



NANOTWARDZOŚCIOMIERZE SKANINGOWE

**NanoScan**

## **SPIS TREŚCI**

O NANOSCAN .....	3
OBSZARY ZASTOSOWANIA .....	4
TRYBY I METODY POMIAROWE .....	5
OPIS MODELI I MODUŁÓW POMIAROWYCH .....	6
DODATKOWE OPRZYRZĄDOWANIE I CZUJNIKI .....	14
POMIARY ZINDYWIDUALIZOWANE .....	15
SPOSOBY POMIARU .....	16
OPROGRAMOWANIE .....	26

## O NANOSCAN

Modułowa konstrukcja urządzeń z serii NanoScan umożliwia użytkownikom końcowym skonfigurowanie nanotwardościomierza w zależności od indywidualnych potrzeb i wymagań. Konfiguracja urządzeń NanoScan może obejmować następujące moduły:

- Moduł do badania zagłębienia
- Mikroskop optyczny
- Mikroskop sił atomowych (AFM)
- Moduł uniwersalny
- Pomiar właściwości elektrycznych
- Czujnik siły bocznej
- Skanowanie miejscowe (in-situ)
- Stolik grzewczy

NanoScan-4D to flagowy model obejmujący ponad 30 różnych technik pomiarowych, do wszystkich typów pomiarów właściwości fizycznych i mechanicznych w skali submikronowej i nanometrycznej.

Wysoko zautomatyzowane pomiary są możliwe dzięki oprogramowaniu sterującemu NanoScan, umożliwiając użytkownikowi końcowemu konfigurację dowolnego zestawu formuł pomiarowych wykonywanych bez interwencji operatora. Cecha ta przydaje się szczególnie przy technicznej kontroli jakości materiałów. Dzięki w/w dodatkowej funkcjonalności urządzeń NanoScan można wykorzystać w pracach badawczych oraz w zastosowaniach przemysłowych.



## OBSZARY ZASTOSOWANIA

Unikalne cechy NanoScan pozwalają na wykorzystanie urządzenia w tradycyjnych badaniach nanomechanicznych oraz w obszarach wymagających technik SPM (mikroskopii ze skanującą sondą) do pomiaru twardości.

### **Materiałoznawstwo: badania naukowe i inżynieria:**

- Materiały nanofazowe i kompozytowe
- Ultradispersyjne twarde stopy
- Nowe materiały twarde i super twarde
- Nanomateriały strukturalne: stopy, kompozyty, ceramika
- Powłoki cienkie i normalnej grubości
- Nanomateriały i włókna węglowe

### **Energia:**

- Materiały nanostrukturalne stosowane w energetyce jądrowej;
- Powłoki łopatek turbin

### **Technika oprzyrządowania:**

- Nowe materiały półprzewodnikowe
- Części optyczne
- Układy mikro- i nanoelektromechaniczne (MEMS i NEMS)
- Płytki mikrokanalikowe do noktowizorów
- Urządzenia magazynujące dane (np. napęd dysku twardego)
- Nanolitografia

### **Medycyna:**

- Nowe materiały stomatologiczne
- Implanty z materiałów nanostrukturalnych
- Powłoki bioaktywne
- Stenty

### **Przemysł: motoryzacyjny, lotniczy (konstrukcje); badania kosmiczne i inżynieria mechaniczna**

- Nowe materiały strukturalne i funkcjonalne
- Wodoodporne powłoki do części maszyn
- Powłoki do narzędzi tnących
- Kontrola jakości narzędzi węglkowych
- Diamenty i proszki diamentowe

### **Metrologia:**

- Pomiar liniowy w skali nanometrycznej z wykorzystaniem 3-osiowej interferometrii laserowej

### **Opakowania:**

- Powłoki ochronne do wyrobów z tworzyw sztucznych
- Powłoki ozdobne i funkcjonalne do szkła i metali

### **Kształcenie:**

- Kursy laboratoryjne w zakresie mikroskopii z sondą skanującą oraz badania nanotwardości
- Zaawansowane badania



*Wszystkie pomiary NanoScan przeprowadza się w środowisku otwartym (tzn. bez wykorzystania specjalnej próżni albo obróbki termicznej). Cechy i funkcje przyrządów NanoScan umożliwiają ich wykorzystanie do badań oraz w przemyśle.*

## TRYBY I METODY POMIARU

### Właściwości mechaniczne:

- Pomiar wgłębienia wg normy ISO 14577
- Pomiary mikrotwardości metodą Vickersa
- Badania sklerometryczne (pomiar twardości poprzez zarysowanie) przy stałym i zmiennym obciążeniu
- Spektroskopia sił
- Nanolitografia mechaniczna
- Pomiar sztywności belek i membran
- Zależność twardości i modułu sprężystości od wgłębienia
- Automatyczne dwu- i trójwymiarowe mapowanie rozkładu twardości i modułu sprężystości powierzchni o wymiarach 100 x 100 mm
- Pomiar przyczepności metodą stick-slip
- Pomiary w cieczach

### Nanotribologia:

- Cykliczne ścieranie powierzchni z przyłożonym obciążeniem
- Badania nanotribologiczne z zastosowaniem smaru na badanej powierzchni

### Mikroskopia optyczna:

- Wybór pola do badań nanomechanicznych
- Pomiar wielkości obiektów i wysokoprecyzyjne ustawianie

### Tryby skanowania miejscowego:

- Liniowy pomiar profilu powierzchni do 15 mm
- Skanowanie dynamiczne ukształtowania powierzchni w trybie półkontaktowym z wykorzystaniem wgłębniaka diamentowego

### Miejscowe właściwości elektryczne:

- Pomiary charakterystyki prądowo-napięciowej przy kontrolowanym obciążeniu lub głębokości wciśnięcia wgłębniaka
- Pomiary rozchodzenia się prądu za pomocą badań nanomechanicznych

### Mikroskopia sił atomowych:

- Mikroskopia sił atomowych (AFM) z zastosowaniem trybu kontaktowego
- Mikroskopia sił atomowych z pomiarem wibracji (tryb półkontaktowy) (VAFM)
- Skaningowa mikroskopia tunelowa (STM)
- Mikroskopia pól wysokomagnetycznych (M-AFM)
- Mikroskopia przewodności elektrycznej i potencjału elektrycznego (E-AFM), modulacja siły (FM-AFM)
- Mikroskopia sił atomowych do badania siły bocznej (LF-AFM)
- Mikroskopia sił atomowych do badania lepkości (V-AFM)
- Adhezyjna mikroskopia sił atomowych (AD-AFM)
- Tryb litograficzny (AFM-LIT)
- Pomiar twardości w zależności od odcisku resztkowego
- Obliczanie rozszerzonego zestawu parametrów nierówności dla obrazów dwu- i trójwymiarowych ukształtowania powierzchni, zgodnie z normami międzynarodowymi: ISO 3274, ISO 4287, ISO 13565 oraz ISO 16610.

## MIERZONE PARAMETRY

- Twardość na podstawie odcisku (mikrotwardość)
- Twardość na podstawie wgłębienia (nanotwardość)
- Moduł sprężystości (moduł Younga)
- Współczynnik odprężenia
- Przyleganie
- Grubość powłoki
- Mapowanie właściwości mechanicznych
- Właściwości mechaniczne względem głębokości

- Właściwości mechaniczne względem trzech rzędnych (tomografia)
- Sztywność i ruch mikrostruktur
- Odporność na pęknięcie
- Trwałość
- Intensywność zużycia liniowego
- Współczynnik tarcia
- Siła boczna podczas zarysowywania
- Topografia powierzchni
- Parametry nierówności
- Charakterystyka napięcia miejscowego
- Rezystywność elektryczna

## PRODUKTY NANOSCAN – PLATFORMY NANOSCAN



«NanoScan-3D»

Seria urządzeń do badań nanomechanicznych NanoScan jest dostępna na dwóch platformach: NanoScan-3D i NanoScan-4D. Każdą platformę określa jej moduł główny: uniwersalny moduł wgłębnika stanowi podstawę platform „3D”, a moduł wgłębnika podstawę platform „4D”.

Podstawowy moduł urządzeń „NanoScan-3D” umożliwia wiele sposobów pomiarów w celu zbadania właściwości mechanicznych materiałów i może być stosowany do skanowania powierzchni. Największy zakres przesunięcia tego modułu wynosi 10  $\mu\text{m}$ , a największe obciążenie 100mN.

Podstawowy moduł urządzeń „NanoScan-4D” pozwala na wykonywanie badania zgodnie z normą ISO 14577, z zastosowaniem szerokiej gamy obciążeń i przesunięć. Podstawowy wariant tego modułu posiada najwyższy zakres



«NanoScan-4D»

przesunięcia 300  $\mu\text{m}$  i największe obciążenie 1N. W zależności od wymagań klienta, zakres obciążeń można zwiększyć do 2N, a zakres przesunięcia do 1 mm.

W zależności od wielkości wybranej platformy urządzenie może zawierać jeden, dwa lub trzy moduły pomiarowe. W zależności od preferowanej konfiguracji, jako moduł dodatkowy można zastosować mikroskop optyczny lub mikroskop sił atomowych. NanoScan-3D można na przykład wyposażyć w 3-osiowy interferometr heterodynowy.

W zależności od typu platformy istnieje możliwość zwiększenia jej możliwości o takie opcje jak np. czujnik obciążenia bocznego, etapu ogrzewania itp. Więcej szczegółów na temat dodatkowego oprzyrządowania i czujników podano na str. 17.

## MODUŁ POMIARU ZAGŁĘBIENIA

### Cel:

Moduł do pomiaru zagłębienia został stworzony z myślą o pomiarze właściwości mechanicznych różnych materiałów z wykorzystaniem różnych przyłożonych obciążeń i głębokości. Zakres ten obejmuje materiały dość twarde (szafir i twardsze) oraz miękkie materiały polimerowe, tworzywa sztuczne oraz niektóre rodzaje gum. Zdolność przeprowadzania pomiaru dla różnych typów materiałów osiąga się poprzez zastosowanie dużego zakresu przesunięcia trzonu oraz sposobów przyłożenia obciążenia.

Moduł ten służy również do pomiaru odporności na zużycie oraz do badania zarysowań, co przydaje się w pomiarach właściwości mechanicznych i przyczepności. Dzięki zastosowaniu czujnika siły bocznej można zmierzyć siłę boczną oraz współczynnik tarcia.

### Tryby i sposoby:

- Badanie twardości i parametrów materiału metodą wciskania wgłębniaka wg normy ISO 14577
- Pomiar mikrotwardości metodą Vickersa
- Próby zarysowania (pomiar twardości poprzez zarysowanie) przy stałym i zmiennym obciążeniu
- Spektroskopia sił
- Pomiar sztywności dynamicznej
- Nanolitografia mechaniczna
- Pomiar sztywności membran i belek
- Zależność twardości i modułu elastyczności od głębokości indentacji
- Automatyczne mapowanie dwu- i trójwymiarowe rozkładu twardości i modułu sprężystości powierzchni o wymiarach 100 x 100 mm
- Pomiar przyczepności metodą stick-slip
- Pomiary w cieczach
- Dodatkowa opcja dla obciążeń nieprzekraczających 30 N

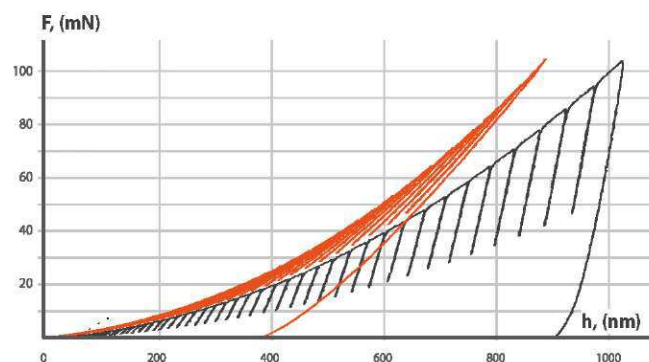
### Dane techniczne:

Moduł zagłębienia posiada 4 podstawowe tryby działania (Tabela 1).



