

УДК 531.7
PACS 07.05.Kf

Исследование взаимодействия наноиндентора с эластомером с помощью динамической модели движения зонда

Р. И. Изюмов^{a,b}, А. Ю. Беляев^{a,b}, О.К. Гаришин^a

^a ИМСС УрО РАН, 614013, Пермь, ул. Академика Королева, 1

^b ПГНИУ, 614990, Пермь, ул. Букирева, 15

email: izumov@icmm.ru

Исследование наполненных эластомеров с помощью методов атомно-силовой микроскопии является перспективным, эффективным и информативным способом изучения структуры материалов на микро- и наноуровне, их локальных механических свойств. Она позволяет с очень хорошим пространственным разрешением получать в режиме наноиндентирования характеристики приповерхностного слоя. Однако для расшифровки получаемых микроскопом данных необходимо иметь модель индентирования, адекватную масштабу исследования и специфике материала. Распространенные модели индентирования основаны на упругой модели Герца и являются её в той или иной степени усложнённой версией за счёт рассмотрения сил различной природы (адгезионные силы, нелинейные свойства исследуемого материала, вязкоупругое поведение, неровности поверхности, капиллярные явления). Используемые в настоящее время модели взаимодействия наноиндентора и поверхности образца требуют уточнения и дополнения. Предлагается учесть в разрабатываемой модели ранее не принимавшиеся во внимание факторы, связанные с особенностями проводимых экспериментов, рассматриваемых масштабов и материалов (поверхностное натяжение, силы Ван-дер-Ваальса, геометрическая нелинейность, инерционные эффекты, связанные с большой скоростью индентации, динамической реакции материала на удар, отскок зонда при контакте с поверхностью образца). В работе представлены результаты исследования динамического поведения наноиндентора с помощью численной модели. Объектом моделирования является абсолютно жесткий зонд с эффективной жесткостью k и эффективной массой m . Движение зонда описывается вторым законом Ньютона. Параметры численной модели подобраны с учётом экспериментальных данных. Разработанная модель адекватно описывает движение зонда в процессе наноиндентирования эластомерного материала, а результаты моделирования хорошо согласуются с реальными экспериментальными данными.

Ключевые слова: атомно-силовая микроскопия; наноиндентирование; эластомеры; поверхностные эффекты; динамическая модель

Поступила в редакцию 25.03.2019; принята к опубликованию 08.07.2019

Investigation of the interaction of nanoindenter with elastomer using a dynamic model of probe movement

R. I. Izyumov^{a,b}, A. Yu. Belyaev^{a,b}, O. K. Garishin^a

^a ICMM UB RAS, Perm, Korolev St., 1, 614013, Perm

^b Perm State National Research University, Bukireva St. 15, 614990, Perm

email: izumov@icmm.ru

The study of filled elastomers using atomic force microscopy methods is a promising, effective and informative way of studying the structure of materials at the micro and nanolevel, and its lo-

cal mechanical properties. It allows obtaining characteristics of the surface layer with a very good spatial resolution in a nanoindentation mode. However, in order to process the data obtained by a microscope, it is necessary to have an indentation model that is adequate to the scale of the research and the specifics of the material. Common indentation models are based on the Hertz elastic model and are its complicated version due to consideration of forces of different nature (adhesive forces, nonlinear properties of the material under study, viscoelastic behavior, surface irregularities and capillary phenomena). The currently used models of interaction between the nanoindenter and the sample surface require clarification and addition. It is proposed to consider in the developed model factors not previously taken into account related to the peculiarities of the experiments conducted, considered scales and materials (surface tension, van der Waals forces, geometric nonlinearity, inertial effects associated with high speed indentation, dynamic response of the material to the impact, probe rebound upon contact with the sample surface). The paper presents the results of studying the dynamic behavior of a nanoindenter using a numerical model. The object of the simulation is an absolutely rigid probe with effective stiffness k and effective mass m . The movement of the probe is described by Newton's second law. The parameters of the numerical model are selected based on experimental data. The developed model adequately describes the movement of the probe in the process of nanoindentation of the elastomeric material, and the simulation results are in good agreement with the real experimental data.

Keywords: atomic force microscopy; nanoindentation; elastomers; surface effects; dynamic model

Received 25.03.2019; accepted 08.07.2019

doi: 10.17072/1994-3598-2019-2-46-54

1. Введение

В настоящее время для усиления эластомерных материалов широко используются такие современные наполнители, как наноалмазные частицы, графеновые, многослойные углеродные нанотрубки, белая сажа. Для них подробно изучено и описано как само явление усиления, там и множество связанных с ним эффектов. Можно выделить такие специфические эффекты, как способность размягчаться под статической нагрузкой (эффект Патрикеева–Маллинза), что экспериментально проявляется как возникновение петли гистерезиса на графике последовательных циклов нагружения-разгрузки, а также зависимость вязкоупругих свойств от амплитуды приложенной деформации в условиях циклического нагружения (эффект Пейна). Предложен ряд гипотез для объяснения причин формирования подобных особенностей поведения наполненных эластомеров: изменение связей молекул связующего либо связей наполнителя и связующего; взаимные перемещения, скольжения полимерных цепочек; перестройка, разрушение структуры наполнителя.

Полного описания механизма модификации свойств композита на сегодняшний день нет. Однозначно можно утверждать, что частицы наполнителя взаимодействуют со связующим, локально влияя на его параметры.

