



БИОМЕХАНИКА

УДК 53.088.3

САЛЕМ А.А. МОХАММЕД

аспирант

E-mail: salimalkobati11@mail.ru

Белорусский национальный технический университет, г. Минск, Республика Беларусь

Г.Б. МЕЛЬНИКОВА

научный сотрудник¹

А.А. МАХАНЕК, канд. физ.-мат. наук

старший научный сотрудник¹

С.А. ЧИЖИК, академик, д-р техн. наук, профессор

Первый заместитель Председателя Президиума НАН Беларуси

Президиум НАН Беларуси, г. Минск, Республика Беларусь

Н.С. КУЖЕЛЬ

младший научный сотрудник¹

¹Институт тепло- и массообмена им. А.В. Лыкова НАН Беларуси, г. Минск, Республика Беларусь

МЕТОДИКА КОРРЕКЦИИ ГИСТЕРЕЗИСА ПЬЕЗОСКАНЕРА АТОМНО-СИЛОВОГО МИКРОСКОПА

Предлагается способ программной коррекции гистерезиса пьезосканера атомно-силового микроскопа. Приводится алгоритм коррекции и пример его применения для образцов кремния, слюды, полисульфона, а также фиксированных клеток эритроцитов и тромбоцитов человека. Показано, что предложенная методика позволяет эффективно устранять расхождение между кривыми подвода и отвода рабочей площадки, обусловленное гистерезисом пьезосканера, и действительна для разных времен задержки между измерениями в соседних точках этих кривых.

Ключевые слова: гистерезис пьезосканера, статическая силовая спектроскопия, точка контакта

Введение. Формирование изображения при атомно-силовой (АСМ) осуществляется в результате механического взаимодействия зонда и исследуемого объекта. Как в режиме сканирования, так и при силовой спектроскопии возможно возникновение различных специфических для данного метода артефактов и ошибок измерений. Артефакты, связанные со сканером, могут быть обусловлены двумя эффектами: гистерезисом и ползучестью (крипом) пьезокермики. Гистерезис проявляется в зависимости величины деформации пьезосканера от направления изменения управляющего напряжения (рисунок 1 а). В итоге, при одних и тех же управляющих электрических сигналах рабочая площадка оказывается в разных положениях в зависимости от направления их изменения. При небольшой напряженности элект-

рического поля относительная нелинейность удлинения сканера, вызванная гистерезисом, составляет примерно 2 % и может вырасти до 10–15 % при повышении этого напряжения [1]. К искажениям реальной структуры поверхности в ее АСМ-изображении приводит также такое явление как крип (ползучесть) пьезокермики (рисунок 2 в). Крип проявляется в запаздывании реакции пьезосканера на изменение величины управляющего электрического поля. В основе этих эффектов лежит остаточная поляризация диэлектрика. Ползучесть пьезокермики описывается уравнением [1]:

$$\Delta L(t) = \Delta L_{t=t_0} [1 + g \lg(t/t_0)],$$

где t — время от момента изменения управляющего напряжения; $\Delta L(t)$ — смещение пьезокер-

рамики к моменту времени t ; t_0 — характерное время быстрой фазы деформации (рисунок 2 а); g — крип-фактор.

Влияние направления изменения управляющего напряжения на величину деформации пьезосканера, то есть в большую или меньшую стороны, приводит к смещению элементов изображения, как показано на рисунке 1 б.

Родственный по физической природе гистерезису эффект ползучести пьезотрубки также может заметно исказить получаемую при атомно-силовой микроскопии информацию. Эффект проявляется в том, что размер пьезосканера (положение рабочей площадки) не может мгновенно установиться соответственно заданному управляющему напряжению. Изменение размера происходит в два этапа: на первом, продолжительностью менее 1 мс, имеет место быстрое изменение положения сканера, на втором — гораздо более медленное и продолжительное по времени (см. рисунок 2 а). В итоге возникает ошибка в оценке фактического положения элементов объекта, и их форма в изображении (см. рисунок 2 б, в). Задание достаточно большой величины задержки между измерениями в соседних точках (изображения или кривой наноиндентирования) уменьшает ошибку, обусловленную крипом пьезотрубки.

