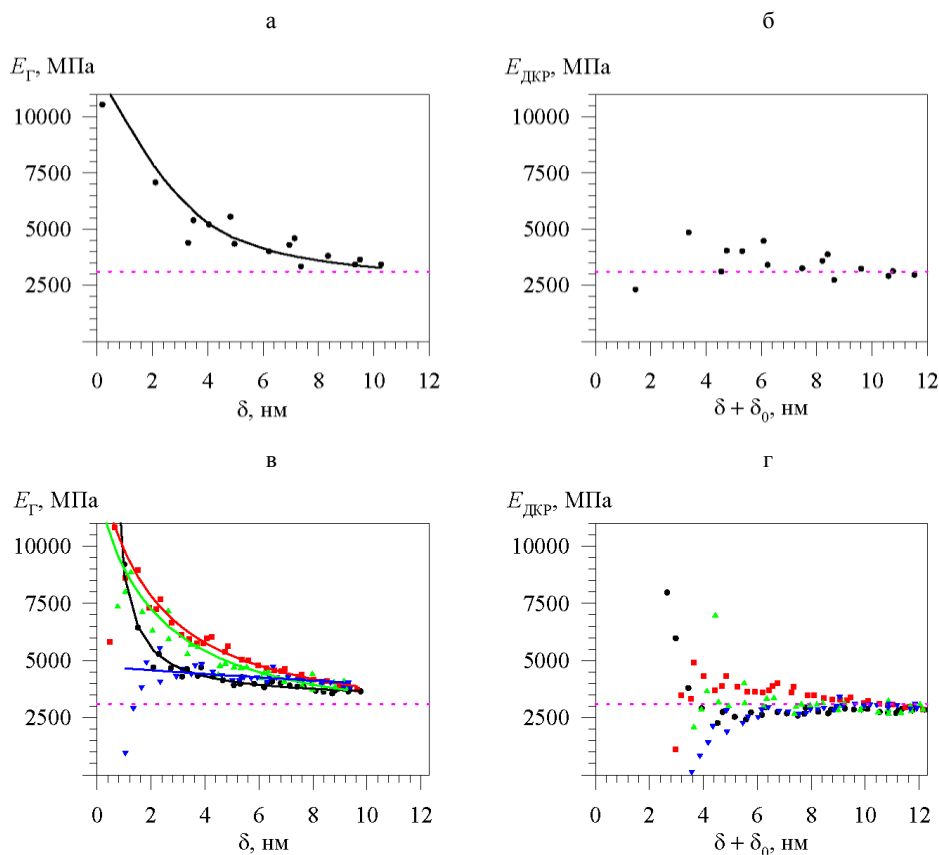


Рис. 2. Модуль упругости по модели Герца (а, в) и модели ДКР (б, г) при определении калибровочного коэффициента по заданному модулю упругости эталонного материала (поликарбоната) (пунктирная линия): $R = 45$ нм (а, б); $R = 46$ нм (в, г)

Таблица 2

Результаты определения модуля упругости поликарбоната

Параметр	Радиус зонда, нм				
	45	46			
$E_{Герц}$ при δ_{max} , МПа	3388	3645	3733	3834	3824
$E_{ДКР}$, МПа	3108	2826	3130	2911	3035
$E_{ДКР}$ при δ_{max} , МПа	2956	2845	2855	2850	2922
δ_0 , нм	1,32	2,43	2,66	2,93	2,60
F_p , нН	-60	-147	-169	-194	-167

Сплошные линии на рис. 2а, в получены в результате Паде-аппроксимации (7) вычисленных модулей упругости и позволяют оценить значения модуля на заданной глубине внедрения. Рис. 2б показывает, что расчет локальных модулей упругости при найденном калибровочном коэффициенте дает близкие значения на скорректированных глубинах внедрения 10–11 нм. Эти значения оказываются близкими к заданной (эталонной) величине E_e (пунктир) (отклонение менее 4,8 %). Вычисленный по модели Герца на максимальной глубине внедрения модуль упругости отличается от заданного на 9,0 %. Рис. 2в демонстрирует значительное отличие модулей упругости, вычисленных на максимальной глубине внедрения, от известного значения E_e (максимальное отличие составило 23,7 %). Модель ДКР на наибольшей глубине внедрения показала максимальное отклонение локального значения модуля упругости от E_e на 8,9 %.