Авторы придерживаются предположения, которое допускает наличие некоторой зоны вокруг частиц, в которой связующее изменяет свои механические характеристики по мере приближения к поверхности наполнителя. Объяснением формирования так называемого связанного каучука может

служить явление адсорбции полимерных цепей на поверхность частиц и возникновение между полимером и частицами прочной связи. Есть работы, косвенно подтверждающие существование подобной переходной области вокруг частиц наполнителя, например, исследования с помощью электронной просвечивающей микроскопии, сканирующей электронной микроскопии, других видов экспериментов (рентгеноструктурный анализ, ядерный магнитный резонанс) [1, 2]. Изменение свойств связующего может быть существенным на расстоянии вплоть до 2 нм от поверхности частицы и постепенно исчезать далее 10 нм.

Изучение прилежащих к частицам наполнителя слоев наполнителя и регистрацию локальных изменений механических свойств материала на наномасштабах можно осуществить с помощью атомно-силовой микроскопии в режиме наноиндентирования. За прошедшее время было разработано множество моделей взаимодействия зонда и поверхности исследуемого материала, построение которых отталкивалось от простой упругой модели Герца путём усложнения, рассмотрения сил различной природы (адгезионные силы, электростатические силы, вязкоупругое поведение, неровности поверхности, капиллярные явления) [3–14]. Однако в ходе предварительного анализа стандартных методик обработки данных атомно-силовой микроскопии был выявлен ряд недоработок, не позволяющих получать результаты сканирования с высоким качеством и надежностью:

– в процессе сканирования большого массива точек вертикальная компонента движения зонда может иметь относительно высокие скорости и ускорения. Однако в распространённой стандарт-

ной методике обработки данных применяется квазистатический подход при использовании модели индентирования зонда для вычисления механических характеристик материала;

– распространенное на практике решение задачи Герца об упругом контакте двух сфер в случае исследования наноиндентирования эластомеров будет давать существенные погрешности ввиду невыполнения установленных в этой задаче допущений (малые деформации, плоский контакт);

– необходимость учёта поверхностных эффектов (силы Лапласа, Ван-дер-Ваальса и пр.) объясняется рассматриваемым нанометровым масштабом, на котором возникающие от этих эффектов силы могут быть соизмеримы с основными упругими реакциями кантилевера и поверхности образца.

2. Построение модели

Кантилевер АСМ представляет собой массивное основание, к которому жёстко прикреплена балка (её собственно и принято называть кантилевером). На конце кантилевера находится игла (зонд), которая взаимодействует с образцом (рис. 1).

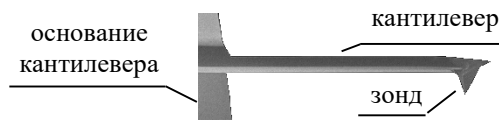


Рис. 1. Фотография кантилевера АСМ

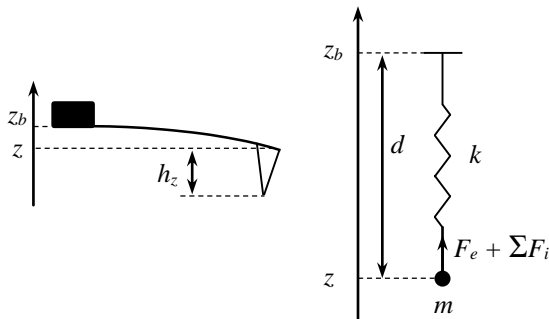


Рис. 2. Схематичная иллюстрация кантилевера и его модели: z_b – положение кантилевера, z – положение зонда

Для проведения экспериментов с помощью атомно-силовой микроскопии необходимо иметь следующие данные о кантилевере: собственная колебательная частота f_0 и жёсткость k кантилеверов примерно указываются производителем и определяются точно в ходе калибровки с помощью стандартных методик [15, 16]. На микроскопе NTEGRA Prima, производитель NT-MDT, для определения собственной частоты используется встроенная в программное обеспечение стандартная методика поиска резонансной частоты. Для определения жёсткости зонда используется метод Садера [17, 18], который требует дополнительной информации о геометрических параметрах канти-

левера (длина и ширина), которая также предлагается производителем либо определяется методами оптической микроскопии.

При построении модели кантилевер атомно-силового микроскопа рассматривается как пружинный маятник с жёсткостью k и эффективной массой m (рис. 2).

В качестве базовых характеристик модели кантилевера были приняты типичные значения кантилеверов модели CSG30 [19]: собственная частота $f_0 = 48$ кГц, жёсткость $k = 0.6$ Н/м. Приведённая масса определялась с помощью известного выражения для собственной частоты пружинного маятника:

$$f_0 = \frac{1}{2\pi} \sqrt{\frac{k}{m}}. \quad (1)$$

Движение зонда, согласно второму закону Ньютона, описывается уравнением:

$$m \frac{d^2 z}{dt^2} = F_e + \Sigma F_i, \quad (2)$$

где F_e – сила, связанная с упругими характеристиками зонда, ΣF_i – внешние силы, связанные с взаимодействием зонда и образца.

Упругая сила F_e выделена в отдельную группу как проявление внутренних параметров кантилевера. Это сила возникает при отклонении зонда от положения равновесия на величину d , которую можно вычислить как разницу между положением зонда (z) и кантилевера (z_b) (рис. 2):

$$F_e = -k(z - z_b). \quad (3)$$

Для удобства под понятием «положение кантилевера» будем понимать «положение основания кантилевера».