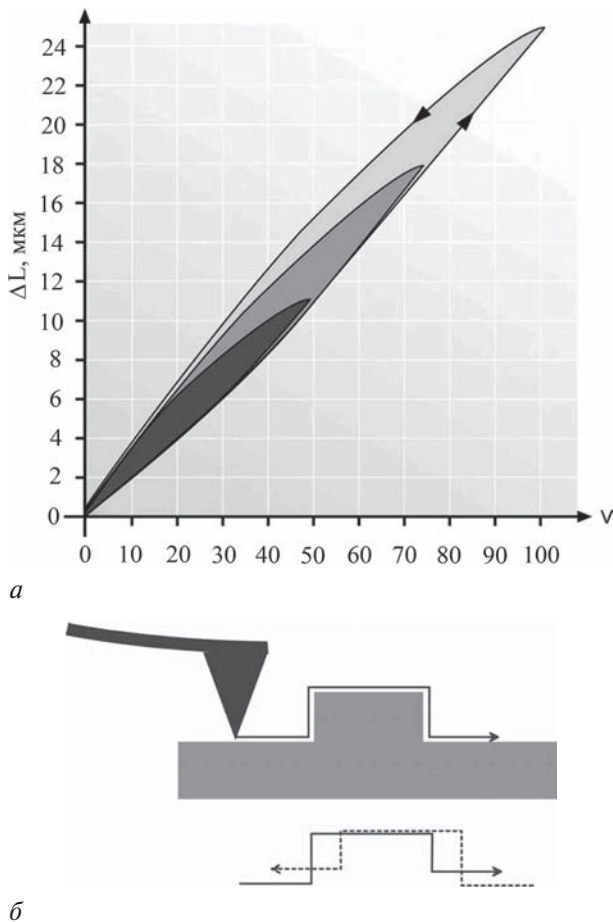
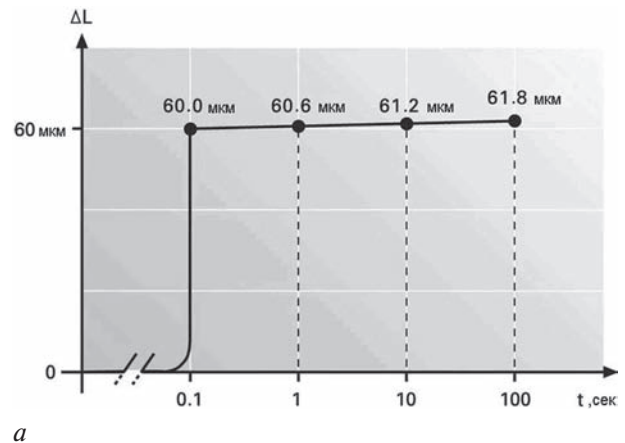


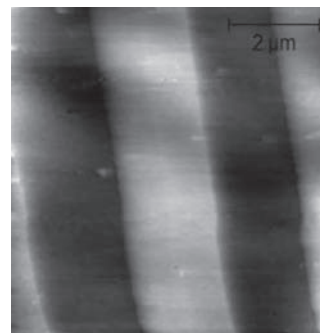
Рисунок 1 — Гистерезис пьезосканера (а) [1] и его проявление при микроскопии (б) [2]

Целью данной работы является представление методики программной коррекции гистерезиса пьезотрубки при совместной математической обработке получаемых методом статической силовой спектроскопии кривых «сила-смещение положения рабочей площадки» при ее подводе к зонду (кривая подвода) и отводе от зонда (кривая отвода, или адгезионная кривая).

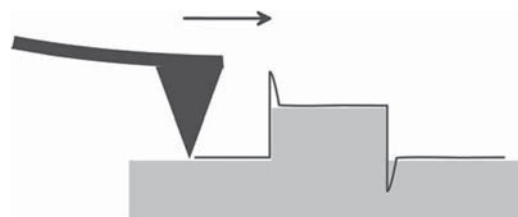
Методика программной коррекции гистерезиса пьезотрубки. При наличии нескорректированного (аппаратными или программными средствами) гистерезиса пьезосканера атомно-силового микроскопа (АСМ) определение модуля упругости исследуемого образца возможно лишь по кривой внедрения зонда в образец, получаемой в процессе перемещения рабочей площадки по направлению к зонду. Обычно так и поступают, выбирая в качестве точки контакта (ТК) точку пересечения кривой подвода (рабочей площадки к зонду) с линией нулевого уровня отклонения кантилевера (нулевой силы