**Tabela 1.** Zakresy sił i przesunięcia.

		Przesunięcie			
		10 $\mu\text{m}$	30 $\mu\text{m}$	100 $\mu\text{m}$	300 $\mu\text{m}$
Zakres obciążeń	30 mN	powłoki cienkie i normalne		miękkie materiały	
	150 mN				
	400 mN	materiały twarde		mikroobiekty, materiały luzem	
	1 N				



**Rys. 1.** Krzywa przesunięcia obciążenia dla zagłębienia częściowego odciążenia. Czerwony wykres: stopiona krzemionka, czarny wykres: stal.

## MODUŁ POMIAROWY AFM

Obrazowanie topografii powierzchni. Pomiar nierówności, geometria odcisków i zarysowań. Mapowanie właściwości mechanicznych: elastyczność, lepkość i przyleganie. Badanie nieprawidłowości elektrycznych i magnetycznych. Litografia mechaniczna, litografia z wykorzystaniem prądu elektrycznego.

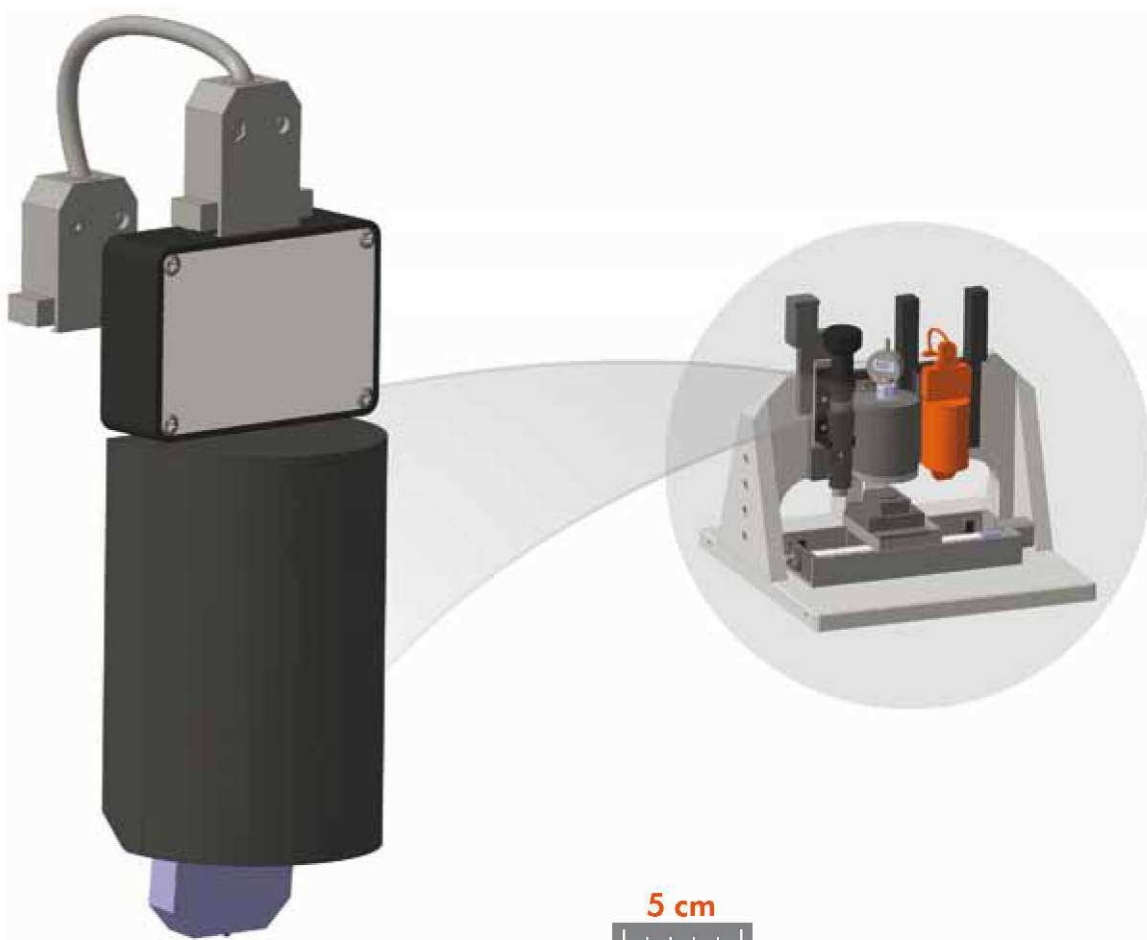
### Mikroskopia sił atomowych:

- Mikroskopia sił atomowych (AFM) z zastosowaniem trybu kontaktowego
- Mikroskopia sił atomowych z pomiarem wibracji (tryb półkontaktowy) (VAFM)
- Skaningowa mikroskopia tunelowa (STM)
- Mikroskopia pól wysokomagnetycznych (M-AFM)
- Mikroskopia przewodności elektrycznej i potencjału elektrycznego (E-AFM)
- Modulacja siły (FM-AFM)

- Mikroskopia sił atomowych do badania siły bocznej (LF-AFM)
- Mikroskopia sił atomowych do badania lepkości (V-AFM)
- Adhezyjna mikroskopia sił atomowych (AD-AFM)
- Tryb litograficzny (AFM-LIT)
- Pomiar twardości w zależności od odcisku resztkowego
- Obliczanie rozszerzonego zestawu parametrów nierówności dla dwu- i trójwymiarowych obrazów ukształtowania powierzchni zgodnie z normami międzynarodowymi: ISO 3274, ISO 4287, ISO 13565 oraz ISO 16610.

### Dane techniczne:

- Pole skanowania: XY 40x40 / 80x80 mm, Z 3,5  $\mu\text{m}$
- Rozdzielczość cyfrowa: 0.04 nm;
- Zastosowane wsporniki kontaktowe, półkontaktowe, przewodzące i magnetyczne.





## MODUŁ POMIAROWY MIKROSKOPU OPTYCZNEGO

Videomikroskop z pojedynczym zoomem i kamerą CCD. Mikroskop służy do wybrania pozycji pomiarowej mikroskopu sił atomowych oraz modułu wgłębienia. Wykorzystuje się go także do pomiaru wymiarów wgłębienia, odcisków, mikroelementów, mikrokryształów w metalach, kompozytach, proszkach, ścieżkach płytek elektrycznych, MEMS itp.

### Tryby i sposoby:

- Pomiar twardości w zależności od powierzchni odcisku reszkowego lub szerokości zarysowania
- Analiza odporności na pękanie
- Analiza wielkości ziarna
- Funkcja uziarnienia

### Dane techniczne:

- Zoom cyfrowy do 1500X
- Płynna zmiana zoomu optycznego z 0,58x na 7x
- Pole widzenia: od 1,57 x 2,09 mm do 0,13 x 0,17 mm

- Długość robocza: 35 mm
- Cyfrowa kamera USB.

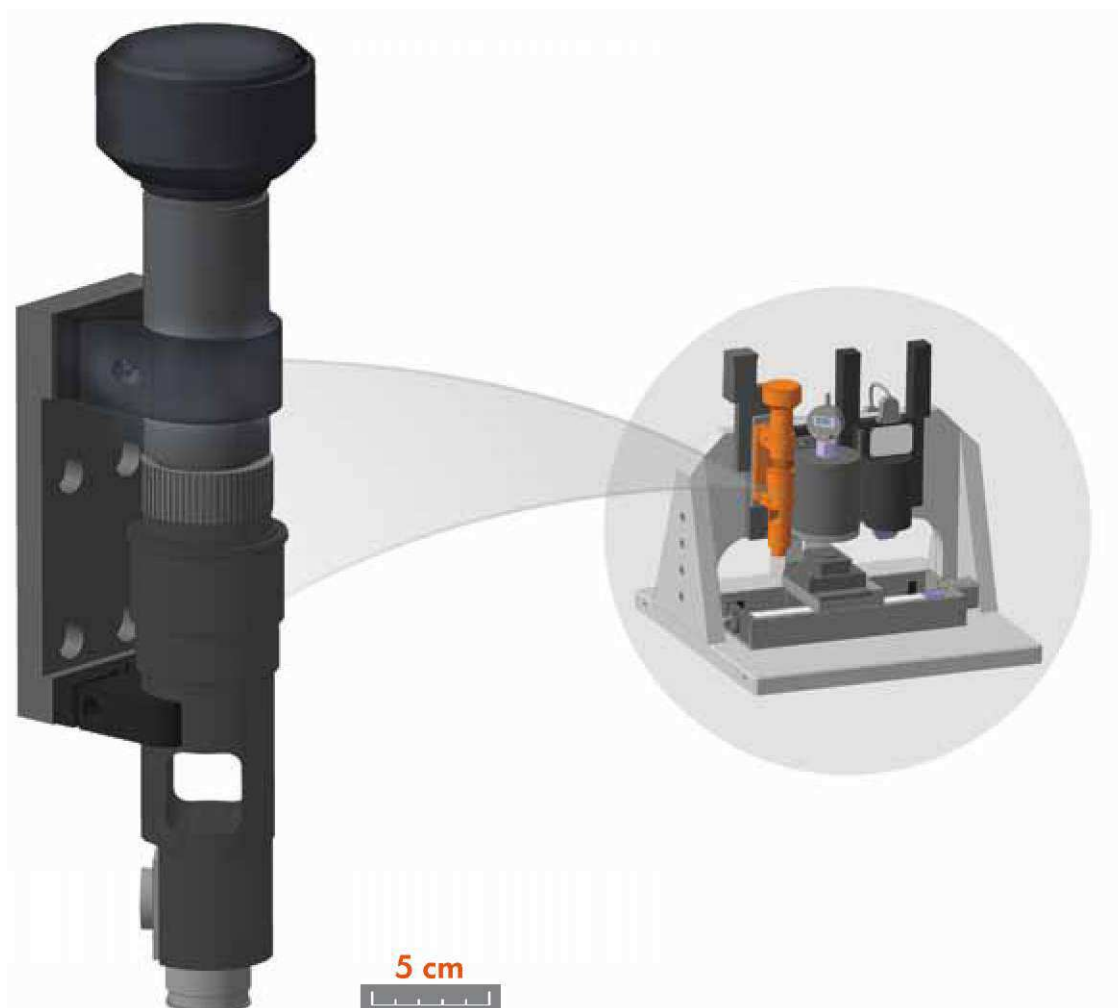
Szeroka gama opcji oświetlenia: niezacienione okrągłe, światłowodowe, fluorescencyjne, koncentryczne, LED. Możliwa opcja ustawienia polaryzacji.

### Regulacja zoomu:

- Ręczny zoom typu click-stop
- Zoom automatyczny

### Funkcje dodatkowe:

- Auto-focus
- Automatyczne skalowanie pola widzenia podczas zmiany zoomu
- Korekta nieprawidłowości oświetlenia



## MODUŁ UNIWERSALNY DO BADAŃ NANOMECHANICZNYCH

Moduł ten przeznaczony jest do przeprowadzania kompleksowych badań właściwości mechanicznych w zakresie obciążeń do 100mN, metodą wgłębienia i zarysowania. Służy także do badania powierzchni materiałów metodą półkontaktową SPM.

