

Новая опция в Зондовой НаноЛаборатории ИНТЕГРА – Сканирующий нанотвердомер

Новая возможность, реализованная в ЗНЛ ИНТЕГРА посредством интеграции в нее сканирующего нанотвердомера – это измерение механических свойств (твердости и модуля упругости) твердых и сверхтвердых материалов, а также тонких пленок в субмикронном и нанометровом масштабе.

Реализация

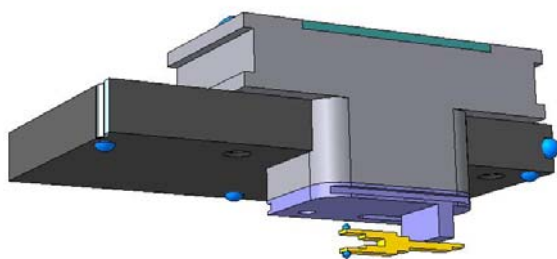


Рис.1. Внешний вид измерительного модуля нанотвердомера

Главной отличительной особенностью нового модуля является применение пьезорезонансного зондового датчика камертонной конструкции (рис.1 и 2) с высокой изгибной жесткостью консоли ($\sim 10 \times 10^4$ Н/м, что позволяет использовать зонды с жесткостью в 1000 раз выше, чем жесткость стандартных зондов). Это даёт возможность прикладывать достаточно большие нагрузки (до 10 г), необходимые для модификации

поверхности сверхтвердых материалов.

Оригинальная конструкция и принцип работы зонда позволяет различать вязкую и упругую составляющую силы взаимодействия между иглой зонда и поверхностью. Эта особенность позволяет различать твердую поверхность под вязким адсорбированным слоем и проводить измерения на открытом воздухе

без специальной подготовки образцов. Также возможно использование необычных для АСМ алмазных инденторов разных типов.

Перечисленные функциональные возможности существенно отличают данный модуль наноиндентации от существующих сегодня коммерческих аналогов.

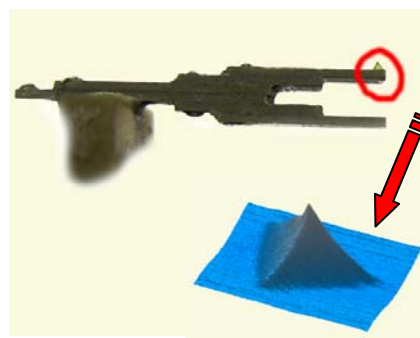


Рис.2. Пьезорезонансный зонд и инвертированное изображение отпечатка индентора.

Области применения

Уникальные возможности ИНТЕГРЫ, обусловленные оригинальностью конструкции, позволяют применять прибор как в тех областях, исследования в которых можно проводить с помощью наноинденторов и СЗМ, так и в областях, недоступных для исследования другими методами. В частности, за счет интеграции методов расширена область доступных для исследования объектов в сторону сверхвысоких твердостей и сверхмалых размеров (см. Рис. 3).

Объекты исследований, в основе которых лежат получаемые сегодня наноматериалы, лежат в области геометрических размеров x порядка 10^{-6} - 10^{-7} м и в области значений модуля упругости порядка 700-1000 ГПа. Как видно из рисунка 3, эта область доступна для исследования только с помощью ИНТЕГРЫ.