а



б



в

Рисунок 2 — Крип пьезокерамики: а — зависимость деформации от времени [1]; б — топография калибровочной решетки, демонстрирующая крип пьезосканера в плоскости XY [1]; в — проявление крипа в вертикальном направлении [2]

взаимодействия зонда с образцом). Далее такую точку мы будем условно называть ТК 1. Чаще всего ограничиваются анализом получаемой кривой внедрения на основе модели Герца [3]. В случае необходимости учета адгезионных сил используют модели Джонсона–Кендала–Робертса (ДКР) [4] или Дерягина–Мюллера–Топорова (ДМТ) [5], исходя из величины критерия Тора [6]. Поверхностная плотность адгезионной энергии может быть определена по адгезионной кривой. Гистерезис пьезосканера не влияет на величину измеряемых сил, в том числе и минимальной силы взаимодействия наконечника зонда с поверхностью образца в точке его отрыва от этой поверхности. Поэтому оценка адгезионной энергии возможна даже по не скорректированной кривой отвода.

Следует отметить, что в общем случае область применения какой-либо из адгезионных моделей для получения модуля упругости находится фактически вблизи или выше нулевого уровня отклонения консоли атомно-силового микроскопа (АСМ), так как характер сил на разных стадиях сближения зонда и поверхности образца существенно разный: при подводе — это близкодействующие силы, при отводе — силы дальнего действия [7, 8]. Сильное влияние на форму кривой подвода ниже нулевого уровня оказывает возможное загрязнение поверхности зонда, наличие на поверхности образца тонкой пленки сконденсированной воды и другие причины. Поэтому кривые подвода и отвода вблизи точки контакта могут не совпадать, даже в случае скорректированного гистерезиса пьезосканера. Данное обстоятельство критично, если целью является анализ механических свойств образца вблизи точки контакта или в области адгезионной петли. В [9] мы отмечали, что адгезионные силы могут быть причиной значительной деформации поверхности образца уже непосредственно в ТК 1 и в качестве альтернативы при использовании модели ДКР предлагали выбор точки контакта вблизи координаты перемещения рабочей площадки, в которой сила взаимодействия зонда с образцом принимает минимальное значение (ТК 2), т. е. вблизи точки отрыва зонда от поверхности образца. Определение ТК 1 сильно затруднено или даже невозможно в ситуациях, когда кривая подвода не пересекает линию нулевого уровня отклонения консоли, т. е. отсутствует скачкообразный переход к контакту при сближении зонда и поверхности образца. В случае с ТК 2 подобная проблема не возникает. Эта точка контакта всегда определяется очень надежно, даже при компьютерной автоматизации данного процесса.

Предлагаемая методика коррекции гистерезиса пьезосканера очень проста и основывается на следующей обнаруженной нами закономерности: расстояние между кривыми подвода и отвода рабочей площадки при разных (и соответственных) уровнях отклонения консоли (рисунок 3) описывается соотношением релаксационного типа:

$$\Delta Z_{pos} = ae^{-x/c} + b(1 - e^{-x/c}), \quad (1)$$

где x — расстояние между текущей координатой по оси перемещений рабочей площадки (деформации пьезосканера) Z_{pos} и координатой первой точки максимального отклонения консоли (см. рисунок 3):

$$x = Z_{pos} - Z_{pos,max}. \quad (2)$$

Таким образом, для получения скорректированного с учетом гистерезиса пьезосканера положения рабочей площадки при ее отводе достаточно ввести поправку ΔZ_{pos} в текущую координату по оси Z_{pos} :

$$Z_{pos}^{(calc)} = Z_{pos}^{(exp)} - \Delta Z_{pos}. \quad (3)$$

Коэффициенты a, b, c модели (1) находятся из решения следующей оптимизационной задачи:

$$\sum_n (y_n - \Delta Z_{pos}(x_n)) = \min, \quad (4)$$

где y_n — расстояние между сглаженными кривыми подвода и отвода рабочей площадки в области экспериментальной точки x_n (см. рисунок 3).