Результаты оценок калибровочного коэффициента в двух сериях экспериментов рассмотренными способами представлены в табл. 1.

Таблица 1

Результаты калибровки по кремнию (Si) и поликарбонату (ПК) с использованием предлагаемых способов вычисления K

Параметр и модель	Радиус зонда, нм		Материал
	45	46	
K_{max} по формуле (1)	0,512	0,584	Si
K при δ_{max} по модели (2)	0,438	0,465	Si
K при δ_{max} по модели (4)	0,466	0,599	Si
K из модели (5)	0,469	0,496	Si
d_0 из модели (5), нм	-0,21	-0,32	Si
C из модели (5), нм ^{-1/2}	0,381	0,616	Si
K по модели (10)–(14)	0,502	0,507	ПК

Можно констатировать близость калибровочных коэффициентов, полученных при калибровке в разных экспериментах по пластине из поликарбоната. Близкие к этим значениям величины K также получены при вычислениях по формулам (1) и (5) при калибровке по кремниевой пластине в экспериментах с радиусами наконечников зонда 45 и 46 нм.

С использованием калибровочного коэффициента $K = 0,507$, определенного по пластине из поликарбоната, проведена обработка кривых внедрения зондов с $R = 45$ нм и $R = 46$ нм. Результаты представлены в табл. 2 и на рис. 2.

Выделенные в табл. 2 жирным шрифтом значения были получены при вычислении калибровочного коэффициента по заданному эталонному значению модуля упругости $E_e = 3100$ МПа. Отличия от E_e обусловлены ограничением точности расчета K до 0,001.

Рассмотренные способы определения калибровочного коэффициента по данным внедрения зонда в пластину из кремния и поликарбоната имеют свои специфические недостатки. Результат двухточечной оценки коэффициента K по формуле (1) весьма чувствителен к вибрационным помехам во входных данных. При отборе из серии калибровок максимального значения K мы фактически «ловим» максимальную флуктуацию отклонения консоли в верхней части калибровочной кривой. Способ, основанный на линейной или параболической аппроксимации кривой внедрения, позволяет существенно уменьшить влияние помех, но дает заниженное на несколько процентов (при параболической аппроксимации) значение калибровочного коэффициента. Оценка K из модели (4) весьма чувствительна к длиннопериодическим помехам во входных данных и в некоторых случаях дает такое же сильное завышение калибровочного коэффициента, как и двухточечная оценка. Способом, основанным на модели (6), получают значения K выше, чем следует из параболической аппроксимации калибровочной кривой, и ниже, чем по формуле (1). Самой перспективной методикой определения калибровочного коэффициента из всех рассмотренных выше является методика, основанная на теории ДКР и обработке кривой внедрения зонда в более мягкий, чем кремний, материал с известным модулем упругости и коэффициентом Пуассона. Однако этот способ и наиболее сложен в реализации.

Возможны усовершенствования предложенных способов определения калибровочного ко-

эфициента, например применение метода регуляризации Тихонова [10] при вычислении производной K_0 в (4), учет в (4) адгезионных сил и поправки в величину деформации, совместное рассмотрение нескольких кривых внедрения во всех предложенных способах.

ВЫВОДЫ

1. Успешное применение атомно-силового микроскопа для определения механических свойств образцов микронного и субмикронного размеров методом наноиндентирования связано не только с проведением качественных измерений кривых внедрения зонда в исследуемый образец, но и с качественной обработкой получаемых данных. Предложенные способы определения калибровочного коэффициента и асимптотического значения модуля упругости могут оказаться полезными для получения воспроизводимых и более надежных результатов атомно-силовой спектроскопии механических свойств.

2. Показана возможность калибровки атомно-силового микроскопа по материалу с известным модулем упругости, а также необходимость коррекции измеренных величин внедрения с учетом силы адгезии образца к зонду при обработке данных наноиндентирования с использованием модели Джонсона – Кенделла – Робертса.