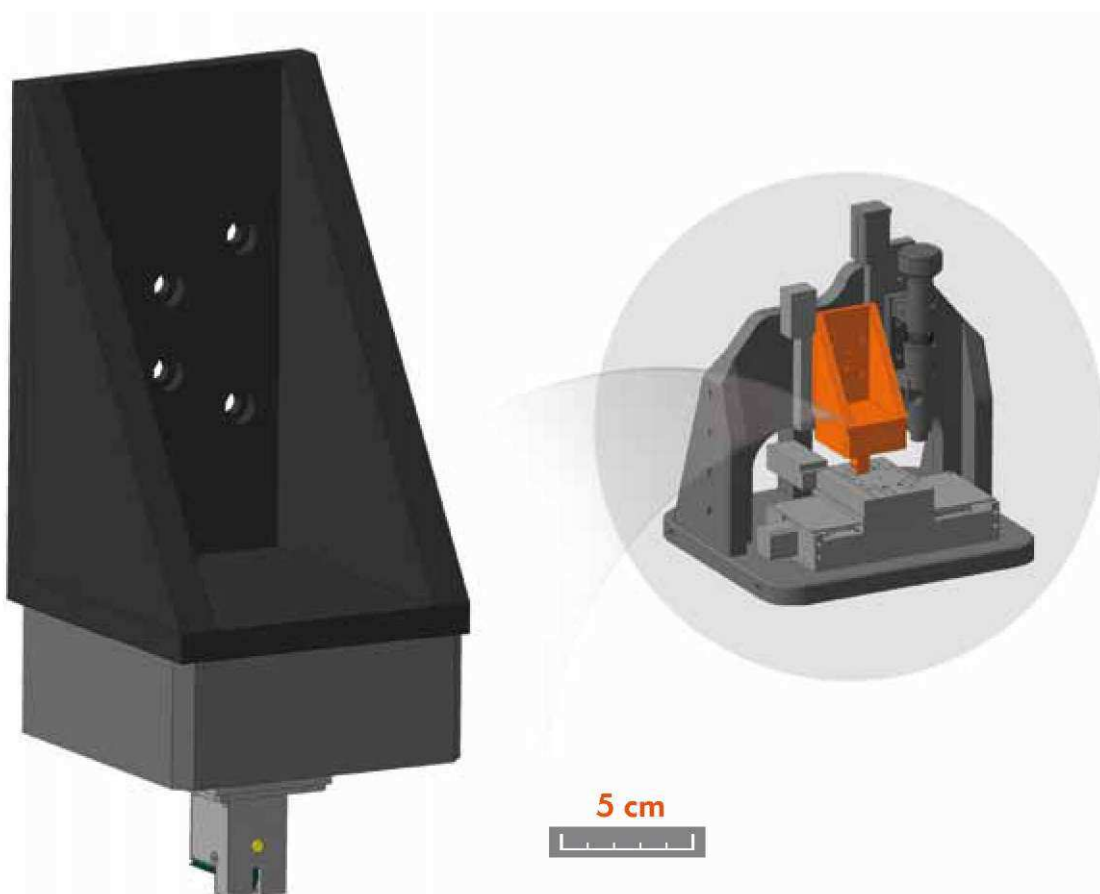
### Tryby i sposoby:

- Półkontaktowe dynamiczne skanowanie ukształtowania
- Zagłębienie i zarysowanie przy danym obciążeniu lub głębokości
- Pomiar twardości z zarysowania
- Pomiar twardości z zagłębienia
- Pomiar właściwości mechanicznych metodą instrumentalnej próby wciskania wgłębniaka wg ISO 14577
- Pomiary modułu elastyczności metodą spektroskopii sił

- Pomiary właściwości mechanicznych materiałów i cienkich powłok (twardość, przyczepność, grubość powłoki) metodą zarysowania przy zastosowaniu zmiennych obciążeń
- Pomiary odporności cienkich powłok na zużycie
- Profilowanie powierzchni.

### Dane techniczne:

- Zakres pomiaru w osi X i Y nie mniejszy niż: 100  $\mu\text{m}$
- Rozdzielczość osi XY: 2 nm
- Zakres pomiarowy w osi Z nie mniejszy niż: 10  $\mu\text{m}$
- Rozdzielczość osi Z: 0,2 nm
- Maksymalne obciążenie wgłębniaka: 100mN
- Rozdzielczość obciążenia: 0.5  $\mu\text{m}$



## MODUŁ 3-OSIOWEGO HETERODYNOWEGO INTERFEROMETRU LASEROWEGO

Moduł interferometru to kompaktowa opcja służąca do pomiarów w czasie rzeczywistym. Źródłem promieniowania jest laser He-Ne stabilizowany jednoczęstotliwościowo (moc: 1 mW, długość fali 632,991084 nm, względna niestabilność częstotliwości optycznej powyżej  $3 \cdot 10^{-9}$  w czasie 8-godzinnej pracy).

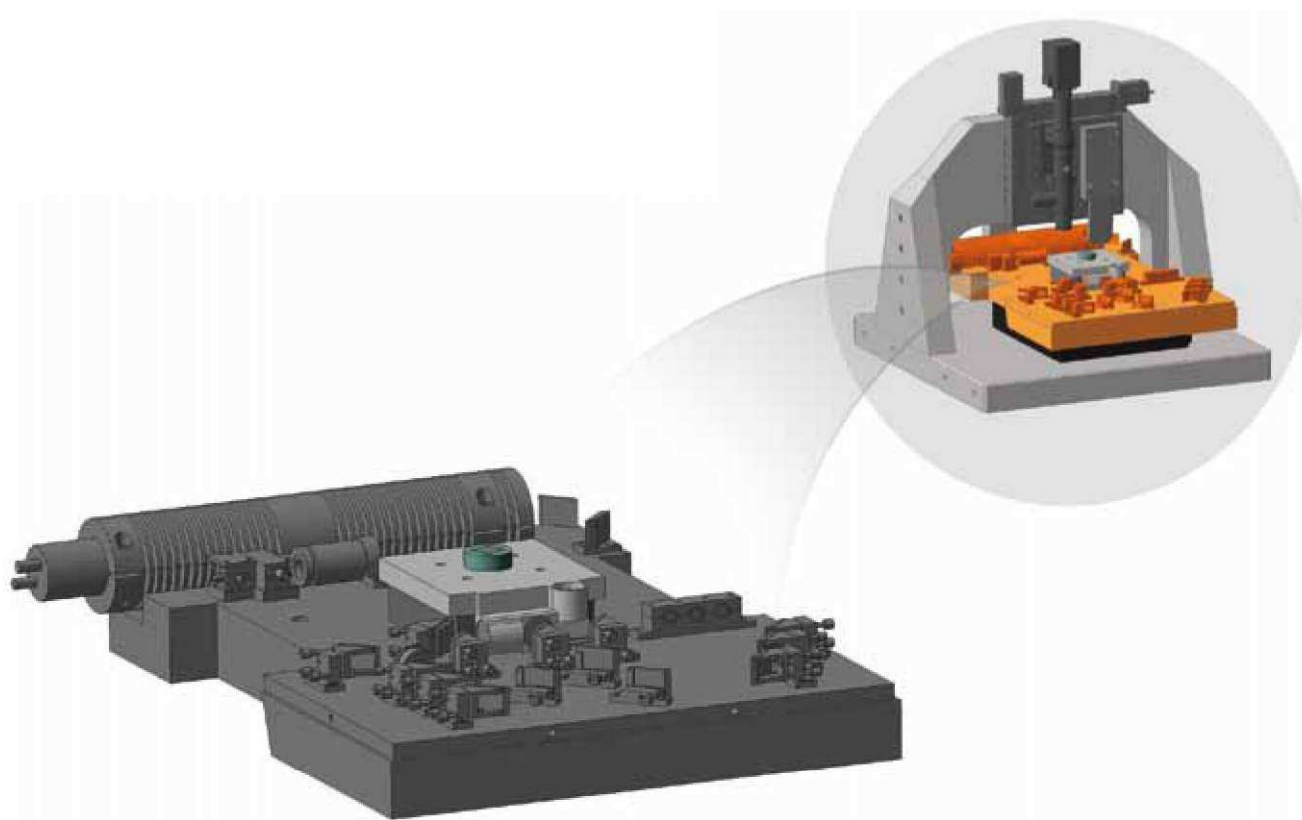
Moduł służy do określania charakterystyki metrologicznej innych SPM, w celu zapewnienia precyzji pomiarów wymiarów liniowych w skali nano oraz do kontroli produktów nanotechnologicznych.

### Tryby i sposoby:

- Sprzęt i oprogramowanie kompatybilne z uniwersalnym modułem pomiarowym
- Sprzęt i oprogramowanie kompatybilne z modułem AFM
- Mapowanie ukształtowania powierzchni w trybie skanowania SPM i AFM

### Dane techniczne:

- zakres pomiarowy w osi XYZ: 500  $\mu\text{m}$
- rozdzielczość wszystkich trzech osi, nie mniej niż: 0,01 nm
- poziom szumu interferometru, MSE w paśmie częstotliwości od 1Hz do 1kHz, o maksymalnej wartości: 1 nm
- nieprostokątność pomiaru przemieszczenia osiowego: 0,01 radian
- zakres przemieszczenia fazowego:  $\pm 1 \cdot 10^4$  radian
- rozdzielczość przemieszczenia fazowego: 10<sup>-4</sup> radian
- rozdzielczość (jednostka) pomiaru czasu: 1 ms
- maksymalna prędkość skanowania: 100  $\mu\text{m/s}$
- uwalnianie ciepła w obszarze roboczym (nie więcej niż): 5 W.



10 cm



### NANOSCAN-3D COMPACT

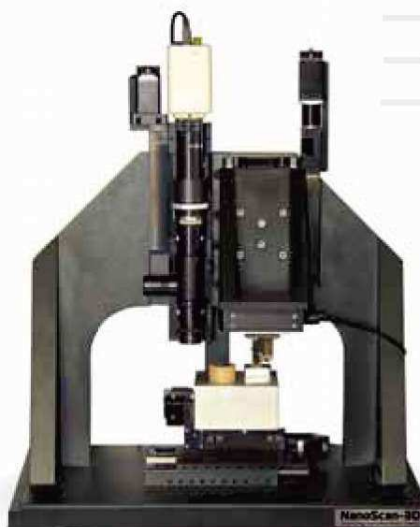
NanoScan-3D Compact służy do badania właściwości mechanicznych powierzchni małych próbek. Urządzenie wykorzystuje metody mikroskopii z sondą skanującą, instrumentalnej próby wciskania wgłębnika oraz zarysowania w zakresie obciążeń do 50mN. Model ten przeznaczony jest do stosowania podczas kursów szkoleniowych w zakresie badania właściwości fizykomechanicznych w skali submikronowej i nanometrycznej.



3D

### NANOSCAN-3D STANDARD

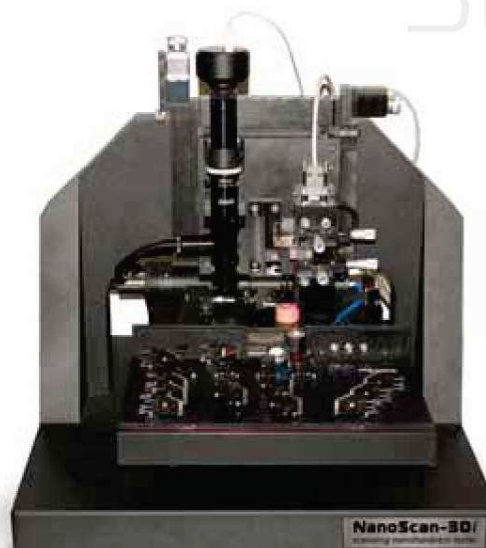
Model ten służy do kompleksowych badań właściwości fizycznych i mechanicznych w zakresie obciążeń do 100mN. Posiada mikroskop optyczny oraz funkcję mechanicznego ustawiania próbki. Wysoki stopień automatyzacji zapewnia większą skuteczność pomiarów.



3D

### NANOScAN-3Di

Model ten służy do kompleksowych badań właściwości fizycznych i mechanicznych w zakresie obciążeń do 100mN. Posiada mikroskop metrologiczny z sondą i interferometrem heterodynowo-laserowym, oraz funkcję mechanicznego ustawiania próbki. Wysoki stopień automatyzacji zapewnia większą skuteczność pomiarów.



3D

4D



### NANOSCAN-4D COMPACT

NanoScan-4D Compact służy do pozyskiwania danych o twardości i modułu sprężystości (modułu Younga) danego materiału poprzez badanie twardości materiału metodą wciskania wgłębnika, przy obciążeniu do 2 N. Model ten nadaje się do wykonywania podstawowych pomiarów właściwości mechanicznych. Wykorzystując go można planować szkoleniowe kursy laboratoryjne

4D



### NANOSCAN-4D STANDARD

Podstawowy model umożliwiający pomiar twardości, modułu sprężystości oraz innych parametrów mechanicznych. Ponadto, urządzenie posiada funkcję analizy zarysowań oraz możliwość przeprowadzenia statycznych i dynamicznych prób wciskania wgłębnika. Możliwy jest także pomiar ukształtowania powierzchni w trybie profilera kontaktowego i półkontaktowego. Mikroskop optyczny zapewnia wysoką precyzję ustawienia wgłębnika i próbki. Dodatkowe oprzyrządowanie i czujniki dostępne dla tego modelu przedstawiono na stronie 17.