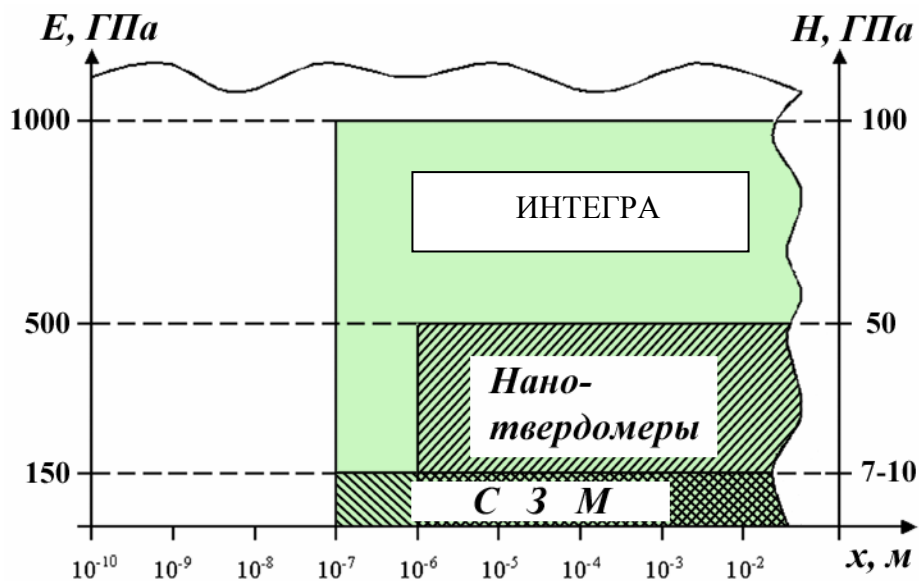


Рис. 3. Диапазон измеряемых значений механических параметров для различных приборов.

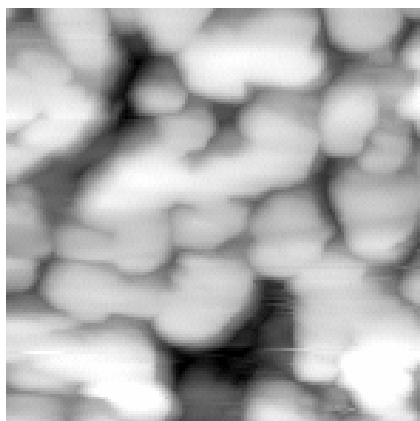
Сканирующий нанотвердомер в составе ИНТЕГРЫ применяется для исследований механических свойств и контроля качества поверхностей по следующим направлениям:

- Тонкие пленки и покрытия;
- Нанофазные и композитные материалы;
- Сверхтвердые материалы и сплавы;
- Алмазы и алмазные порошки;
- Поверхности для микроинженерии и микроэлектроники;

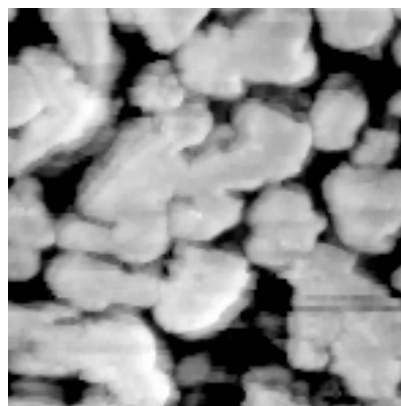
Все измерения производятся на открытом воздухе, без специальной вакуумной или термической обработки образцов.

Методы измерений

1. Получение изображения рельефа поверхности одновременно с измерением карт распределения упругих свойств.



Рельеф



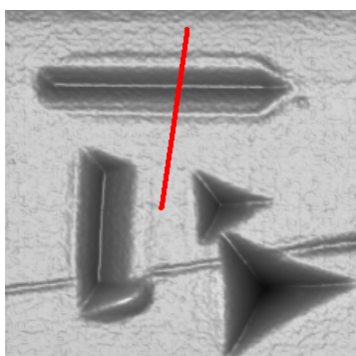
Модуль упругости

Рис. 4. Композит металл + фуллерит C₆₀.