Алгоритм коррекции содержит этап сглаживания экспериментальных данных для обеих кривых полиномом невысокой степени (сплошные линии на рисунке 3). Оно позволяет для каждой точки кривой подвода получить координату точки на адгезионной кривой с такой же величиной отклонения

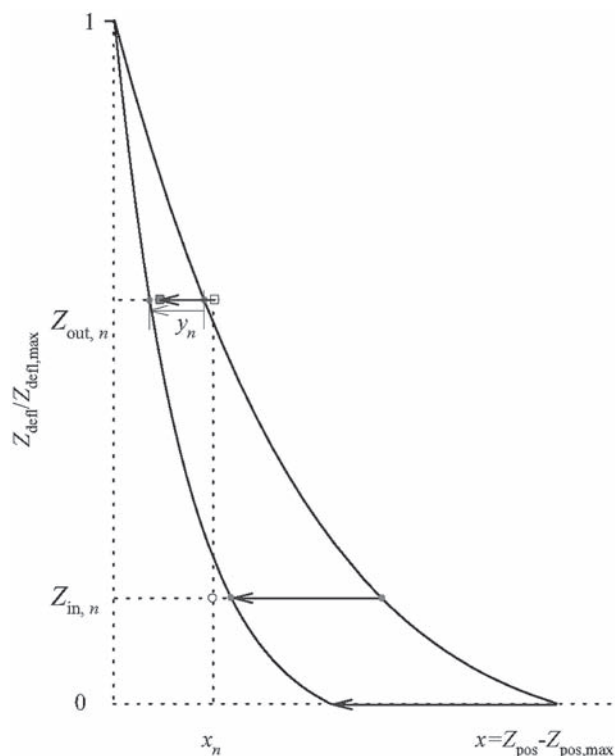


Рисунок 3 — Схема коррекции гистерезиса пьезосканера:
 ○ — экспериментальная (n -я) точка на кривой подвода;
 □ — экспериментальная точка на кривой отвода;
 ■ — скорректированная точка на несплошной кривой отвода;
 ● — точки на аппроксимационных (сглаженных) кривых подвода и отвода

консоли и определить нужную величину смещения кривой отвода вдоль оси Z_{pos} (в направлении кривой подвода), как это показано стрелками на рисунке 3. Именно эти сглаженные кривые используются для

определения коэффициентов модели (1), а затем и для вычисления по формуле (1) поправки ΔZ_{pos} (у на рисунках 3 и 4) при смещении x . Данная поправка учитывается при коррекции по формуле