4D



### NANOSCAN-4D+

NanoScan-4D+ to kompletne urządzenie umożliwiające wszelkie pomiary właściwości fizycznych i mechanicznych. Moduł mikroskopu sił atomowych pozwala na badanie właściwości powierzchni oraz odcisku wgłębnika przy rozdzielczości nanometrycznej. Urządzenie może automatycznie przeprowadzić serię badań. Oprogramowanie umożliwia przetwarzanie plików wsadowych.

## DODATKOWE OPRZYRZĄDOWANIE I CZUJNIKI

Nanotwardościomierze „NanoScan” posiadają wiele dodatkowych przyrządów i czujników. Dzięki temu zwiększa się zakres funkcjonalny układu pomiarowego a tym samym zyskuje maksymalny poziom dostosowania urządzenia do potrzeb klienta.

Ostateczną konfigurację platformy pomiarowej dobiera się w zależności od badań realizowanych przez klienta.

W przypadku nietypowych badań istnieje możliwość opracowania specjalnych przyrządów, wymiany oprzyrządowania i czujników oraz zastosowania w NanoScan przyrządów innych producentów.

### CZUJNIK SIŁY BOCZNEJ:

- Pomiar siły bocznej podczas sklerometrii i ścierania w kilku cyklach
- Pomiar współczynnika tarcia badaniami tribologicznymi.

### URZĄDZENIE DO SKANOWANIA MIEJSCOWEGO:

- Tryb SPM do wizualizacji ukształtowania powierzchni z wykorzystaniem wgłębnika diamentowego.

### STOLIK GRZEWCZY:

- Temperatura maksymalna: 400°C
- Maksymalna prędkość ogrzewania: 1°C/s
- Stabilizacja temperatury: 0,1°C
- Maksymalne wymiary próbki (szer. x dł. x wys.): 25x25x10 mm.

### MODUŁ POMIAROWY WŁAŚCIWOŚCI ELEKTRYCZNYCH:

- Charakterystyka prądowo-napięciowa i pomiar przenoszenia prądu podczas prób mechanicznych.

### SPECJALNE UCHWYTY DO PRÓBEK:

- Imadła
- Zaciski
- Wsporniki
- Przyssawki.

### STÓŁ OBROTOWY:

- Badanie anizotropii właściwości mechanicznych
- Rozszerzona funkcjonalność ustawiania próbek

## WGŁĘBNIKI I PRÓBKIE REFERENCYJNE

### WGŁĘBNIKI:

- Końcówki wgłębników z uszlachetnianych diamentowych monokryształów syntetycznych wysokiej jakości
- W kształcie trójkątnej piramidy (Berkowitz)
- Knoopa
- Vickers
- Płaski tłocznik o danej średnicy od 50 μm do 2 mm
- Okrągła końcówka o określonym promieniu

### PRÓBKIE REFERENCYJNE:

Próbkę referencyjną przygotowuje się ze znanego materiału o specjalnie przygotowanej powierzchni. Próbki referencyjne służą do kalibracji urządzeń „NanoScan”. Każda próbka referencyjna posiada swój certyfikat zawierający charakterystykę metrologiczną, procedurę zastosowania oraz warunki transportu i przechowywania.

#### «Poliwęglan»

*Charakterystyka:*

- twardość: 0,3 ± 0,1 GPA
- moduł sprężystości (Moduł Younga): 4,5 ± 0,5 GPA
- nierówność: <5nm
- wymiary: 10x10x7 mm
- przygotowanie powierzchni: —.

#### «Aluminium»

*Charakterystyka:*

- twardość: 0,5 ± 0,1 GPA
- moduł sprężystości (Moduł Younga): 70,0 ± 7,0 GPA
- nierówność: <5nm
- wymiary: 10x10x8 mm
- przygotowanie powierzchni: polerowanie, usuwanie warstwy poprzez trawienie elektrolityczne.

#### «Spiekana krzemionka»

*Charakterystyka:*

- twardość: 9,5 ± 1,0 GPA
- moduł sprężystości (Moduł Younga): 72,0 ± 3,0 GPA
- nierówność: <5nm
- wymiary: 7x10x4 mm
- przygotowanie powierzchni: głębokie szlifowanie-polerowanie.

#### «Szafir»

*Charakterystyka:*

- twardość: 22,5 ± 2,5 GPA
- moduł sprężystości (Moduł Younga): 415,0 ± 35,0 GPA
- nierówność: <5nm
- wymiary: 25x5 mm
- przygotowanie powierzchni: polerowanie metodą epitaksji.

TESTLAB oferuje pełne wsparcie serwisowe oraz wsparcie techniczne dla oferowanych urządzeń:

- Transport i instalację urządzeń;
- Przeszkolenie personelu w zakresie obsługi urządzeń;
- Serwis gwarancyjny w całym okresie gwarancji. Wszystkie urządzenia objęte są przynajmniej roczną gwarancją. Wszelkie naprawy i wymiana części objętych gwarancją są bezpłatne.
- Serwis pogwarancyjny i naprawa urządzeń;
- Wstępne i okresowe sprawdzanie urządzeń;
- Dostawa części zamiennych i części ulegających zużyciu.

Darmowa infolinia czynna codziennie.

### INTEGRACJA I MODERNIZACJA

Prosimy o kontakt z naszą firmą, jeśli chcą Państwo zastosować konkretną metodę w swoim urządzeniu. Zaproponujemy najlepsze możliwe opcje.

Opracowane przez nas metody pomiarowe są sprawdzane za pomocą badań metrologicznych. Dzięki temu można je wykorzystywać do kontroli metrologicznej w badaniach przemysłowych oraz do przeprowadzania badań ze znaną dokładnością.

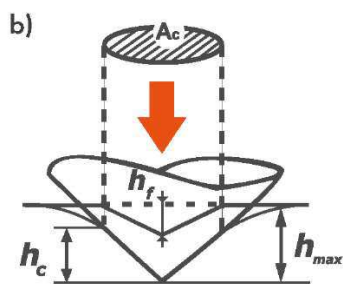
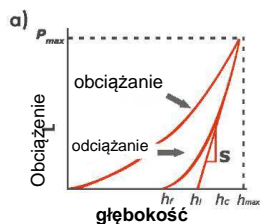
Przed zakupem istnieje możliwość przeprowadzenia pomiarów na Państwa próbkach.

Dzięki temu można dobrać najlepszą konfigurację urządzeń „NanoScan” dla konkretnych badań.

Zależy nam, aby urządzenia „NanoScan” rozwiązywały wymagane zadania wykorzystując najodpowiedniejsze metody.

Przyjmujemy zamówienia na pojedyncze i złożone pomiary, a także na prace badawczo-rozwojowe.





**Rys. 2.** Typowa krzywa obciążenia - przesunięcia (a) oraz schemat kontaktu wgłębnika z powierzchnią (b). Parametry obliczania twardości i modułu sprężystości pokazano na rysunku.

### POMIARY TWARDOŚCI I MODUŁU SPRĘŻYSTOŚCI ZA POMOCĄ INSTRUMENTALNEJ PRÓBY WCISKANIA WGŁĘBNIKA

W urządzeniach „NanoScan” zastosowano metodę dynamicznego nano zagłębiania. Algorytm ten wykorzystuje pomiar i analizę danych przesunięcia obciążenia wciskanego wgłębnika. Technika ta stanowi również podstawę badań twardości w międzynarodowej normie ISO 14577. Typową krzywą doświadczalną obciążenia (P) w stosunku do głębokości (h) przedstawiono na Rys. 2. Obejmuje on część wykresu obciążania i odciążania.

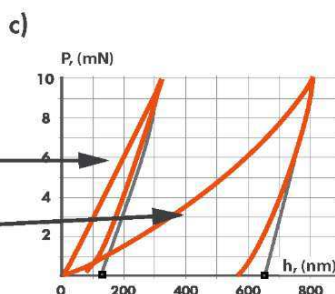
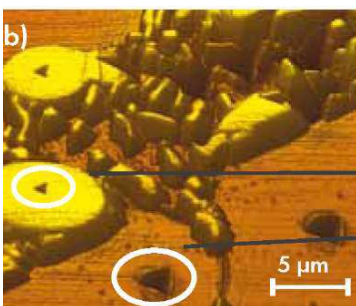
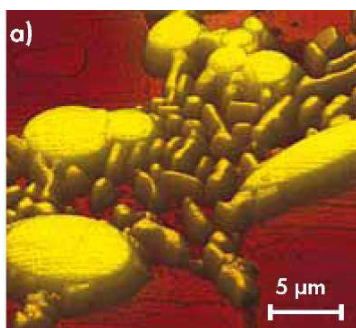
W tej metodzie twardość próbki określa się jako maksymalne obciążenie wciskanego wgłębnika  $P_{max}$  podzielone przez powierzchnię kontaktu  $A_c$ . Zmniejszona wartość modułu sprężystości jest odwrotnością  $\sqrt{A_c}$ . Stała zależy od geometrii wgłębnika. Sztywność kontaktową  $S$  określa się kątem nachylenia tangensa względem krzywej odciążania w punkcie  $P_{max}$ . Powierzchnię styku przy maksymalnym obciążeniu  $A_c$  określa się na podstawie geometrii wgłębnika oraz głębokości kontaktu  $h_c$  i opisuje funkcją geometrii końcówki  $A_c=f(h_c)$ .

$$H = \frac{P_{max}}{A_c}$$

$$E_r = \frac{1}{\beta} \cdot \frac{\sqrt{\pi}}{2} \cdot \frac{S}{\sqrt{A_c}}$$

$$S = \left( \frac{dP}{dh} \right)_{P=P_{max}}$$

Useinov A.S., Useinov S.S. Scratch hardness evaluation with in-situ pile-up effect estimation // Philosophical Magazine - vol. 92, wydanie 25-27 - 2012, str. 3188-3198



**Rys. 3. Stop aluminium D16.** Topografia powierzchni: przed indentacją (a), po indentacji (b), krzywa obciążenia-przesunięcia dla faz o różnych właściwościach (c).

### BADANIE MATERIAŁÓW WIELOFAZOWYCH

Badanie właściwości materiałów wielofazowych wymaga precyzyjnego ustawienia wgłębnika w określonych miejscach powierzchni, odpowiadającym poszczególnym składnikom. Skaningowe nanotwardościomierze „NanoScan” łączą funkcję mikroskopu z sondą skanującą i twardościomierza. Urządzenie umożliwia uzyskanie trójwymiarowej topografii powierzchni próbki wielofazowej, a następnie określenie lokalizacji pomiaru w powiązaniu z powstałym obrazem.

Dokładność ustawienia wgłębnika względem powierzchni podczas pomiaru wynosi ok. 10 nm w płaszczyźnie XY.

Przykład: Próbką aluminium D16 (Rys. 3). Obrazy topografii tego samego obszaru powierzchni przed i po serii pomiarów.

Useinov A.S., Useinov S.S. Scratch hardness evaluation with in-situ pile-up effect estimation // Philosophical Magazine - vol. 92, wydanie 25-27 - 2012, str. 3188-3198

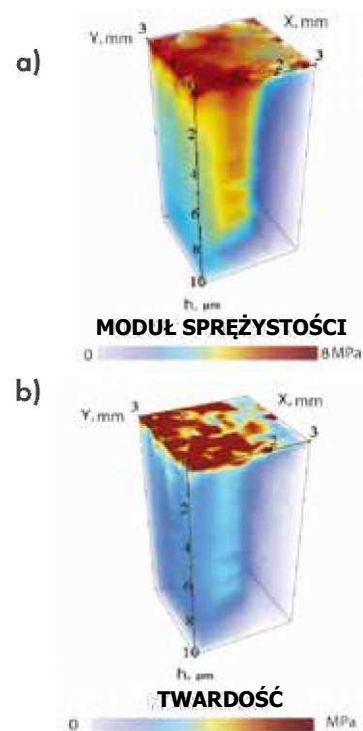


## TOMOGRAM WŁAŚCIWOŚCI MECHANICZNYCH

Standardowe badanie nano zagłębienia (ISO 14577) określa właściwości mechaniczne w danym miejscu dla pojedynczej głębokości w materiale. W „NanoScan” zastosowano technikę obciążenia i częściowego odciążenia (PUL). Technika PUL umożliwia pomiar zależności głębokości od właściwości mechanicznych podczas pojedynczej próby wciskania wgłębnika. Najpierw obciążenie zwiększa się do pewnej wartości, a następnie przeprowadza kilka cykli obciążania i odciążania. Każdy cykl PUL składa się z 2 etapów: zmniejszenie obciążenia do pewnej części wartości maksymalnej i zwiększenia obciążenia do większej wartości.