Поскольку жёсткость зонда существенно превышает жёсткость исследуемого образца, допустимо рассматривать зонд как абсолютно жёсткое тело. Тогда его положение можно определять любой его точкой, в качестве которой, для определённости, примем основание зонда (совпадает с концом кантилевера).

В качестве начальных условий устанавливается заданное неподвижное положение $[z, dz/dt]_0 = [z_0, 0]$.

Положение кантилевера является функцией от времени $z_b = z_b(t)$ и определяется экспериментатором через параметры в рамках реализованной производителем АСМ схемы движения зонда в процессе индентирования. При работе на микроскопе NTEGRA движение определяется через задание полного времени индентирования (T), высоты (h_0), на которую поднимется зонд после индентации и силы индентирования (F_i). Эксперимент начинается с предварительного внедрения в образец в автоматическом режиме до достижения заданной силы. Этому уровню присваивается нулевое значение положение кантилевера ($z_b=0$). Далее зонд поднимается на заданную высоту ($z_b=h_0$). После этого начинается прямой ход индентирования

до достижения глубины F_i , при этом основание кантилевера проходит точно заданное расстояние h_0 . Завершается индентирование обратным ходом с подъемом на высоту $z_b=h_0$. Скорость движения определяется как $2h_0/T$.

При построении модели в данной работе была рассмотрена первоначальная часть схемы движения кантилевера, состоящая из этапа начального неподвижного состояния, этапа подвода с внедрением, этапа неподвижного состояния, этапа подъёма на заданную высоту.

3. Взаимодействие зонда с образцом

3.1. Упругая реакция образца на внедрение зонда

В нашем случае представляет интерес учитывать нелинейно-упругое поведение материала образца, которое можно описать с помощью Нео-Гукового упругого потенциала

$$w = C_{Tr}(\text{tr}\mathbf{B} - 3), \quad (4)$$

где C_{Tr} – упругая константа Трелоара, \mathbf{B} – левый тензор Коши-Грина.

В работе [20] с помощью конечно-элементного моделирования показано, что значительное отличие решения по модели Герца и Нео-Гука проявляется уже в случае, когда глубина внедрения зонда превышает значение радиуса кончика зонда более чем в 0.4 раза.

Таким образом, для описания упругого взаимодействия зонда с образцом используем выражение (получена в работе [20], формула (2))

$$F_s = k_s(h_z - z)^{1.3}, \quad z < h_z, \quad (5)$$

где h_z – расстояние от основания зонда до его кончика, $(h_z - z)$ – глубина вдавливания, k_s – упругая константа $k_s = 8.6C_{Tr} R^{0.7}$. Допускаем, что поверхность образца не поднимается выше уровня $z=0$. Также допускаем, что, ввиду незначительности отклонения зонда по сравнению с длиной кантилевера, проекция отрезка h_z на вертикальную ось остаётся неизменной в процессе индентирования.

3.2. Сила поверхностного натяжения

В процессе индентирования происходит образование криволинейной поверхности контакта образца с зондом. Такая поверхность имеет соответствующую форме кончика зонда кривизну, что вызывает появление поверхностных сил, стремящихся разгладить поверхность и, следовательно, противодействующих внедрению зонда. Это явление описывается формулой Лапласа

$$\Delta p = \sigma \left(\frac{1}{r_1} + \frac{1}{r_2} \right), \quad (6)$$

где Δp – перепад давления на границе раздела, r_1 и r_2 – радиусы кривизны двух взаимно перпендикулярных нормальных сечений к поверхности в дан-

ной точке, σ – коэффициент поверхностного натяжения.

Согласно выкладкам работы [20] форму зонда можно представить в виде усечённого конуса и шарового сегмента на его вершине.

Проинтегрировав формулу (6) по поверхности контакта, можно получить аналитическое выражение для зависимости F_L от глубины вдавливания u :

$$F_L = 2\pi\sigma \begin{cases} 2u - \frac{u^2}{R}, & u < h_s, \\ 2h_s - \frac{h_s^2}{R} + \frac{A}{B^2}(u - h_s) \sin \alpha \operatorname{tg} \alpha, & u \geq h_s, \end{cases}$$

$$h_s = R(1 - \sin \alpha),$$

$$A = \frac{\operatorname{tg} 2\alpha}{2 \cos \alpha},$$

$$B = \sqrt{\frac{2 \operatorname{tg} \alpha}{\cos \alpha} A \left(1 + A \sin \alpha - \frac{A^2}{\cos^2 \alpha} \right)}, \quad (7)$$

где α – половинный угол раскрытия конусной части зонда, h_s – высота шарового сегмента, глубина вдавливания $u = h_z - z$, $z < h_z$.

3.3. Сила межмолекулярного взаимодействия

Для расчёта силы межмолекулярного взаимодействия (Ван-дер-Ваальса) используется потенциал Леннарда-Джонса

$$U(r) = U_0 \left\{ \left(\frac{r_0}{r} \right)^{12} - 2 \left(\frac{r_0}{r} \right)^6 \right\}, \quad (8)$$

где r_0 – равновесное расстояние между атомами, U_0 – значение энергии в своём минимуме. Общая энергия получается путём суммирования всех элементарных взаимодействий для каждого атома зонда и образца:

$$U_{PS} = \int_{V_P} \int_{V_S} U(|r_P - r_S|) n_P(r_P) n_S(r_S) dV_P dV_S, \quad (9)$$

где n_P и n_S – плотности атомов в материале зонда и образца, r_P – радиус-вектор точек, принадлежащих зонду, r_S – образцу, V_P и V_S – объёмы зонда и образца.