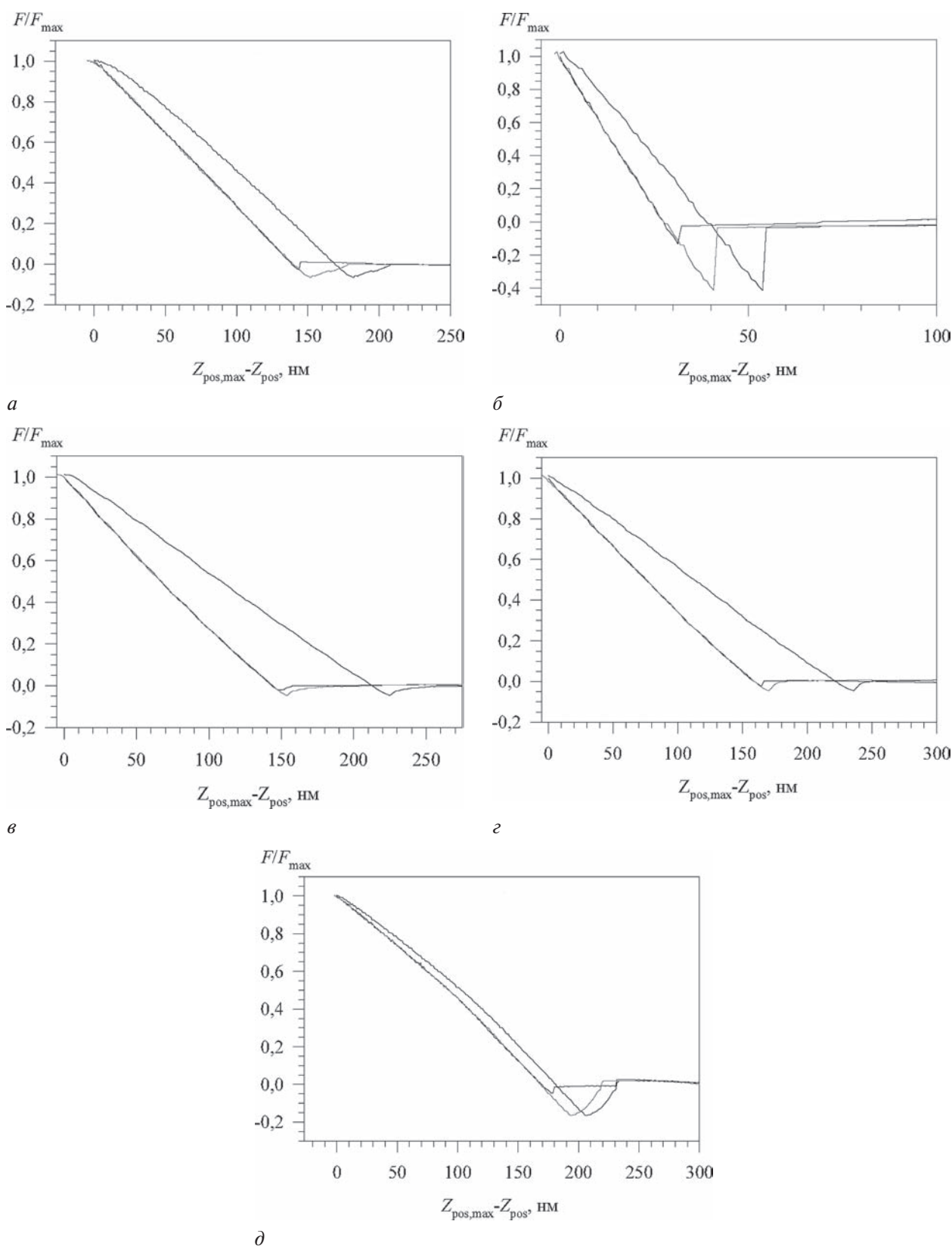


Рисунок 4 — Исходные и скорректированные с учетом гистерезиса пьезосканера кривые отвода для кремния (а) при задержке $t_0 = 20$ мс, слюды (б), эритроцита (в), тромбоцита (г) при $t_0 = 50$ мс и полисульфона (д) при $t_0 = 100$ мс

(3) экспериментальных значений координат $Z_{pos}^{(exp)}$ на кривой отвода образца.

На рисунке 3 не показаны области притяжения зонда к образцу на кривых подвода и отвода. В предлагаемой методике коррекции гистерезиса пьезосканера при определении коэффициентов a , b и c модели (1) из решения минимальной задачи (4) мы ограничиваемся лишь областью отклонений консоли выше линии нулевого уровня этих отклонений. Затем эти коэффициенты используются для вычисления смещения ΔZ_{pos} и последующей коррекции по формуле (3) точек адгезионной кривой, лежащих как выше, так и ниже нулевого уровня, вплоть до точки отрыва зонда от поверхности образца.

Рисунок 4 показывает результаты коррекции согласно модели (1) данных по кривым подвода и отвода для кремния, слюды, полисульфона, эритроцита и тромбоцита. Отметим, что исходные данные были получены с использованием двух пьезотрубок, консолей различной жесткости с наконечниками, имеющими радиусы закругления 30–60 нм. Сходные с рисунками 4 a и 4 d результаты наблюдаются также для кремния и полисульфона при задержках между измерениями в соседних точках от 20 до 100 мс. Рассогласование между скорректированными кривыми отвода и измеренными кривыми подвода зависит от величины вибрационных помех и обычно составляет менее 2 нм, за исключением нескольких точек вблизи максимального отклонения кантилевера, где ошибка может достигать 5–10 нм (при наличии нескомпенсированного крипа пьезотрубки, проявляющегося в скачкообразном увеличении величины силы выше предельного значения после изменения направления перемещения рабочей площадки).