W „NanoScan” zastosowano także technikę tomografii twardości i modułu sprężystości warstwy powierzchniowej. Metoda ta łączy PUL z mapowaniem powierzchni (wykonanie serii badań na kwadratowym polu), dzięki któremu otrzymuje się trójwymiarowy rozkład właściwości mechanicznych (tomogram). Można stworzyć tomogram korzystając z analizy sztywności dynamicznej. Tomogram można stworzyć na powierzchni nieprzekraczającej 10 cm i do głębokości nie większej niż 200 μm. Rozdzielczość urządzenia pozwala na pomiar właściwości mechanicznych na głębokości rzędu kilkudziesięciu mikronów. Rozdzielczość boczną tomogramu określa się na podstawie plastycznych odcisków reszkowych. Zwykle mają one wielkość kilkudziesięciu mikronów.

Useinov A.S., Useinov S.S. Scratch hardness evaluation with in-situ pile-up effect estimation // Philosophical Magazine - vol. 92, wydanie 25-27 – 2012, str. 3188-3198



Rys. 4. Tomogram modułu sprężystości (a), tomogram twardości (b).

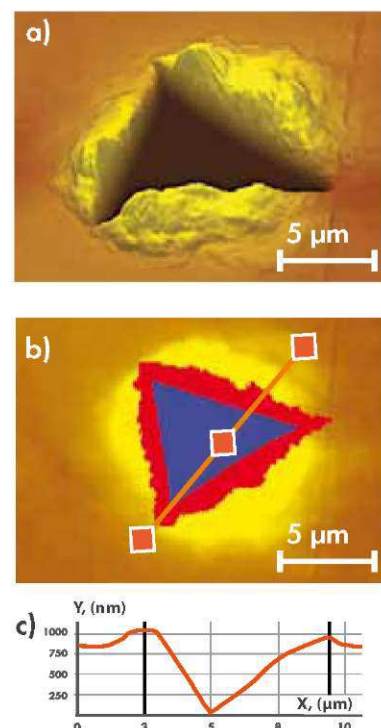
## POMIAR TWARDOŚCI Z WYKORZYSTANIEM RESZTKOWEGO ODCISKU WGLĘBNIKA

Skaningowy twardościomierz „NanoScan-3D” umożliwia przeprowadzanie badań twardości metodą odcisku reszkowego (ISO 6507-1:2005). W porównaniu do tradycyjnych twardościomierzy, pomiar wymiarów odcisku przeprowadza się w trybie mikroskopii z sondą skanującą (SPM). Wgłębienie oraz trójwymiarowy obraz odcisku uzyskuje się przy pomocy tego samego czujnika sondy przy jednym pomiarze. Jako wgłębnik stosuje się trójkątną piramidę Berkowitza, z kątem wierzchołkowym 140° i promieniem krzywizny końcówki ok. ~ 50 nm. W ramach metody odcisku reszkowego twardość określa się jako stosunek maksymalnego przyłożonego obciążenia do powierzchni odcisku reszkowego, zmierzony na podstawie obrazu SPM:

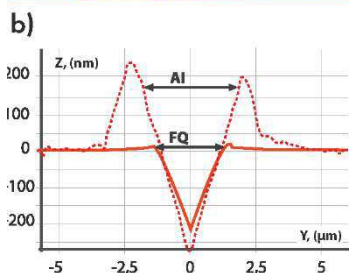
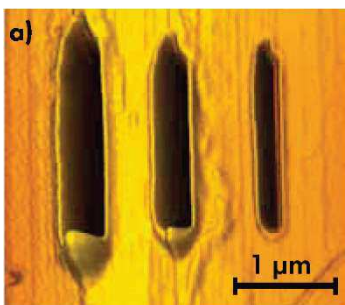
$$H = \frac{P_{max}}{A_c}$$

W przypadku powstania nawarstwień plastycznych przy obwodzie odcisku reszkowego, obraz trójwymiarowy umożliwia określenia powierzchni nawarstwień i uwzględnienia tej wartości przy obliczaniu twardości. Do automatycznego pomiaru powierzchni zagłębienia z uwzględnieniem nawarstwień wprowadzono specjalne oprogramowanie (Rys. 5).

Useinov A.S., Useinov S.S. Scratch hardness evaluation with in-situ pile-up effect estimation // Philosophical Magazine - vol. 92, wydanie 25-27 – 2012, str. 3188-3198



Rys. 5. Odcisk zagłębienia na powierzchni tytanowej 99% (a); przykład zautomatyzowanego obliczania powierzchni (b); profil odcisku zagłębienia (c).



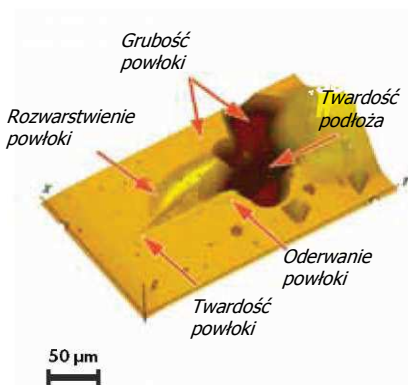
**Kalibracja:**

$$H_{ref} = k \frac{P_1}{b_1^2} \Rightarrow k = \frac{H_{ref} b_1^2}{P_1}$$

**Pomiar:**

$$H_2 = k \frac{P_2}{b_2^2}$$

**Rys. 6.** Przykłady profilu przekroju resztkowego rowku zarysowania dla kwarcu spiekanego (linia ciągła) i aluminium (linia przerywana). Strzałki wskazują szerokość obszaru kontaktu węgelnika i materiału podczas próby zarysowania.



**Rys. 7.** Zarysowanie bardzo cienkiej powłoki (diamentowej) przy powiększeniu liniowym obciążenia na podłożu krzemowym

## BADANIE TWARDOŚCI RYSKOWEJ

Badanie twardości ryskowej w urządzeniach „NanoScan” polega na zarysowaniu powierzchni próbki, a następnie zobrazowaniu powstałych śladów zarysowań. Uzyskane zarysowania można następnie skanować korzystając z trybu AFM/SPM. Przed pomiarami, na próbce referencyjnej kalibruje się kształt węgelnika przy kilku określonych obciążeniach.

Wartość twardości materiału oblicza się w porównaniu do twardości odniesienia jako proporcję między obciążeniami oraz szerokością zarysowań na materiałach badanych i referencyjnych. Normalny i boczny powrót pełzaniowy materiałów określa się korzystając z wykresu zarysowań. Badania porównawcze wykazują dobrą korelację tej techniki z innymi metodami pomiaru twardości (Tabela 2).

Obraz reszkowego śladu zarysowania umożliwia analizę nawarstwień wokół obrazu. Metoda zarysowania uwzględnia wpływ wymiarów i postaci nawarstwień na wartość twardości.

Tabela 2. Porównawcze badania twardości

Materiał	P, mN, obciążenie normalne	R <sup>scr<sub>xy</sub></sup> , % powrót pełzaniowy szerokości zarysowania	R <sup>scr<sub>z</sub></sup> , % powrót pełzaniowy głębokości zarysowania	R <sup>scr<sub>z</sub></sup> , % powrót pełzaniowy głębokości indentacji	H <sup>scr</sup> GPa twardość ryskowa	H <sup>NI</sup> , GPa twardość nano zagłębienia
Kwarc spiekany	20	15	47	46	Ref.	10,1
Szkło	20	16	49	44	9,7	9,3
Bi <sub>2</sub> Te <sub>5</sub>	7,6	13	23	30	2,6	2,8
Ni	15	10	15	13	4,7	4,8
Al	1,7	1	3,2	4,2	0,5	0,6

Useinov A.S., Useinov S.S. Scratch hardness evaluation with in-situ pile-up effect estimation // Philosophical Magazine - vol. 92, wydanie 25-27 – 2012, str. 3188-3198

## POMIAR WŁAŚCIWOŚCI MECHANICZNYCH MATERIAŁÓW I CIENKICH POWŁOK (TWARDOŚĆ, PRZYCZEPNOŚĆ, GRUBOŚĆ) METODĄ BADANIA ZARYSOWANIA PRZY ZMIENNYM OBCIĄŻENIU

Powłoki cienkowarstwowe są powszechnie stosowane jako powłoki ochronne i zabezpieczające przed zużyciem na różnego rodzaju przedmiotach. Prawidłowe pomiary właściwości mechanicznych tych powłok bez wpływu podłoża stanowią istotne zadanie dla nowoczesnych systemów kontroli jakości. Nanotwardościomierze skaningowe z serii „NanoScan” umożliwiają pomiar twardości powłok z wykorzystaniem różnych metod dla szerokiego zakresu grubości. Obecnie najpopularniejszą metodą pomiaru właściwości fizykomechanicznych powłok cienkich jest metoda instrumentalnego wciskania węgelnika. Jednak istnieją czynniki powodujące błędy metodologiczne w tej metodzie pomiarowej. Najbardziej krytycznymi z nich są: nierówność powierzchni, naprężenia szczątkowe oraz tzw. „efekt podłoża”, który polega na tym, że reakcja materiału w układzie powłoka-cienka-podłoże zależy zarówno od właściwości powłoki jak i właściwości podłoża. Metoda próby zarysowania (zarysowania i analiza profilu zarysowań) posiada kilka zalet w stosunku do metody wciskania węgelnika w przypadku pomiaru twardości powłoki w skali nano. Bezpośrednia obserwacja reszkowego śladu zarysowania za pomocą SPM pozwala na zminimalizowanie wpływu dominującego odkształcenia elastycznego, które jest typowe w przypadku metod wciskania węgelnika. Zarysowanie przy zmiennym obciążeniu (Rys. 7) umożliwia określenie kilku parametrów powłoki w jednym pomiarze: powierzchni interakcji elastycznej, obciążenia ograniczającego przy którym zaczyna się odkształcenie plastyczne (widoczny ślad na powierzchni), oddzielenia i rozwarstwienia powłoki.

Useinov A.S., Useinov S.S. Scratch hardness evaluation with in-situ pile-up effect estimation // Philosophical Magazine - vol.92, wydanie 25-27 - 2012 - str. 3188-3198

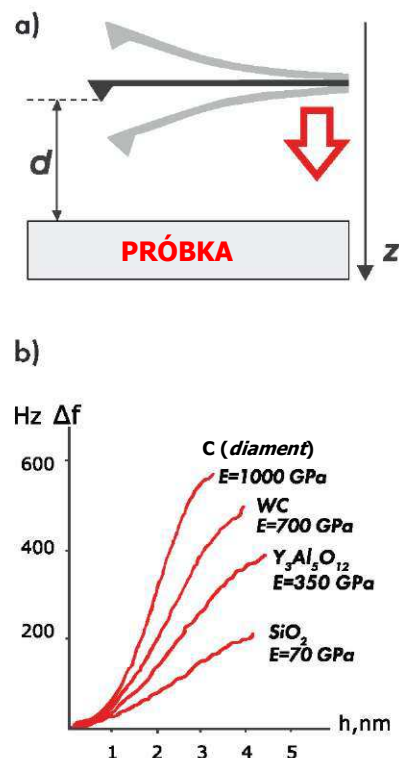
## POMIAR MODUŁU SPRĘŻYSTOŚCI SPEKTROSKOPIĄ SIŁ

Twardościomierze skaningowe „NanoScan” są w stanie mierzyć wartość ilościową modułu sprężystości. Metoda ta polega na oscylowaniu czujnikiem sondy przy jednoczesnym obciążaniu. Amplituda oscylacji nie przekracza 10 nm, a częstotliwość wynosi ok. 10 kHz. W momencie kontaktu diamentowego wgłębnika z powierzchnią, częstotliwość wzrasta wraz ze wzrostem obciążenia.