При расчёте сил Ван-дер-Ваальса можно пренебречь (как показано в работе [20]) взаимодействием поверхности образца с конусной частью зонда. Можно рассматривать взаимодействие образца только с кончиком зонда. Если рассматривать случай, когда действуют только притягивающие силы, получим формулу

$$F_{VW} = K_{PS} \frac{\pi^2 h_s^2 (R h_s + 3R u - h_s u)}{6 u^2 (h_s + u)^3}, \quad (10)$$

где K_{PS} – константа взаимодействия, u – расстояние между кончиком зонда и поверхностью образца, $h_s = R(1 - \sin \alpha)$ – высота шарового сегмента.

4. Основные параметры модели

В табл. 1 внесены все параметры модели.

Табл. 1. Параметры задачи

Параметры движения кантилевера		
t_0	Завершение неподвижного состояния	0.01 с
t_1	Завершение опускания	Расчёт
t_2	Завершение неподвижного состояния	0.03 с
t_3	Завершение подъёма	0.04 с
SP	Максимальное отклонение	3-45 нм
h_0	Высота подъёма с нижнего положения	300 нм
z_0	Начальное положение над образцом	200 нм
v_0	Начальная скорость	0
Параметры кантилевера		
f_0	Собственная частота	48 кГц
k	Жёсткость	0.6 Н/м
m	Эффективная масса, $k/(2\pi f_0)^{0.5}$	Расчёт
R	Радиус кончика зонда	10 нм
h_z	Высота зонда	150 нм
α	Половинный угол раскрытия зонда	20°
h_s	Высота шарового сегмента, $R(1-\sin \alpha)$	Расчёт
Параметры материала образца		
E	Начальный модуль упругости	20 МПа
ν	Модуль Пуассона	0.5
G	Модуль сдвига, $E/(2(1+\nu))$	Расчёт
C_{Tr}	Константа Трелоара, $G/2$	Расчёт
C_S	Коэфф. силы упругости F_S , $8.6C_{Tr}R^{0.7}$	Расчёт
σ	Коэффициент поверхностного натяжения	30 мН/м
Kps	Коэфф. межмолекулярн. взаимодействия	0.01 Н-м

5. Результаты моделирования

Решение задачи о движении зонда проводилось численно с использованием программы MATLAB.

Движение зонда описывается уравнением:

$$m \frac{d^2 z}{dt^2} = F_e + F_S + F_L + F_{VW}, \quad (11)$$

где m – эффективная масса зонда, F_e – сила, связанная с упругими характеристиками зонда, F_S – сила упругого взаимодействия зонда с образцом, F_L – сила поверхностного натяжения, F_{VW} – силы межмолекулярного взаимодействия (Ван-дер-Ваальса).

Чтобы показать влияние рассматриваемых факторов, компоненты внешней силы вносились в модель по отдельности.

На рис. 3 представлен график заданного перемещения кантилевера (пунктирная линия) для случая, в котором учитывалась только сила упругой реакции поверхности F_S .

На графике обозначено:

- t_0 – завершение этапа начального неподвижного состояния. Кантилевер находился на заданной произвольной высоте над образцом $z_{b0} = z_b(0) = 200$ нм;

- t_0-t_1 – этап подвода с внедрением. Обратная связь контролировала значение отклонения зонда $d(t) = z_b(t) - z(t)$ и останавливала процесс внедрения при достижения заданного отклонения зонда

$d = 40$ нм (сила внедрения при этом равна $F = k \cdot d = 24$ нН);

- t_1-t_2 – этап неподвижного состояния;
- t_2-t_3 – этап подъёма на заданную высоту $h_0=300$ нм. Отсчитывается от положения кантилевера в момент времени t_2 , т.е. $z_b(t_3) = z_b(t_2) + h_0$;
- t_c – момент, в который произошло касание образца кончиком зонда.

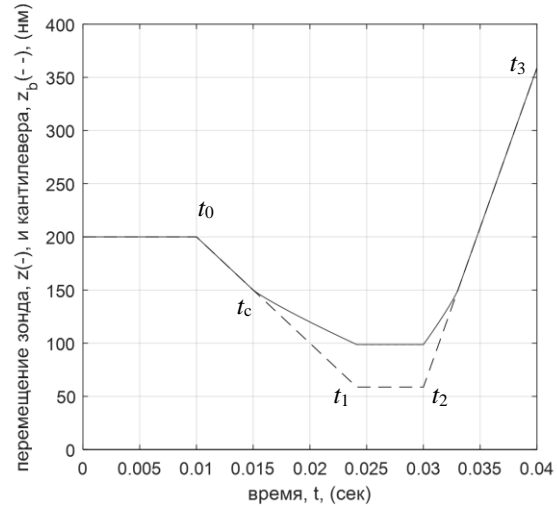


Рис. 3. График зависимости положения кантилевера (пунктир) и зонда (сплошная линия) от времени в процессе индентирования: t_1 – моменты завершения этапов движения. Учитывается только сила упругой реакции поверхности F_S