Выводы. Предложенная методика программной коррекции позволяет производить совместную обработку кривых подвода и отвода рабочей площадки АСМ и может быть полезна в случаях малых величин внедрения при значительном влиянии адгезионных сил, а также для более надежного определения точки контакта и учета деформаций образца в области адгезионной петли в рамках модели ДКР или ДМТ.

Следует отметить, что параметру x можно поставить в соответствие промежутки времени от момента изменения направления перемещения рабочей площадки, а параметру c , характеризующему крутизну гистерезисной кривой и ее нелинейность — некоторое характерное время. Кроме того, модель (1) соответствует также структурно-механической модели Максвелла и описывает релаксацию деформации упруго-вязкого образца после его разгрузки, то есть несовпадение между кривыми подвода и отвода рабочей площадки может быть обусловлено не гистерезисом пьезосканера, а наличием у исследуемого образца вязких или пластических свойств.

Таблица — Параметры модели (1) для рассмотренных образцов

Образец (задержка, мс)	Параметры модели (1)		
	a , нм	b , нм	c , нм
Кремний (20)	6,81	31,9	60,53
Кремний (50)	9,69	39,6	67,66
Кремний (100)	12,9	42,6	71,45
Полисульфон (20)	6,03	43,4	113,2
Полисульфон (50)	3,69	29,2	108,3
Полисульфон (100)	2,57	13,5	72,34
Слюда (50)	2,22	15,0	22,28
Эритроцит (50)	7,53	126,0	199,0
Тромбоцит (50)	6,56	128,2	256,8

В рамках нашего исследования в пользу гипотезы о наличии гистерезиса пьезотрубки АСМ говорит отсутствие зависимости параметров a , b , c от времени задержки t_0 (таблица). Можно также ожидать, что при наличии одновременно и гистерезиса пьезотрубки и нелинейной упругости образца предложенный алгоритм окажется несостоятельным.

Список литературы

1. Андреева, Н.В. Физика и диагностика биомолекулярных систем. Исследование методами зондовой микроскопии / Н.В. Андреева, П.Г. Габдуллин. — С-Пб.: Изд-во Политех. ун-та, 2012.
2. Ricci, D. Recognizing and avoiding artifacts in AFM imaging / D. Ricci, P.C. Braga // In. Methods in Molecular Biology. — Vol. 242. Atomic Force Microscopy: Biomedical Methods and Applications / ed. P.C. Braga, D. Ricci. — New-York: Humana Press Inc., 2004. — Pp. 25–37.
3. Тимошенко, С.П. Теория упругости / С.П. Тимошенко; перевод с англ. Н.А.Шошина. — 2-е изд. — Л.: ОНТИ, 1937.
4. Johnson, K.L. Surface energy and the contact of elastic solids / K.L. Johnson, K. Kendall, A.D. Roberts // Proc. R. Soc. Lond. — 1971. — Vol. 324. — Pp. 301–313.
5. Derjaguin, B.V. Effect of contact deformations on the adhesion of particles / B.V. Derjaguin, V.M. Muller, Yu.P. Toporov // J. Colloid interface Sci. — 1975. — Vol. 53. — Pp. 314–326.
6. Maugis, D. Adhesion of spheres: the JKR-DMT transition using a Dugdale model / D. Maugis // J. Colloid interface Sci. — 1992. — Vol. 150. — Pp. 243–269.
7. Гаришин, О.К. Моделирование взаимодействия зонда атомно-силового микроскопа с полимерной поверхностью с учетом сил Ван-дер-Ваальса и поверхностного натяжения / О.К. Гаришин // Наносистемы: Физика, Химия, Математика. — 2012. — Т. 3. — С. 47–54.
8. Гаришин, О.К. Моделирование контактного режима работы атомно-силового микроскопа с учетом немеханических сил взаимодействия с поверхностью образца / О.К. Гаришин // Вычислительная механика сплошных сред. — 2012. — Т. 5, № 1. — С. 61–69.
9. Методические аспекты определения модуля упругости высокоэластичных материалов и биологических клеток методом силовой спектроскопии / Салем А.А. Мохаммед // Механика машин, механизмов и материалов. — 2015. — № 2(31). — С. 80–84.