Według opisu analitycznego na podstawie modelu Hertza, zależność nachylenia częstotliwości od przesunięcia sondy (krzywa zbliżania-oddalania) jest proporcjonalna do modułu sprężystości materiału.

Przed badaniem urządzenie kalibruje się na materiałach referencyjnych o znanych wartościach modułu sprężystości. Otrzymaną wartość modułu sprężystości ocenia się jako proporcję między nachyleniem krzywych zbliżania-oddalania oraz referencyjnym modułem sprężystości (Rys. 8). Jest to metoda nieniszcząca.

Użyta w badaniu warstwa materiału może mieć zaledwie 100 nm. Można zmierzyć moduł sprężystości cienkich powłok bez wpływu podłoża. Pomiar porównawczy na różnych materiałach wykazały prawidłowe wartości modułu sprężystości w szerokim zakresie.



**Rys. 8.** Schemat pomiarowy krzywej zbliżania-oddalania (a); nachylenie krzywej  $\Delta f$  charakteryzuje moduł sprężystości materiału (b).

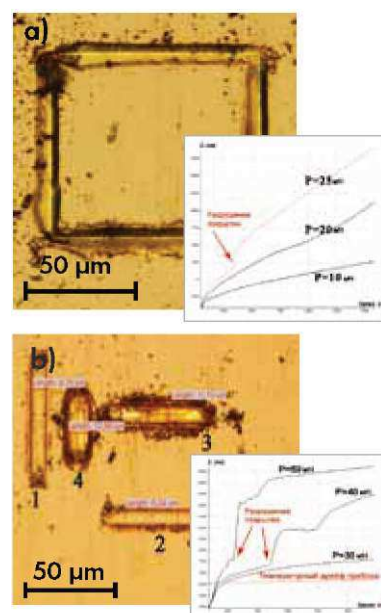
Useinov A.S., Useinov S.S. Scratch hardness evaluation with in-situ pile-up effect estimation // Philosophical Magazine - vol.92, wydanie 25-27 - 2012 - str. 3188-3198

## POMIAR ODPORNOŚCI NA ŻUŻYCIE

W urządzeniach „NanoScan” można również przeprowadzać badania odporności powłok na zużycie.

Zasada badania wykorzystuje konkretny ruch wgłębnika przy utrzymaniu stałego normalnego obciążenia i rejestrowaniu normalnego przesunięcia wgłębnika. Ze względu na zużycie materiału, wgłębnik wejdzie dalej w głąb powierzchni. Po pewnym czasie wgłębnik przerwie powłokę i dotrze do podłoża, co wskazuje nachylenie wykresu zużycia.

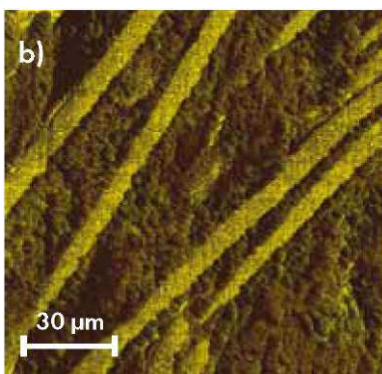
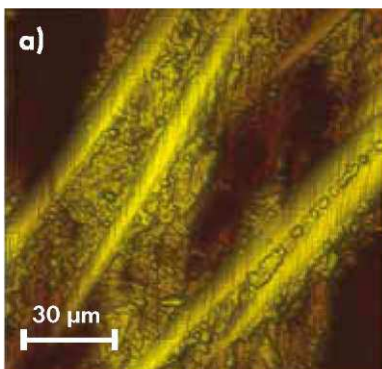
Do pomiaru używa się standardowych trójkątnych końcówek. W tym przypadku wgłębnik porusza się prostopadle („po kwadracie”) biorąc pod uwagę jego asymetrię (Rys. 9a). Można również stosować wgłębniki kuliste wykonane z innych materiałów. Wtedy wgłębnik porusza się ruchem posuwisto-zwrotnym (Rys. 9b).



**Rys. 9.** Badania „po kwadracie” z wykorzystaniem trójkątnego wgłębnika diamentowego (a); wyniki próby zużywalności dla kulistego wgłębnika szafirowego (b). Na wykresach oś odcięta T jest czasem badania w sekundach, oś rzędna Z jest średnią penetracją wgłębnika w powierzchnię próbki.

Useinov A.S., Useinov S.S. Scratch hardness evaluation with in-situ pile-up effect estimation // Philosophical Magazine - vol. 92, wydanie 25-27 - 2012, str. 3188-3198

## SKANOWANIE UKSZTAŁTOWANIA POWIERZCHNI Z JEDNOCZESNYM MAPOWANIEM ROZKŁADU WŁAŚCIWOŚCI MECHANICZNYCH



**Rys. 10.** Kompozytowe włókna węglowe. Ukształtowanie powierzchni (a); mapa modułu sprężystości (b)

Nanotwardościomierz skaningowy „NanoScan” tworzy trójwymiarowe obrazy ukształtowania powierzchni metodą SPM. Skanowanie przeprowadza się w trybie półkontaktowym za pomocą wgłębnika diamentowego zamontowanego na sondzie piezoceramicznej. Tryb oscylacji sondy pozwala na uzyskanie dodatkowych informacji na temat struktury i właściwości mechanicznych próbek.

Uzyskany obraz stanowi mapę właściwości elastycznych i lepkości powierzchni. W przypadku mikroskopów z sondą skanującą pracujących w środowisku otwartym rzeczywista rozdzielczość uzyskana podczas skanowania jest ograniczona punktem kontaktu wgłębnika i powierzchni. Rozdzielczość w płaszczyźnie XY wynosi ok. 10 nm oraz maksymalnie 1 nm w osi Z.

Rys. 10 przedstawia rzeźbę powierzchni oraz mapę rozkładu modułu sprężystości .

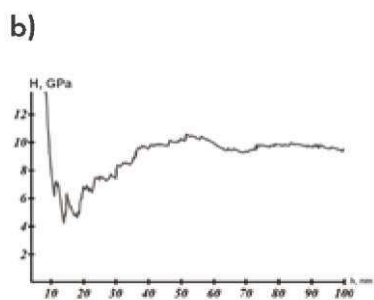
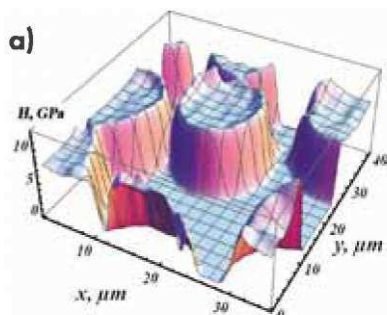
Useinov A.S., Useinov S.S. Scratch twardość evaluation with in-situ pile-up effect estimation // Philosophical Magazine - vol.92, wydanie 25-27 - 2012 - str. 3188-3198

## POMIAR TWARDOŚCI DYNAMICZNEJ

Urządzenia „NanoScan” dają również możliwość pomiaru twardości dynamicznej. Metoda ta wykorzystuje jednocześnie przetwarzanie oscylacyjnego i prostego ruchu wgłębnika. Nierówności powierzchni mają w tym przypadku mniejszy wpływ niż w nano twardości zagłębienia pseudostatycznego. Metoda ta wymaga jednak informacji na temat wartości modułu sprężystości. W tego typu pomiarach ostatecznie korzysta się z poniższego wzoru:

$$\frac{H}{E^2} = \frac{F}{\pi} \left( \frac{f_0}{\Delta f} \cdot \frac{1}{k} \right)^2$$

gdzie  $F$  i  $\Delta f$  oznaczają zmianę częstotliwości rezonansu i siły - oba parametry mierzy się podczas skanowania, a  $f_0$  i  $k$  oznaczają częstotliwość rezonansu i sztywność dynamiczną. Pozostałe dwa parametry określa się podczas procedury kalibracji i uważa za stałe w kolejnych pomiarach. Na podstawie tego równania można określić  $H/E^2$ , (wartość  $H$  lub  $E$ , jeśli znana jest ta druga) jako funkcji głębokości lub współrzędnych powierzchni. Poniżej przedstawiono przykładową mapę twardości twardego włókna szklanego w miękkiej matrycy (Rys. 11a) oraz twardość spiekanej krzemionki względem jej głębokości (Rys. 11b). W obu przypadkach moduł sprężystości wzięto z innych źródeł.



**Rys. 11.** Mapa twardości twardego włókna szklanego w miękkiej matrycy (a); twardość spiekanej krzemionki a głębokość zagłębienia (b).

Useinov A.S., Useinov S.S. Scratch twardość evaluation with in-situ pile-up effect estimation // Philosophical Magazine - vol.92, wydanie 25-27 - 2012 - str. 3188-3198

## POMIARY WŁAŚCIWOŚCI MECHANICZNYCH I PROFILU POWIERZCHNI NA PODSTAWIE LINIOWEJ DO 10 MM



W trybie profilometru, nanotwardościomierz skaningowy „NanoScan-3D” umożliwia pomiar profilu powierzchni na podstawie liniowej do 10 mm. Dostępna do pomiaru zmiana podniesienia profilu powierzchni wynosi 3 mm. Granica poziomej rozdzielczości profilogramu - 100 nm, w pionie - 10 nm. Profil powierzchni mierzy się w trybie przykładania sondy. Siła wywierana na powierzchnię podczas pomiaru nie przekracza 10  $\mu\text{N}$ , dzięki czemu powierzchnia nie ulega odkształceniu.

**Rys. 12.** Tuleja (a) oraz odpowiadający jej profil powierzchni cylindrycznej (b).

### Obszary zastosowania:

- Kontrola przybliżonych nierówności powierzchni produktów
- Kontrola kształtu powierzchni złożonych
- Wyszukiwanie obiektów o małych rozmiarach i precyzyjne ustawianie
- Określanie płaskości i płytek równoległych do płaszczyzny

Useinov A.S., Useinov S.S. Scratch hardness evaluation with in-situ pile-up effect estimation // Philosophical Magazine - vol. 92, wydanie 25-27 – 2012, str. 3188-3198

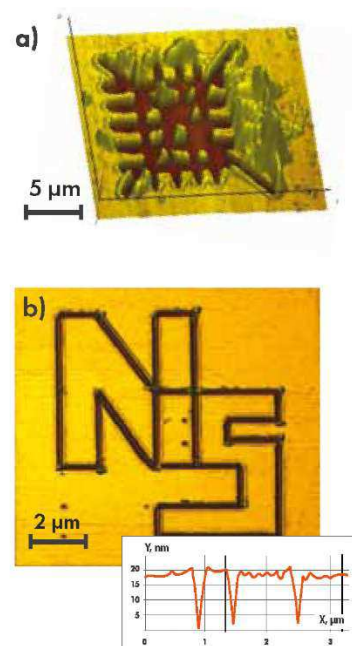
## NANOLITOGRAFIA MECHANICZNA

Urządzenia „NanoScan” zapewniają szeroki zakres możliwości precyzyjnej mikroobróbki mechanicznej i nanolitografii. Zastosowanie diamentowej końcówki umożliwia cięcie niemal wszystkich znanych materiałów. Kontrola obciążenia w trakcie procesu cięcia przy rozdzielczości 10  $\mu\text{N}$  pozwala na uzyskanie niezmiennych nacięć o szerokości 100 nm i głębokości kilku nanometrów (Rys. 13). Maksymalna głębokość nacięcia sięga kilku mikronów.

Zastosowanie wysoko precyzyjnych nanonastawników oraz mechanicznych liniowych płytek translacyjnych pozwala uzyskać precyzję ustawienia diamentowej końcówki rzędu 10 nm na powierzchni 100 x 100  $\mu\text{m}$  oraz ok. 1  $\mu\text{m}$  na powierzchni 100 x 100 mm.

Efekt mikroobróbki powierzchni można kontrolować za pomocą tej samej końcówki diamentowej przeprowadzając skanowanie w trybie sondy mikroskopu lub za pomocą cyfrowego mikroskopu optycznego.

