# РАЗВИТИЕ СЗМ ПРИЛОЖЕНИЙ ДЛЯ ОЦЕНКИ ЛОКАЛЬНЫХ МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ПОВЕРХНОСТИ

С.А. Чижик, А.А. Суслов, В.В. Чикунов

Институт механики металлополимерных систем им. В.А. Белого НАН Б

### Введение

Сканирующая (C3M)зондовая микроскопия обладает особенностью, существенно отличающей ее от других видов микроскопии (оптической, электронной). В СЗМ измерения обусловлены, в первую очередь, физико-механическим взаимодействием острия зонда с поверхностью образца. При интерпретации данных, полученных в контактном и полуконтактном режимах атомно-силовой микроскопии (АСМ), не обойтись без привлечения решений контактной механики. Это имеет как негативные, так и позитивные последствия для развития метода. С одной стороны, трудности. связанные ограничениями механики контактного возникают С взаимодействия на микро- и наноуровне, с другой – предоставляется уникальная возможность получить информацию о локальных микромеханических свойствах материалов с высоким разрешением. Решение задачи полной количественной локальной характеризации микромеханических свойств имеет значительное научное и практическое значение для развития микроэлектромеханических систем (МЭМС) и наноматериаловедения и еще далеко от завершения.

В работе обсуждаются современные подходы к комплексной микромеханической характеризации неоднородных поверхностных слоев.

## Изображения контрастов в СЗМ

Наряду с первичными для СЗМ изображениями топографии, практически все современные модели сканирующих зондовых микроскопов позволяют получить дополнительно изображения контрастов на том же исследуемом участке. В зависимости от используемого режима сканирования, это различные карты поверхности. Например, изображение латеральных сил для контактного режима, изображение сдвига фазы для полуконтактного динамического режима, изображение магнитных сил в магнитно-силовом микроскопе и др. Разнообразие получаемых изображений велико и, по-видимому, далеко не исчерпано. Во многих случаях они позволяют получить даже более высокое разрешение в детализации структуры поверхности, чем пространственное изображение топографии.

При этом чаще всего изображения контраста дают нам информацию о неоднородности тех или иных свойств изучаемого объекта, которые не всегда связаны с микромеханической неоднородностью, как например в случае изображения магнитных сил. Однако, для латеральных сил (рис.1) и для изображений сдвига фазы при динамическом "обстукивании" образца (рис. 2) это контрасты обусловленны, в первую очередь, различием локальных механических свойств поверхности. Для первого из приведенных примеров изображение контраста (рис. 1б), полученное в контактном режиме сканирования, отражает различие сил трения, которое статическом обусловлено различием механических свойств локально образованных надмолекулярных структур в пленке лавсана. Во втором случае, фазовый контраст (рис. 26), полученный в полуконтактном динамическом режиме сканирования характеризует локальную микромеханическую неоднородность трибослоя на поверхности нитрида титана.

При этом извлечь количественные характеристики механической неоднородности из данных изображений контраста, например, построить карту модуля упругости, является чрезвычайно сложной и в большинстве случаев – неразрешимой задачей. Поскольку установить однозначную функциональную связь между силой трения или сдвигом фазы и модулем упругости до настоящего времени не удается, несмотря на значительные усилия исследователей в этом направлении [1-3].

#### Статическая и динамическая силовая спектроскопия

Оцифровка изображений, отражающих микромеханическую неоднородность поверхности возможна с помощью дополнительных измерений, которые позволяют выполнить количественные оценки в областях с различными свойствами. Традиционно, такими являются измерения зависимости силы взаимодействия острия зонда с поверхностью образца от расстояния между ними [4] (статическая силовая микроскопия). Приборы серии NANOSCOPE оснащены процедурой Force Volume, при которой возможно измерение force vs. distance curve в каждой точке изображения [5]. Следующим этапом оценок является теоретическая интерпретация, полученных изменений силы от расстояния и последующий расчет модуля упругости [6]. Важнейшим условием достоверности оценок является точная калибровка измерительной системы, в частности, измерение радиуса острия зонда и жесткости измерительной консоли.



Рис.1. СЗМ изображения поверхности пленки лавсана, полученные в режиме сканирования. a) топография, б) карта латеральных сил.



Рис. 2. СЗМ изображения поверхности трения TiN, полученные в полуконтактном режиме сканирования. а) топография, б) фаза.

Менее изученной, однако не менее перспективной является динамическая силовая спектроскопия, кода с поверхностью образца сближается осциллирующий зонд и в качестве информативной зависимости регистрируются изменения динамических параметров зонда (амплитуда, частота, фаза) от расстояния между острием и поверхностью образца. Данные зависимости могут характеризовать упругие, вязкоупругие и адгезионные свойства материала. Нами предпринята попытка использовать зависимость амплитуды от расстояния для оценки модуля упругости локальных областей поверхности имеющих различный контраст на изображении фазы [7,8]. На рис. 3 приведены результаты применения динамической силовой спектроскопии к характеризации неоднородной поверхности алмазоподобного покрытия на подложке из кремния.