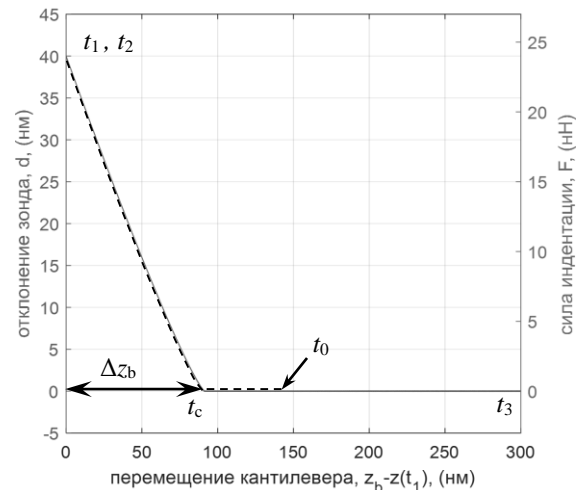


Рис. 4. График зависимости отклонения зонда и силы индентации от перемещения кантилевера. Ввиду отсутствия гистерезиса прямой ход (пунктир) и обратный (сплошная линия) идеально накладываются друг на друга. Учитывается только сила упругой реакции поверхности F_S

На рис. 4 представлен график изменения отклонения зонда в процессе индентирования. Гра-

фик сдвинут влево вдоль оси “перемещения кантилевера” так, чтобы положение кантилевера в момент времени t_1 (т.е. в самом нижнем положении, см. рис. 3) имело нулевое значение.

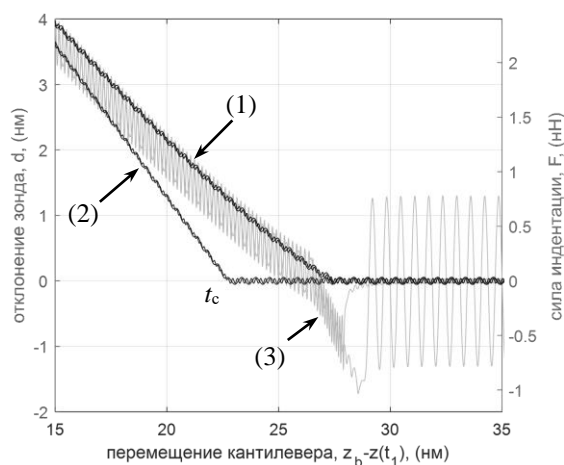


Рис. 5. График зависимости отклонения зонда и силы индентации от перемещения кантилевера: 1 – модель без F_L и F_{VW} , 2 – в модель добавлена только F_L , 3 – в модель добавлена только F_{VW}

На рис. 5 сведены на одном графике зависимости отклонения зонда от перемещения кантилевера для трёх случаев: когда в модели нет сил поверхностного натяжения и Ван-дер-Ваальса, с добавлением только сил поверхностного натяжения F_L и с добавлением только сил Ван-дер-Ваальса F_{VW} . Это увеличенный фрагмент графика в области касания зонда поверхности для заданного значения максимального отклонения $d=10$ нм.

Из рис. 5 видно, что добавление в модель сил различной природы значительно меняет поведение зонда. На основе проведенного анализа вычислены зависимости глубины внедрения от приложенной силы для трёх модельных случаев (табл. 2). Для вычисления глубины внедрения u необходимо вычислить разницу между перемещением кантилевера от момента касания до момента остановки $\Delta z_b = z(t_c) - z(t_1)$ и отклонением зонда в момент времени $d(t_1)$ $u = \Delta z_b - d(t_1)$ (рис. 4). Эти же значения представлены на рис. 6.

Табл. 2. Результаты вычисления глубины индентации

Глубина (u, нм)	Сила индентации (F), нН				
	1.8	3	6	15	27
(1) - нет F_L и F_{VW}	6.9	10.4	17.6	35.7	56.8
(2) - F_L	3.4	5.9	12.8	30	49.2
(3) - F_{VW}	6.88	9.6	16.9	35.6	55.9
(1)/(2), %	202.9	176.6	137.6	119	115.4
(1)/(3), %	100.6	107.6	104.3	100.3	101.6

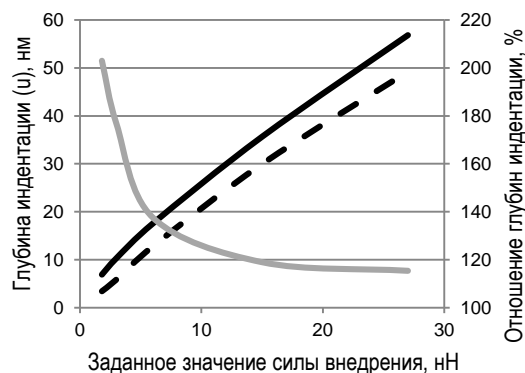


Рис. 6. График зависимости глубины индентации от приложенной силы для двух модельных случаев: с силами поверхностного натяжения (пунктир) и без (сплошная линия). Серая линия – отношение двух зависимостей в процентах

На малых глубинах внедрения, которых чаще всего стремятся добиться в экспериментах по наноиндентированию, проявление сил поверхностного натяжения может значительно изменить результат моделирования. Так, на глубинах до 30–40 нм, что соответствует 3–4 радиусам кончика зонда, учёт поверхностного натяжения даёт поправку в 20–200% от значения глубины для заданной силы внедрения.