ЛИТЕРАТУРА

1. Тимошенко, С. П. Теория упругости / С. П. Тимошенко; пер. с англ. Н. А. Шошина. – 2-е изд. – Л.: ОНТИ, 1937. – 451 с.
2. Negrea, A. The Elastic Contact of a Sphere with an Elastic Half-Space, a Comparison between Analytical and Finite Elements Solutions / A. Negrea, M. V. Predoi // *UPB Scientific Bulletin, Series A: Applied Mathematics and Physics*. – 2012. – Vol. 74, Iss. 4. – P. 69–78.
3. Банди, Б. Методы оптимизации. Вводный курс / Б. Банди; пер. с англ. – М.: Радио и связь, 1988. – 128 с.
4. Бейкер, Дж. Аппроксимации Паде / Дж. Бейкер, П. Грейвс-Моррис; пер. с англ. под ред. А. А. Гончара. – М.: Мир, 1986. – 502 с.
5. Johnson, K. L. Surface Energy and the Contact of Elastic Solids / K. L. Johnson, K. Kendall, A. D. Roberts // *The Royal Society*. – 1971. – Vol. 324. – P. 301–313.

6. Barthel, E. Adhesive Elastic Contacts – JKR and More / E. Barthel // *Journal of Physics D: Applied Physics* – 2008. – Vol. 41, No 16. – P. 1–40.

7. Hay, J. Rapid Characterization of Elastic Modulus and Hardness Via Express Test [Electronic Resource] / J. Hay. – Mode of Access: <http://cp.literature.agilent.com/litweb/pdf/5991-0123EN.pdf>.

8. “MAKROLON(R) GP (Polycarbonate)”, *Plastics International* [Electronic resource]. – Mode of accesse: <http://plasticsintl.com/datasheets/Polycarbonate.pdf>. – Date of access: 16.02.2012.

9. Physical Aging of Polycarbonate: Elastic Modulus, Hardness, Creep, Endothermic Peak, Molecular Weight Distribution and Infrared Data // V. A. Soloukhin [et al.] // *Macromolecules*. – 2003. – Vol. 36, No 20. – P. 7585–7597.

10. Тихонов, А. Н. Методы решения некорректных задач / А. Н. Тихонов, В. Я. Арсенин. – М.: Наука, 1979. – 286 с.

REFERENCES

1. Timoshenko, S. P. (1937) *Theory of Elasticity*. 2nd Edition. – Leningrad, ONTI. 451 p. (in Russian).
2. Negrea, A., & Predoi, M. V. (2012) The Elastic Contact of a Sphere with an Elastic Half-Space, a Comparison between Analytical and Finite Elements Solutions. *UPB Scientific Bulletin, Series A: Applied Mathematics and Physics*, 74 (4), 69–78.
3. Bandi, B. (1998) *Optimization Method. Introductory Course*. Moscow, Radio i Sviaz. 128 p. (in Russian).
4. Baker, J., & Gravs-Morris, P. (1986) *Padé Approximants*. Moscow, Mir. 502 p. (in Russian).
5. Johnson, K. L., Kendall, K., & Roberts, A. D. (1971) Surface Energy and the Contact of Elastic Solids. *The Royal Society*, 324, 301–313. Doi: 10.1098/rspa.1971.0141 Published 8 September 1971.
6. Barthel, E. (2008) Adhesive Elastic Contacts – JKR and More. *Journal of Physics D: Applied Physics*, 41 (16), 1–40. Doi: 10.1088/0022-3727/41/16/163001.
7. Hay, J. (2012) *Rapid Characterization of Elastic Modulus and Hardness Via Express Test*. Available at: <http://cp.literature.agilent.com/litweb/pdf/5991-0123EN.pdf>. (Accessed 16 February 2012).
8. “MAKROLON(R) GP (Polycarbonate)”, *Plastics International*. Available at: www.plasticsintl.com/datasheets/Polycarbonate.pdf. (Accessed 16 February 2012).
9. Soloukhin, V. A., Brokken-Zijp, J. C. M., Van As-selen, O. L. J., & De With, G. (2003) Physical Aging of Polycarbonate: Elastic Modulus, Hardness, Creep, Endothermic Peak, Molecular Weight Distribution, and Infrared Data. *Macromolecules*, 36 (20), 7585–7597. Doi: 10.1021/ma0342980
10. Tikhonov, A. N., & Arsenin, V. Ya. (1979) *Methods for Solution of Incorrect Problems*. Moscow, Nauka. 286 p. (in Russian).

Поступила 08.10.2014