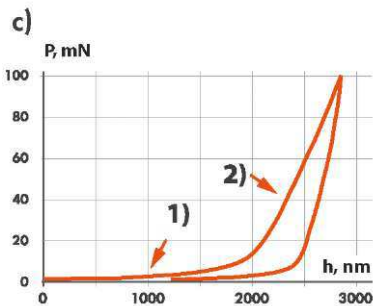
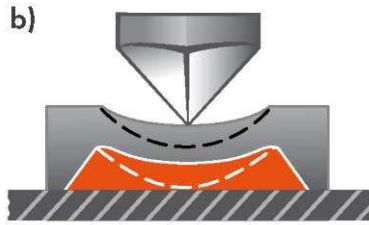
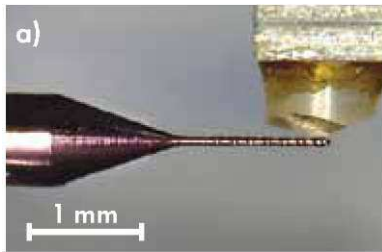
Tryb nanolitografii mechanicznej można wykorzystać do tworzenia nieregularnych struktur na powierzchni (Rys. 13b), usuwania powłok tlenkowych, czyszczenia z powłok na wybranych obszarach powierzchni (Rys. 13a) oraz do regulacji geometrii elementów układów mikroelektronicznych i mikromechanicznych (MEMS).



**Rys. 13.** Usuwanie złotej powłoki z podłoża diamentowego (a); napis wykonany poprzez nacinanie powierzchni ze spiekanej krzemionki; profil nacięcia (b).

Useinov A.S., Useinov S.S. Scratch twardość evaluation with in-situ pile-up effect estimation // Philosophical Magazine - vol.92, wydanie 25-27 - 2012 - str. 3188-3198

## POMIAR SZTYWNOŚCI MIKROMECHANICZNEJ



Do kontroli sztywności mikrouządzeń (Rys. 14a), parametrów mechanicznych belek i membran za pomocą nanotwardościomierza „NanoScan” stosuje się pomiar zależności obciążenia od przesunięcia (zob. Str. 16). Stosuje się również tryb wielu cykli obciążania i odciążania za pomocą węgelnika. Wyniki takich badań pozwalają określić sztywność (zgodność) membrany lub belki, maksymalne ugięcie membrany oraz liczbę cykli obciążania do uszkodzenia.

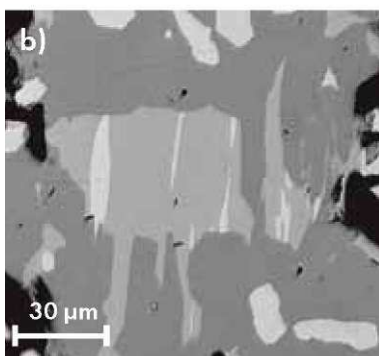
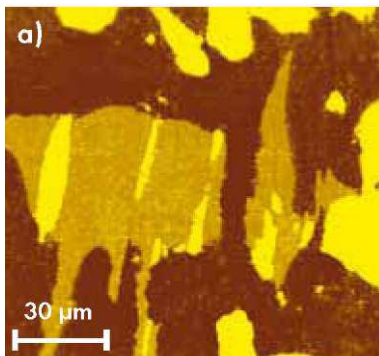
Rys. 14 b, c przedstawia schemat pomiaru właściwości membrany.

W celu zapewnienia dokładnego ustawienia węgelnika w Nanoscan stosuje się zarówno cyfrowy mikroskop optyczny o wysokiej rozdzielczości jak i tryb wstępnego skanowania powierzchni przed pomiarem.

Obszary zastosowania: mikroprzrządy, MEMS, NEMS.

**Rys. 14.** Pomiar sztywności mikroświdra (a). Schemat pomiaru właściwości membrany (b). Krzywa obciążania-odciążania (c): 1 – sztywność i ugięcie membrany; 2 – oparcie membrany na podłożu.

Useinov A.S., Useinov S.S. Scratch hardness evaluation with in-situ pile-up effect estimation // Philosophical Magazine - vol. 92, wydanie 25-27 – 2012, str. 3188-3198



## POMIAR WŁAŚCIWOŚCI ELEKTRYCZNYCH POWIERZCHNI

Wgłębnik z przewodzącego diamentu uszlachetnianego borem umożliwia pomiar przenoszenia się rezystancji w trybie skanowania i wciskania węgelnika, aby otrzymać krzywą zbliżania-oddalania oraz CVC powierzchni styku o określonych wartościach zacisku i głębokości odcisku. Mapę rozkładu przewodności właściwej tworzy się skanując próbkę utrzymując stałe napięcie między próbką a węgelnikiem. Pomiar rozchodzenia się prądu na różnych punktach na powierzchni pokazuje różnice prądu i geometrię struktur lub wtrąceń powierzchni. Rys. 15a przedstawia mapę przewodności właściwej stopu AlCuO zawierającego fazę kwazikrystaliczną. Rys. 15b przedstawia obraz tego samego obszaru powierzchni uzyskany metodą mikroskopii elektronowej.

Pomiar prądu podczas indentacji umożliwia badanie niejednorodności głębokości materiału oraz kontrolowanie głębokości powłok oraz badanie przejścia fazy w półprzewodniku pod wpływem ciśnienia. Połączone przetwarzanie siły zacisku oraz głębokości odcisku pozwala na określenie rezystywności elektrycznej. CVC uzyskuje się w trybie stałego kontaktu przy zastosowaniu siły z zakresu od 0,1 do 100 mN. Zakres natężenia wynosi  $\pm 10V$ , a zakres prądu  $\pm 30\mu A$ , rozdzielczość pomiaru prądu wynosi nie mniej niż 10pA.

**Rys. 15.** Mikrostruktura powierzchni stopu Al Cu Co. Mapa przewodności właściwej (a); obraz z mikroskopu elektronowego (b).

Useinov A.S., Useinov S.S. Scratch hardness evaluation with in-situ pile-up effect estimation // Philosophical Magazine - vol. 92, wydanie 25-27 – 2012, str. 3188-3198

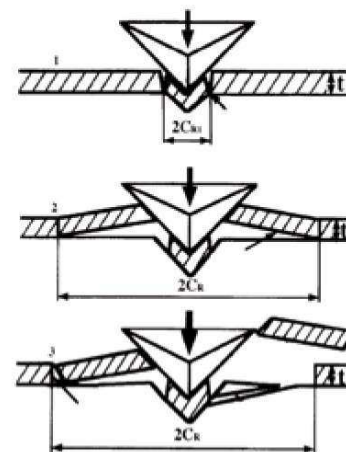
## POMIAR ODPORNOŚCI NA PĘKANIE

Jako miarę odporności materiałów na pęknięcia kruche, często stosuje się krytyczny współczynnik naprężenia  $K_c$  – odporność na kruche pęknięcie. Odporność na kruche pęknięcie jest jednym z najważniejszych parametrów powłoki opisującym jej odporność na zużycie. Standardową metodą badania kruchości jest zniszczenie materiału przez wciskanie wgłębnika w materiał i powodowanie pęknięć o różnej wielkości.

Odporność materiału na pęknięcie można określić przez jego zarysowanie. W takim przypadku wartość  $K_c$  wiąże się z krytyczną szerokością zarysowania, po której osiągnięciu odkształcenie elastyczne przekształca się w odkształcenie kruche. Znanych jest ponad 30 metod obliczania  $K_c$  za pomocą wartości przyłożonego obciążenia i długości pęknięcia. Najintensywniej bada się metody określania  $K_c$  cienkich powłok ze względu na trudny charakter procesów występujących w układzie powłoka-podłoże. Wciśnięcie wgłębnika przy niewielkiej głębokości powoduje pęknięcia promieniste lub półkoliste wzdłuż żeberek wgłębnika. W miarę zwiększania obciążenia, powłoka odwarstwa się od podłoża. Powstają pęknięcia kanałowe powodujące uszkodzenie podłoża oraz pęknięcia spiralne w miejscu odspojenia powłoki od podłoża.

Urządzenia „NanoScan” dysponują kilkoma metodami pomiaru odporności cienkich powłok na pęknięcie na podstawie zarysowań i instrumentalnej próby wciskania wgłębnika.

Useinov A.S., Useinov S.S. Scratch hardness evaluation with in-situ pile-up effect estimation // Philosophical Magazine - vol. 92, wydanie 25-27 – 2012, str. 3188-3198



Rys. 16. Schemat zniszczenia powłoki wskutek tworzenia się spękań

## WSPARCIE METROLOGICZNE LINIOWEGO POMIARU WYMIARÓW W NANOSKALI

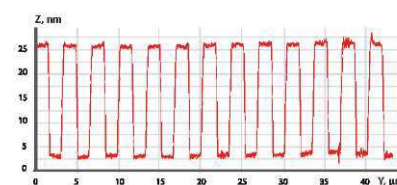
Określenie charakterystyki metrologicznej SPM oraz wsparcie metrologiczne liniowego pomiaru wymiarów w nanoskali są bardzo istotne w przypadku stosowania urządzeń do zadań procesowych i certyfikacyjnych oraz do kontroli produktów nanotechnologii. Nanoscan opracował mikroskop metrologiczny z sondą „NanoScan-3Di” z interferomierzem heterodynowo-laserowym. Moduł interferomierza zaprojektowano jako kompaktowe urządzenie wtykowe do przeprowadzania pomiarów w czasie rzeczywistym. Źródłem promieniowania jest laser He-Ne stabilizowany jednoczesotliwościowo (moc: 1 mW, długość fali 632,991084 nm, względna niestabilność częstotliwości optycznej powyżej  $3 \cdot 10^{-9}$  w czasie 8-godzinnej pracy).

Kontrolę właściwości metrologicznych zaprojektowanego urządzenia pomiarowego przeprowadzono za pomocą miar liniowych TGZ1, TGZ2 i TGZ3 skalibrowanych przez SPM w PTB (Niemcy). Tabela 3 przedstawia porównanie wyników uzyskanych za pomocą „NanoScan-3Di”. W przypadku wszystkich trzech miar wyniki mieszczą się w 95% przedziale ufności, który oszacowano za pomocą urządzeń niemieckich. Uzyskane wyniki poświadczają zastosowanie zaprojektowanego urządzenia jako etalonu liniowych pomiarów wymiarów w nanoskali, który umożliwia wsparcie możliwości śledzenia liniowych pomiarów wymiarów nanostruktur metodami mikroskopii z sondą skanującą.



Tabela 3

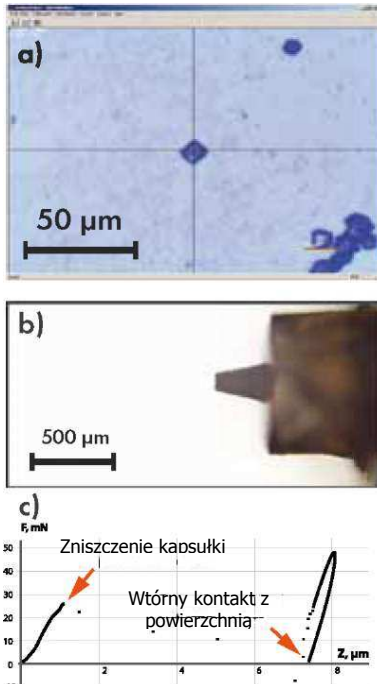
Miara	Wysokość stolika, nm	
	NanoScan	PTB (Niemcy)
TGZ1	18,1 ± 0,2	18,4 ± 1,0
TGZ2	100,0 ± 0,4	101,1 ± 1,6
TGZ3	488,0 ± 0,9	489,0 ± 1,8



Rys.17. Profil miary TGZ01 (21,4 nm) zmierzony urządzeniem „NanoScan”.