Учёт сил Ван-дер-Ваальса позволяет наблюдать в численных экспериментах «скачок» зонда к образцу на прямом ходе и «прилипание» на обратном. Проявление данных сил достаточно мало (не более 10%) для влияния на получение прочностных характеристик образца, однако может внести свой вклад при анализе адгезионных сил на поверхности образца.

6. Сравнение с экспериментом

Для согласования результатов моделирования с экспериментальными данными был проведён подбор параметров численной модели, ориентируясь на реальные кривые индентирования. Кривые индентирования получены авторами при исследовании полиуретана (форполимер уретановый на основе простого полиэфира; сшивающий агент: отвердитель (МОКА) и пластификатор (полифурит)). Образцы были изготовлены методом заливки со свободной поверхностью, позволяющим получать ровную поверхность для исследования. Фазовый портрет поверхности показал, что материал обладает удовлетворительной однородностью на исследуемом масштабе. Работа проводилась на атомно-силовом микроскопе NTEGRA Prima производства NT-MDT. Для исключения влияния дефектов и наклонов поверхности производилось её предварительное сканирование в полуконтактном режиме, после чего для индентирования выбира-

лись максимально горизонтальные и однородные области. При сканировании и индентировании использовались зонды серии CSG30, производитель Tipsnano [19]. Параметры зонда и эксперимента, принятые также и для модели, приведены в разделе 4 (табл. 1).

На рис. 7 представлено сравнение экспериментальных данных и результатов моделирования при больших временах индентирования (>20 с). Как видно, при малых начальных скоростях зонд практически не совершает колебаний, с чем хорошо согласуется поведение модели. Если время индентирования уменьшить на порядок (<1 с) динамические эффекты будут проявляться значительно (рис. 8).

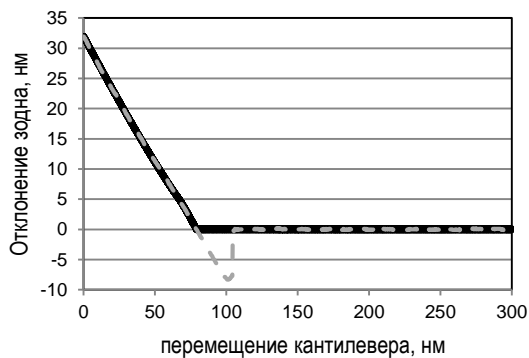


Рис. 7. График зависимости отклонения зонда от перемещения кантилевера. Серый пунктир — экспериментальные данные наноиндентирования. Чёрная линия — модель, учитывающая только силы поверхностного натяжения F_L , $SP=39.94$, начальный упругий модуль $E=14$ МПа

На рис. 8 показан процесс индентирования при продолжительности эксперимента 1 с. Колебательные процессы в данном случае очень выражены на этапе подвода зонда к образцу (на графике — от 300 нм до ~ 100 нм по оси X), а также заметны на этапе внедрения зонда в материал (на графике — наклонная линия в диапазоне от 0 до ~ 100 нм по оси X).

Наблюдаемые в расчете колебания зонда связаны с тем, что в модель не был введен источник диссипации, описывающий вязкость среды, вследствие чего колебания, возникшие в начале движения, не способны затухнуть ни в воздушной среде, ни при внедрении в образец. Как видно из рис. 8 (серый пунктир), реальное движение зонда в воздушной среде в пределах одного индентирования сопровождается колебательным процессом, который с достаточно высокой степенью достоверности можно назвать незатухающим (столь большие времена затухания для моделирования реального эксперимента не актуальны).

На этапе внедрения зонда в материал в реальном эксперименте колебания не наблюдаются, что

вызвано наличием источников диссипации различной природы. Такими источниками могут быть: вязкое поведение материала образца, адсорбированного слоя на поверхности образца, трение в области контакта зонда и образца и прочие явления, сопровождающиеся превращением кинетической энергии зонда в тепловую. Можно допустить существование другого механизма диссипации, при котором часть кинетической энергии зонда затрачивается в процессе формирования новых и изменения прежних поверхностей и, соответственно, изменения поверхностной энергии. Этот механизм взаимодействия будет являться дальнейшим развитием модели, поскольку, как упоминалось ранее, для нанометровых масштабов это является актуальным явлением.

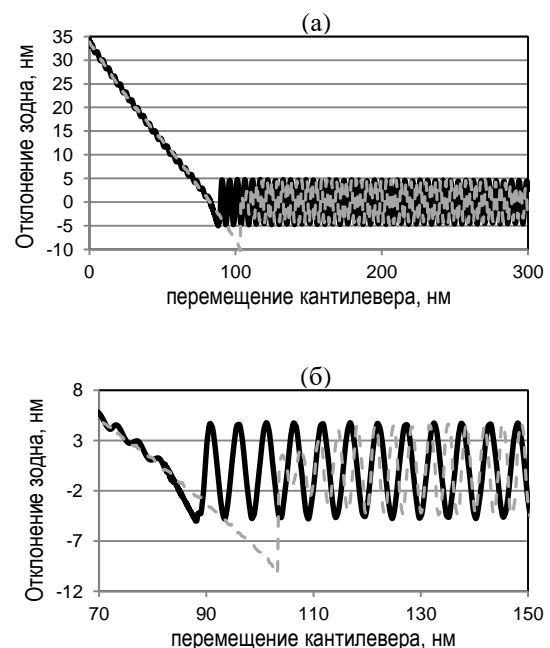


Рис. 8. Зависимости отклонения зонда от перемещения кантилевера: а — полный график, б — акцентом на моменте контакта. Серый пунктир — экспериментальные данные наноиндентирования. Чёрная линия — модель, учитывающая силы поверхностного натяжения F_L и силы Ван-дер-Ваальса F_{vw} , $SP=34.25$, начальный упругий модуль $E=14$ МПа