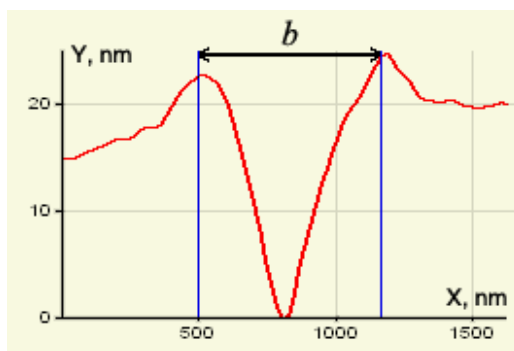
Средний размер зерна 0,4-0,8 μm. Размер изображения: 3,5 μm x 3,5μm x 50nm

2. Измерение твердости методом склерометрии с последующим сканированием поверхности в области индентирования.

Измерение твердости производится методом склерометрии (нанесение и анализ царапин). Значение твердости измеряется по сравнению с некоторым эталонным материалом, значение твердости для которого может быть измерено независимым способом.



Царапины и отпечатки



Определение ширины царапины



$$H = \kappa P / b^2$$

$$b_1 = b_2$$

$$H_1 = H_2 (P_1 / P_2)$$

Рис. 5. Измерение твердости методом склерометрии.

3. Измерение твердости методом динамического наноиндентирования

Метод измерения твердости основан на измерении и анализе зависимости нагрузки при вдавливании индентора в поверхность материала от глубины внедрения индентора. Этот метод называется методом динамического наноиндентирования.

Типичная для этого метода экспериментальная кривая в виде графика зависимости нагрузки (P) от глубины вдавливания (h) представлена на Рис. 5. Она состоит из двух частей, соответствующих процессу нагружения и разгрузки.

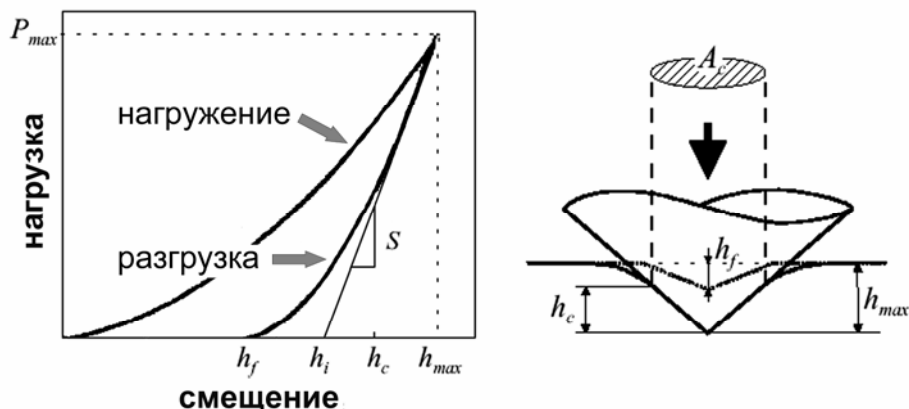


Рис. 6 Общий вид кривой нагружения, и схема контакта с обозначениями величин, используемых в методике расчета модуля упругости и твердости.

4. Измерение модуля упругости материалов.

Данный метод является неразрушающим и позволяет проводить корректные измерения модуля упругости в диапазоне абсолютных значений от 50 до 1000 ГПа по уникальной методике. При этом минимальный размер участка для измерений составляет порядка 200 нм. Новый метод позволяет корректно измерять модуль упругости пленок с минимальной толщиной 100-150 нм без привнесения влияния подложки.

Технические характеристики:

Методы измерений:	Контактный динамический метод (рельеф поверхности / карта распределения модуля упругости); (+ все возможные методики с использованием стандартных СЗМ-головок). Индентирование /склерометрия (с макс. нагрузкой до 10 гр.); Кривые подвода
Диапазоны нагрузок:	До 250 мН с разрешением от 0,1 мкН
Диапазоны измеряемых значений:	твердость: 1-100 ГПа модуль упругости: 50-1100 ГПа
Поле сканирования:	XY – до 100 мкм Z - до 15 мкм
Зондовый датчик:	Пьезорезонансный камертонного типа
Зонды:	Алмазные инденторы типа Берковича