Useinov A.S., Useinov S.S. Scratch hardness evaluation with in-situ pile-up effect estimation // Philosophical Magazine - vol. 92, wydanie 25-27 – 2012, str. 3188-3198

## BADANIA MECHANICZNE MIKROOBIEKTÓW



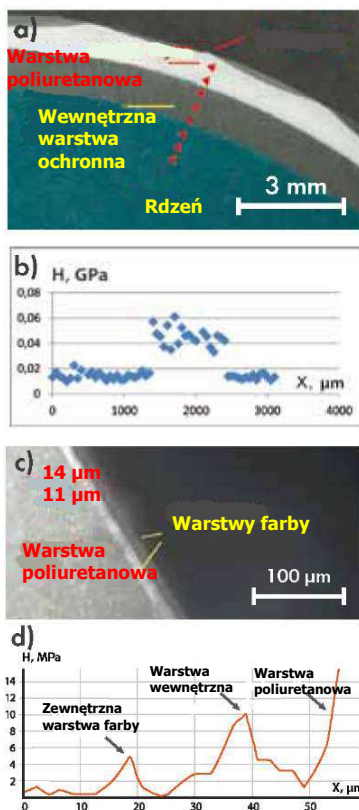
**Rys.18.** Ustawienie obiektu przez mikroskop (a), mikrograf płaskiego diamentowego wgłębnika (stempla) (b), obciążenie a przesunięcie zarejestrowane podczas ściskania kapsułki (c).

Wysoką precyzję wzajemnego ustawienia wgłębnika i próbki, oraz wykorzystanie wgłębników o różnej geometrii umożliwia zastosowanie urządzeń „NanoScan” do badań właściwości mechanicznych mikroobiektów. W szczególności istnieje sposób określenia trwałości mechanicznej mikrokapsulek polielektrolitowych wyprodukowanych z wykorzystaniem technologii LBL, w oparciu o następujące po sobie adsorpcje polikationów i polianionów na naładowanym podłożu.

Charakterystyczna średnica obiektów może wynosić od kilku do kilkuset mikronów. Dokładną geometrię obiektu określa się za pomocą mikroskopu optycznego. Jako końcówkę stosuje się płaski diamentowy stempel o określonej średnicy. Obciążenie po którym następuje zniszczenie kapsułki określa się na podstawie zarejestrowanej krzywej obciążenia-przesunięcia. Trwałość mechaniczną określa się na podstawie stosunku obciążenia do średnicy kapsułki.

Metodę tę stosuje się powszechnie w przypadku obiektów biologicznych, fragmentów barwnika wykorzystanego w tonerze oraz podczas badania niektórych materiałów ściernych.

Useinov A.S., Useinov S.S. Scratch hardness evaluation with in-situ pile-up effect estimation // Philosophical Magazine - vol. 92, wydanie 25-27 – 2012, str. 3188-3198



**Rys. 19.** Obrazy optyczne profilu próbki i twardości. Rdzeń, warstwa wewnętrzna, warstwa poliuretanowa (a), (b); warstwa poliuretanowa i dwie warstwy farby (c), (d).

## PROFILOWANIE WŁAŚCIWOŚCI MECHANICZNYCH

Ze względu na zautomatyzowane przeprowadzanie serii pomiarów wzdłuż określonej linii lub powierzchni, urządzenia „NanoScan” wyposażono w możliwość mapowania i profilowania właściwości mechanicznych.

Metoda ta jest ważna w badaniu obiektów, których struktura posiada niejednorodne właściwości mechaniczne. Na przykład piłeczka do golfa składa się z rdzenia i kilku warstw o różnych właściwościach, o grubości od kilku mikronów do kilku milimetrów (Rys. 19a). Pomiar można przeprowadzać na powietrzu albo w cieczy.

Oprogramowanie „NanoScan” umożliwia automatyczny pomiar, profilowanie i mapowanie rozkładu twardości i modułu sprężystości na powierzchni od kilkudziesięciu mikronów do 100 milimetrów przy określonym skoku między punktami. Przykładowe zmierzone profile przedstawiono na Rys. 19b i 19d. Wyniki pomiarów właściwości przedstawiono w Tabeli 4.

**Tabela 4.** Właściwość różnych warstw piłeczki do golfa.

Parametr \ powierzchnia	rdzeń	wew. warstwa ochronna	warstwa poliuretanowa	wew. warstwa farby	zewn. warstwa farby
Grubość, um	-	1100	800	12	15
Twardość, MPa	15	45	15	10	5
Moduł sprężystości, MPa	100	600	150	80	60



## POMIARY MIKROTWARDOŚCI METODĄ VICKERSA

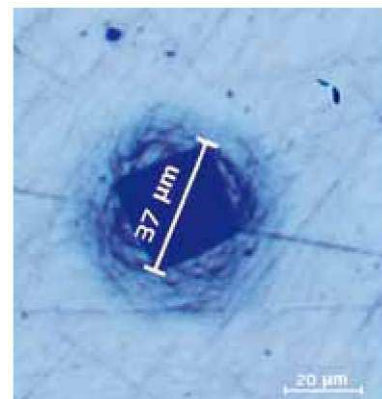
Nanotwardościomierz „NanoScan-4D” umożliwia pomiary mikrotwardości na obrazie reszkowego odcisku. Tę metodę wykorzystuje się w zwykłych mikrotwardościomierzach.

Piramidę Vickersa używa się jako wgłębnik (kąt pomiędzy przeciwnymi bokami wynosi 136 stopni). Pomiary są możliwe dzięki mikroobrazom optycznym. Twardość HV oblicza się jako maksymalne obciążenie przyłożone do wgłębnika podzielone przez powierzchnię reszkowego odcisku, zmierzoną za pomocą jego obrazu:

$$HV = \frac{P}{F_{\text{noz}}} = \frac{1,8544 \cdot P}{d^2}$$

d – średnia długość czworokątnego odcisku (mm), P – obciążenie maksymalne (kgf).

Pomiar twardości metodą Vickersa jest jedną z popularniejszych metod pomiaru twardości. Połączenie tej metody z innymi sposobami pomiaru nanotwardości umożliwia porównanie i określenie twardości na różnych skalach.



**Rys. 20.** Odcisk przy typowym pomiarze twardości. Obciążenie wynosi 200 g. Twardość: 270 HV 0.2.

Useinov A.S., Useinov S.S. Scratch hardness evaluation with in-situ pile-up effect estimation // Philosophical Magazine - vol. 92, wydanie 25-27 – 2012, str. 3188-3198

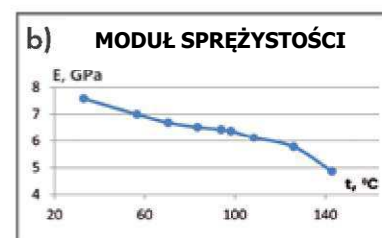
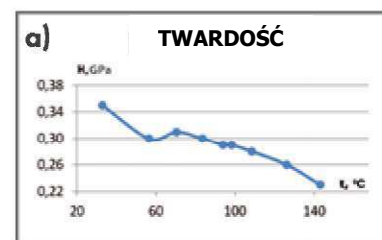
## POMIAR ZALEŻNOŚCI TEMPERATURY OD WŁAŚCIWOŚCI MECHANICZNYCH

Etap ogrzewania z kontrolą ogrzewania stosuje się do pomiarów właściwości mechanicznych materiałów w wysokiej temperaturze. Etap ogrzewania umożliwia podgrzanie próbki do temperatury 400°C i przeprowadzenie wszelkiego typu prób mechanicznych zastosowanych w „NanoScan-4D”. Dokładność danej temperatury utrzymuje się poziomie 0,1°C.

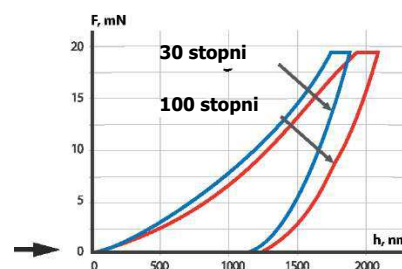
Wynikami badań są następujące charakterystyki materiału w określonej temperaturze: twardość, moduł sprężystości, powrót pełzaniowy, odporność na pękanie, odporność na zużycie itp.

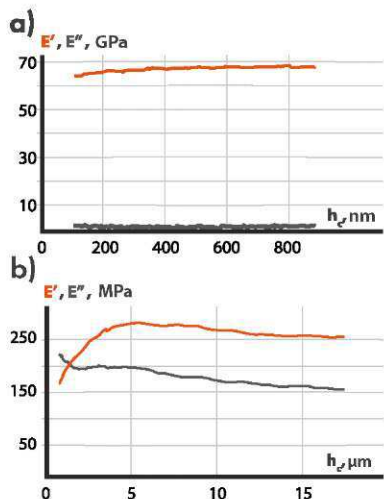
Standardowe wymiar próbki do badań temperaturowych w „NanoScan” wynoszą 25x25x10 mm.

Przykładowo Rys. 21 a, b przedstawia wykresy twardości i modułu sprężystości w zależności od temperatury dla polimetakrylanu (PMMA) w temp. 140°C.



**Rys. 21.** Wykres twardości i modułu sprężystości PMMA w zależności od temperatury (a) krzywa obciążenia-przesunięcia w temp. 30°C i 100°C, zmierzona na próbce PMMA (b) moduł sprężystości.





**Rys. 22.** Pomiar modułu sprężystości  $E'$  i modułu stratności  $E''$  spiekanej krzemionki (a); bitumu (b).

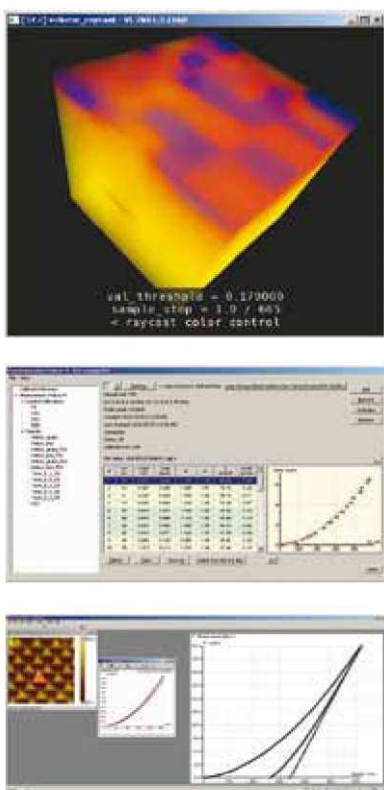
## POMIAR SZTYWNOŚCI DYNAMICZNEJ

„NanoScan-4D” posiada możliwość pomiaru kwadratur przemieszczenia gdy do próbki zostaną przyłożone siły linearne i harmoniczne, zgodnie z tą techniką.

Wykorzystując uzyskane dane oblicza się rzeczywiste składowe wartości sztywności, a na tej podstawie oblicza się moduł sprężystości  $E'$  oraz  $E''$  odpowiadające składowym w fazie wstępnej i fazie 90°.

Typowy zakres roboczy częstotliwości nie przekracza 50 Hz. Jednak w trybie sprężania zakres roboczy można zwiększyć do 300 Hz.

## OPROGRAMOWANIE NANOSCAN



## OPROGRAMOWANIE NANOSCAN

- Automatyczne pomiary za pomocą instrumentalnej próby wciskania wgłębnika, sklerometrii, spektroskopii sił, metodami AFM i SPM
- Ustawienie parametrów przy pomocy mikroskopu optycznego lub za pomocą obrazu ukształtowania powierzchni uzyskanego metodą AFM lub SPM
- Wysoka wydajność przetwarzania danych dotyczących nano zagłębienia za pomocą obliczeń równoległych
- Elastyczne ustawianie raportów dotyczących zagłębienia
- Język makropoleceń umożliwia realizację losowej sekwencji pomiarów w trybie automatycznym
- Bogaty zestaw funkcji matematycznych pozwala na przeprowadzenie różnych konwersji, wykreślanie widm, filtrowanie, uzyskiwanie danych dwu- i trójwymiarowych oraz zbliżanie krzywych
- Dwu- i trójwymiarowe mapowanie rozkładu twardości i modułu sprężystości względem współrzędnych
- Obliczenie zmierzonych właściwości mechanicznych oraz parametrów zgodnie z odpowiednimi normami.



## **Testlab**

**Kontakt:** [sales@testlab.eu](mailto:sales@testlab.eu)

**tel.:** (+48) 22 633 84 90

**tel.:** (+48) 22 832 40 60

**[www.testlab.eu](http://www.testlab.eu)**

### **Adres:**

**Testlab Sp. z o.o. Sp. k.  
ul. Lutosławskiego 8  
01-649 Warszawa**