7. Выводы

В результате проведенных работ была разработана динамическая модель движения зонда атомно-силового микроскопа, учитывающая особенности проводимых экспериментов, влияние поверхностных эффектов, проявляющихся на рассматриваемых нанометровых масштабах, специфику изучаемых материалов и их взаимодействия с зондом.

Полученные данные моделирования подтверждают предположение о существенном влиянии

поверхностных явлений на результат численного моделирования. Следовательно, применение модели, не учитывающей данные факторы, будет давать значительные погрешности при анализе с её помощью экспериментальных данных наноиндентирования.

В данной работе показано, что разработанная модель адекватно описывает движение зонда в процессе наноиндентирования эластомерного материала, а результаты моделирования хорошо согласуются с реальными экспериментальными данными (рис. 7 и 8). Используемые в модели параметры отражают реальные характеристики существующих, материалов, кантилеверов, экспериментальных установок и их принципиальных схем работы.

Для развития модели планируется внести в неё компоненту, отвечающую за диссипацию колебательной энергии. Также планируется рассмотреть зонд как параболоид, что должно устранить проблему, которая возникает при подборе наиболее подходящего радиуса шарового сегмента, как аппроксимацию формы кончика зонда.

Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ в рамках научного проекта № 18-31-00418 мол_а.

Список литературы

- Ikeda Y., Kato A., Shimanuki J., Kohjiya S., Tosaka M., Poompradub S., Toki S., Hsiao B. S. Nano-structural elucidation in carbon black loaded NR vulcanizate by 3D-TEM and in situ WAXD measurements // *Rubber Chemistry and Technology*. 2007. Vol. 80 (2). P. 251–264.
- Wang M.-J. Effect of polymer-filler and filler-filler interactions on dynamic properties of filled vulcanizates // *Rubber Chemistry and Technology*. Rubber Reviews. 1998. Vol. 71, N. 3. P. 520–589.
- Johnson K. L. et al. Surface energy and the contact of elastic solids // *Proceedings of the Royal Society A*. 1971. Vol. 324, N. 1558. P. 301–313.
- Johnson L.L. Atomic force microscopy (AFM) for rubber // *Rubber Chemistry and Technology*. 2008. Vol. 81, N. 3. P. 359–383.
- Derjaguin B.V. et al. Effect of contact deformations on the adhesion of particles // *Journal of Colloid and Interface Science*. 1975. Vol. 53. N. 2. P. 314–326.
- Maugis D. Adhesion of spheres: The JKR–DMT transition using a Dugdale model // *Journal of Colloid and Interface Science*. 1992. Vol. 150. N. 1. P. 243–269.
- Fischer-Cripps A. C. *Nanoindentation*. New-York: Springer, 2011. 302 p.
- Tiwari A. (Ed.) *Nanomechanical analysis of high performance materials*. Dordrecht: Springer, 2013. 300 p.
- Головин Ю. И. Наноиндентирование и его возможности. М.: Машиностроение, 2009. 312 с.
- Vatankhah R. Nonlinear vibration of AFM microcantilevers with sidewall probe. *Journal of the Brazilian Society of Mechanical Sciences and Engineering*. 2017. Vol. 39. N. 12. P. 4873–4886.
- Sahoo D.R. et al. High-throughput intermittent-contact scanning probe microscopy. *Nanotechnology*. 2010. V. 21, 075701.
- Lantz M.A., Wiesmann D., Gotsmann B. Dynamic superlubricity and the elimination of wear on the nanoscale // *Nature Nanotechnology*. 2009. Vol. 4. P. 586–591.
- Eslami S., Jalili N. A comprehensive modeling and vibration analysis of AFM microcantilevers subjected to nonlinear tip-sample interaction forces // *Ultramicroscopy*. 2012. Vol. 117. P. 31–45.
- Li Z., Shi T., Xia Q. Design optimization of high performance tapping mode AFM probe // *Microsystem Technologies*. 2018. Vol. 24. N. 2. P. 979–987.
- Маловичко И. М. Измерение жесткости ас-кантилевера по спектру тепловых шумов // *Известия РАН. Серия физическая*. 2013. Т. 77, № 8. С. 1073–1075.
- Смирнов С., Мешков Г., Яминский И. Тепловые колебания в микро- и наномеханических системах // *Наноиндустрия*. 2012. Т. 31, № 1. С. 42–46.
- Sader J. E., Larson I., Mulvaney P., White L. R. Method for the calibration of atomic force microscope cantilevers // *Review of Scientific Instruments*. 1995. Vol. 66. N. 7. P. 3789–3798.
- Sader J. E., Chon J. W. M., Mulvaney P. Calibration of rectangular atomic force microscope cantilevers // *Review of Scientific Instruments*. 1999. Vol. 70. N. 10. P. 3967–3969.
- Tipsnano. AFM Probes and Accessories: [Электронный ресурс]. URL: <http://tipsnano.ru/catalog/afm-standard/contact>. (Дата обращения: 15.12.2018).
- Гаршиин О. К. Моделирование взаимодействия зонда атомно-силового микроскопа с полимерной поверхностью с учетом сил Ван-дер-Ваальса и поверхностного натяжения // *Наносистемы: физика, химия, математика*. 2012. Т. 3. N. 2. С. 47–54.