MOHAMMED SALEM A.A.

Postgraduate Student

E-mail: salimalkobati11@mail.ru

Belarusian National Technical University, Minsk, Republic of Belarus

MELNIKOVA Galina D.Research Associate¹**МАКХАНИОК Aleksandr A., Cand. Phys.-Math. Sc.**Senior Researcher¹

E-mail: amakh@tut.by

CHIZHIK Sergey A., Academician, Dr. Techn. Sc., Professor

First Deputy Chairman of the Presidium of the NAS of Belarus

Presidium of the National Academy of Sciences of Belarus, Minsk, Republic of Belarus

KYZHEL Natalya S.Junior Researcher¹¹A.V. Luikov Heat and Mass Transfer Institute of the National Academy of Sciences of Belarus, Minsk, Republic of Belarus**THE METHOD OF CORRECTION HYSTERESIS PIEZOSCANNER ATOMIC FORCE MICROSCOPE**

The method of correcting software hysteresis piezoscanner atomic force microscope was proposed. The algorithm for correction was used for the samples of silicon, mica, polysulfone, and human erythrocytes, and platelets. It is shown that the proposed method can effectively eliminate the difference between the curves of supply and discharge of the working area due to piezo hysteresis and is valid for different delay times between measurements at neighboring points of these curves.

Keywords: piezo hysteresis, static force spectroscopy, the point of contact

References

1. Andreeva N.V., Gabdullin P.G. *Fizika i diagnostika biomolekuljarnyh sistem. Issledovanie metodami zondovoj mikroskopii* [Physics and diagnostics of biomolecular systems. Investigation probe microscopy methods]. Saint-Petersburg, Publ. Politeh. Univer., 2012.
2. Ricci D., Braga P.C. Recognizing and avoiding artifacts in AFM imaging In. *Methods in Molecular Biology. Atomic Force Microscopy: Biomedical Methods and Applications*. Humana Press Inc., New-York, 2004, vol. 242, pp. 25–37.
3. Timoshenko S.P. *Teorija uprugosti* [Theory of elasticity]. L., 1937.
4. Johnson K.L., Kendall K., Roberts A.D. Surface energy and the contact of elastic solids. *Proc. R. Soc. Lond.*, 1971, vol. 324, pp. 301–313.
5. Derjaguin B.V., Muller V.M., Toporov Yu.P. Effect of contact deformations on the adhesion of particles. *J. Colloid interface Sci.*, 1975, vol. 53, pp. 314–326.
6. Maugis D. Adhesion of spheres: the JKR-DMT transition using a Dugdale model. *J. Colloid interface Sci.*, 1992, vol. 150, pp. 243–269.
7. Garishin O.K. Modelirovanie vzaimodejstviya zonda atomno-silovogo mikroskopa s polimernoj poverhnost'ju s uchedom sil Van-der-Vaal'sa i poverhnostnogo natjazhenija [Modelling the interaction of the probe of an atomic force microscope with a polymer surface, taking into account of van der Waals forces and surface tension]. *Nanosistemy: Fizika, Himija, Matematika* [Nanosystems: Physics, Chemistry, Mathematics], 2012, vol. 3, pp. 47–54.
8. Garishin O.K. Modelirovanie kontaktnogo rezhima raboty atomno-silovogo mikroskopa s uchedom nemehaničeskikh sil vzaimodejstviya s poverhnost'ju obrazca [Simulation of the contact mode AFM based on non-mechanical strength of interaction with the sample surface]. *Vychislitel'naja mehanika sploshnyh sred* [Computational Continuum Mechanics], 2012, vol. 5, no. 1, pp. 61–69.
9. Mohammed Salem A.A., Mel'nikova G.B., Mahanjok A.A., Chizhik S.A. Metodicheskie aspekty opredelenija modulja uprugosti vysokojelastichnyh materialov i biologičeskikh kletok metodom silovoj spektroskopii [Methodological aspects of the modulus of elastomeric materials and biological cells by force spectroscopy measurement]. *Mehanika mashin, mehanizmov i materialov* [Mechanics of machines, mechanisms and materials], 2015, no. 2, pp. 80–84.