Рис.3. Результаты динамической силовой спектроскопии для АПП. Зона А – неструктурированный углерод, В – кремний, С – АПП. а – экспериментальная зависимость амплитуда – расстояние, б) расчетная зависимость модуля упругости от глубины индентирования.

Актуальным является развитие методик силовой спектроскопии для слоистых систем [9], что связано с природной анизотропией механических свойств приповерхностных слоев, а также с развитием тонкопленочных технологий.

# Совместный анализ изображений топографии, микромеханического контраста и данных силовой спектроскопии

Формирование изображений в АСМ происходит при постоянном легком касании острием образца в контактном режиме сканирования и кратковременном более жестком их контактировании в полуконтактном режиме. При этом имеет место деформация в системе острие-образец, зависящая от локального модуля упругости образца и геометрии формируемого контакта в точке измерений. Особенно значительной погрешность является при сочетании в пределах одного скана областей материалов с сильно различающимися упругими свойствами. Располагая комплексной информацией (изображениями топографии, микромеханического контраста и данными силовой спектроскопии) можно произвести корректировку результатов измерения. Предлагается подход устранения погрешностей измерения высоты, связанных с дополнительным деформированием материала в контактном и полуконтактном режимах [7,10], основанный на решении задачи о контакте сфера-плоскость при балансе упругих элементов кантилевера и деформируемого материала в каждой точке изображения.

На рис. 4 представлены результаты применения предложенной методики к корректировке результатов измерения поверхности трения алмазоподобного покрытия, которая содержит значительно более мягкие пятна графитизации на вершинах выступов [11].

После корректировки изображение топографии позволяет отчетливо зарегистрировать пленочный характер образованных в процессе трения слоев графита.

#### Заключение

Количественная характеризация повехностей с точки зрения микромеханики является комплексной проблемой как по методам ее решения, так и по приложениям при проектировании контактных систем, нанокомпозитов, а также при интерпретации измерений неоднородных поверхностей в контактном и полуконтактном режимах сканирования.

Для более строгого решения поставленных задач потребуется создание более адекватных моделей статических и динамических взаимодействий в системе острие – образец и особенностей осцилляций кантилевера под их влиянием.



Рис. 4. Сравнение исходного изображения поверхности трения АПП (вверху) и измененного в результате корректировки (внизу).

#### Литература

- 1. Magonov S.N., Elings V., Whangbo M.-H., Phase imaging and stiffness in tapping-mode atomic force microscopy, Surf. Sci. Lett. 375 (1997) L385.
- 2. Tamayo J., García R. Effects of elastic interactions on phase contrast images in tapping-mode scanning force microscopy, Appl. Phys. Lett. 72 (1997) 2394.

- 3. Chizhik S.A., Ahn H.-S., Suslov A.A., Kovalev A.V., Kim C.-H., Mechanisms of phase contrast in tapping mode atomic force microscopy//Physics of Low-Dimensional Structures, 2001,#3/4, p. 39-46.
- 4. Burnham N, Colton R.J., Measuring the nanomechanical properties and surface forces of materials using an atomic force microscope, J.Vac. Sci. Technol. A7 (1989) 2906-13.
- 5. www.di.com
- Chizhik S.A., Huang Z., Gorbunov V.V., Myshkin N.K. and Tsukruk V.V., Micromechanical properties of elastic polymeric materials as probed by scanning force microscopy, Langmuir 14 (1998) 2606-09.
- Chizhik S. A. Deformation effects in hard tapping mode AFM and artifacts in height measurement of heterogeneous materials // Proc. Int. Workshop 'Scanning Probe Microscopy - 2002', Nizhny Novgorod, March 3–6, 2002, P. 40–42.
- Чижик С. А., Матюхина Т. Г., Ковалев А. В., Чикунов В. В., Парамонов М. В. Оценка упругих свойств высокоэластичных материалов методом атомно-силовой микроскопии // XIX Российская конференция по электронной микроскопии: Тезисы докладов. Черноголовка, 28-31 мая 2002. – С. 126.
- 9. Tsukruk V. V., Sidorenko A., Gorbunov V. V., Chizhik S. A. Surface Nanomechanical Properties of Polymer Nanocomposite Layers // Langmuir 2001, 17, pp. 6715–6719.
- Shasholko D. I., Suslov A. A., Chizhik S. A. Joint analysis of topography and contrast SPMimages with the software package SurfaceView // Proc. Int. Workshop 'Scanning Probe Microscopy – 2002', Nizhny Novgorod, March 3–6, 2002, P. 252–254
- Ahn H.-S., Chizhik S. A., Dubravin A. M., Kazachenko V. P., Popov V. V. Application of phase contrast imaging atomic force microscopy to tribofilms on DLC coatings // Wear 249 (2001) 617–625.