References

- Ikeda Y., Kato A., Shimanuki J., Kohjiya S., Tosaka M., Poompradub S., Toki S., Hsiao B. S. Nano-structural elucidation in carbon black loaded NR vulcanizate by 3D-TEM and in situ WAXD measurements. *Rubber Chemistry and Technology*, 2007, vol. 80 (2), pp. 251–264.
- Wang M.-J. Effect of polymer-filler and filler-filler interactions on dynamic properties of filled vulcanizates. *Rubber Chemistry and Technology*. *Rubber Reviews*, 1998, vol. 71, no. 3, pp. 520–589.

3. Johnson K. L. et al. Surface energy and the contact of elastic solids. *Proceedings of the Royal Society A*, 1971, vol. 324, no. 1558, pp. 301–313.
4. Johnson L. L. Atomic force microscopy (AFM) for rubber. *Rubber Chemistry and Technology*, 2008, vol. 81, no. 3, pp. 359–383.
5. Derjaguin B.V. et al. Effect of contact deformations on the adhesion of particles. *Journal of Colloid and Interface Science*, 1975, vol. 53, no. 2, pp. 314–326.
6. Maugis D. Adhesion of spheres: The JKR–DMT transition using a Dugdale model. *Journal of Colloid and Interface Science*, 1992, vol. 150, no. 1, pp. 243–269.
7. Fischer-Cripps A. C. *Nanoindentation*. New-York: Springer, 2011. 302 p.
8. Tiwari A. (Ed.) *Nanomechanical analysis of high performance materials*. Dordrecht: Springer, 2013. 300 p.
9. Golovin Yu. I. *Nanoindentirovanie i ego vozmozhnosti* (Nanoindentation and its possibilities). Moscow: Mashinostroenie, 2009. 312 p. (In Russian).
10. Vatankhah R. Nonlinear vibration of AFM microcantilevers with sidewall probe. *Journal of the Brazilian Society of Mechanical Sciences and Engineering*, 2017, vol. 39, no. 12, pp. 4873–4886.
11. Sahoo D. R. et al. High-throughput intermittent-contact scanning probe microscopy. *Nanotechnology*, 2010, vol. 21, 075701.
12. Lantz M. A., Wiesmann D., Gotsmann B. Dynamic superlubricity and the elimination of wear on the nanoscale. *Nature Nanotechnology*, 2009, vol. 4, pp. 586–591.
13. Eslami S., Jalili N. A comprehensive modeling and vibration analysis of AFM microcantilevers subjected to nonlinear tip-sample interaction forces. *Ultramicroscopy*, 2012, vol. 117, pp. 31–45.
14. Li Z., Shi T., Xia Q. Design optimization of high performance tapping mode AFM probe. *Microsystem Technologies*, 2018, vol. 24, no. 2, pp. 979–987.
15. Malovichko I. M. Measuring AFM cantilever stiffness from a thermal noise spectrum. *Bulletin of the Russian Academy of Sciences: Physics*, 2013, vol. 77, no. 8, pp. 972–974.
16. Smirnov S., Meshkov G., Iaminskii I. Teplovye kolebaniia v mikro- i nanomekhanicheskikh sistemakh (Thermal oscillation in micro- and nanomechanical systems). *Nanoindustry*, 2012, vol. 31, no. 1, pp. 42–46 (In Russian).
17. Sader J. E., Larson I., Mulvaney P., White L. R. Method for the calibration of atomic force microscope cantilevers. *Review of Scientific Instruments*, 1995, vol. 66, no. 7, pp. 3789–3798.
18. Sader J. E., Chon J. W. M., Mulvaney P. Calibration of rectangular atomic force microscope cantilevers. *Review of Scientific Instruments*, 1999, vol. 70, no. 10, pp. 3967–3969.
19. *Tipsnano. AFM Probes and Accessories*. URL: <http://tipsnano.ru/catalog/afm-standard/contact>
20. Garishin O. K. Modelling of interaction between the atomic force microscope probe with a polymer surface with account of Van der Waals forces and surface tension. *Nanosystems: Physics, Chemistry, Mathematics*. 2012, vol. 3, no. 2, pp. 47–54 (In Russian).

Просьба ссылаться на эту статью в русскоязычных источниках следующим образом:

Изюмов Р. И., Беляев А. Ю., Гаришин О. К. Исследование взаимодействия наноиндентора с эластомером с помощью динамической модели движения зонда // Вестник Пермского университета. Физика. 2019. № 2. С. 46–54. doi: 10.17072/1994-3598-2019-2-46-54

Please cite this article in English as:

Izyumov R. I., Belyaev A. Yu., Garishin O. K. Investigation of the interaction of nanoindenter with elastomer using a dynamic model of probe movement. *Bulletin of Perm University. Physics*, 2019, no. 2, pp. 46–54. doi: 10.17072/1994-3598-2019-2-46-54