

На правах рукописи

Соловьев Владимир Витальевич

**РАЗРАБОТКА МЕТРОЛОГИЧЕСКОГО ОБЕСПЕЧЕНИЯ
ИЗМЕРЕНИЙ ГЕОМЕТРИЧЕСКИХ И МЕХАНИЧЕСКИХ
ВЕЛИЧИН МЕТОДАМИ ПОЛУКОНТАКТНОЙ
СКАНИРУЮЩЕЙ ЗОНДОВОЙ МИКРОСКОПИИ И
НАНОИНДЕНТИРОВАНИЯ**

Специальность: 05.11.15 «Метрология и метрологическое
обеспечение»

АВТОРЕФЕРАТ

диссертации на соискание ученой степени
кандидата технических наук

Москва, 2010 г.

Работа выполнена в Федеральном государственном учреждении «Технологический институт сверхтвердых и новых углеродных материалов» (ФГУ ТИСНУМ) и Федеральном государственном унитарном предприятии «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологической службы»

Научный руководитель:

Доктор технических наук

В.Г. Лысенко

Официальные оппоненты:

**Доктор технических наук,
профессор**

В.А. Вышлов

**Кандидат технических наук,
доцент**

Ю.Л. Николаев

Ведущая организация: ОАО «НИИИзмерения», г. Москва

Защита состоится " __ " _____ 2010 г. в __ часов на заседании диссертационного совета Д 308.001.01 в ФГУП "ВНИИМС" по адресу: 119361, Москва, ул. Озерная, 46.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке ФГУП «ВНИИМС».

Автореферат разослан " " 2010 г.

Ученый секретарь диссертационного совета

Доктор технических наук



В.Г. Лысенко

Введение

В начале 21-го века темпы технического прогресса стали зависеть от применения искусственных объектов нанометровых размеров. Созданные на их основе вещества называют наноматериалами, а способы их производства и применения – нанотехнологиями.

Разработки в областях микроэлектроники, материаловедения, создания конструкционных и других функциональных наноструктурированных материалов требуют создания средств измерений (СИ), позволяющих контролировать рабочие параметры объектов микрометровых размеров на всех стадиях их жизненного цикла. Разработка метрологического обеспечения подобных СИ является неотъемлемой частью развития приборной базы нанотехнологий.

Актуальность темы

Переход к наноразмерным структурам открывает новые возможности для энергетики, электроники, материаловедения и других сфер научно-производственной деятельности. Это связано с тем, что в основе создания новых материалов лежит так называемый «размерный эффект» (изменение функциональных свойств материалов за счет уменьшения характерного размера структурных составляющих). Создание наноструктурированных конструкционных материалов является одним из приоритетных направлений развития нанотехнологий в Российской Федерации. Развитие данного направления невозможно без разработки и оснащения лабораторий универсальными средствами измерения для комплексного исследования рабочих параметров нанообъектов.

Свойства наноструктурированных материалов напрямую зависят от характерных геометрических размеров и механических параметров их структурных составляющих. Аттестация наноматериалов требует использования средств измерения, которые позволяют контролировать геометрические и механические параметры с нанометровой точностью. Для

решения подобных задач чаще всего используются сканирующие зондовые микроскопы (СЗМ), работающие на различных физических принципах, а также нанотвердомеры.

В настоящее время активно развиваются измерительные комплексы, объединяющие в себе возможности сканирующих зондовых микроскопов и нанотвердомеров. Сочетание функций измерения линейных размеров и механических величин позволяет измерять механические свойства с привязкой к рельефу поверхности, что особенно важно при работе с многофазными наноструктурированными материалами. Примером такого оборудования являются «Nano Hardness Tester» (CSM-Instruments, Швейцария), Nano Indenter G200 (Agilent Technology, США), TI900 (Hysitron, США) и СЗМ «НаноСкан-3Д» (ФГУ ТИСНУМ, Россия).

В настоящее время научная и нормативно-методическая основы метрологического обеспечения подобного оборудования находятся на этапе развития, что затрудняет использование рассматриваемых приборов для конструкторских разработок и технологического контроля. В связи с этим проведение исследований с целью разработки метрологического обеспечения измерений геометрических и механических величин методами полуконтактной сканирующей зондовой микроскопии и наноиндентирования представляется весьма актуальной задачей.

Цель и задачи работы

Целью работы являлось создание основ метрологического обеспечения измерений геометрических и механических величин с помощью СЗМ с возможностью измерения механических свойств в субмикронном и нанометровом диапазонах линейных размеров на примере СЗМ «НаноСкан-3Д».

В ходе работы необходимо было решить следующие задачи:

1. Провести анализ существующего метрологического обеспечения измерений геометрических и механических величин в нанометровом диапазоне для определения методов и средств калибровки соответствующих средств измерений.

2. Разработать физическую и математическую модели СЗМ «НаноСкан-3Д», учитывающие его конструкционные и функциональные особенности при измерении линейных размеров.
3. Провести анализ составляющих погрешности измерения линейных размеров с помощью СЗМ «НаноСкан-3Д», а также определить методы и средства для оценки его метрологических характеристик.
4. Разработать физическую и математическую модели СЗМ «НаноСкан-3Д» и провести анализ составляющих погрешности измерения механических свойств. Определить методы и средства для оценки метрологических характеристик СЗМ «НаноСкан-3Д» как СИ механических величин.
5. Провести исследования материалов с различной структурой с целью разработки и аттестации набора стандартных образцов (мер), обеспечивающих возможность проведения калибровки СЗМ «НаноСкан-3Д» в качестве твердомера, а также контроля погрешности выполняемых на нем измерений.
6. Разработать и реализовать методы измерения механических свойств материалов с помощью СЗМ «НаноСкан-3Д». Разработать математические модели для оценки погрешности данных методов.
7. Провести экспериментальную проверку разработанных математических моделей, описывающих работу СЗМ «НаноСкан-3Д» как СИ геометрических и механических величин.
8. Разработать нормативно-методическую базу, содержащую требования к стандартным образцам, методикам калибровки и методикам измерений, условиям проведения измерений геометрических и механических величин методами полуконтактной СЗМ и наноиндентирования.

Научная новизна работы

1. Разработана физическая и математическая модели СЗМ «НаноСкан-3Д» как СИ линейных размеров.

2. Проведен анализ составляющих погрешности измерения линейных размеров с помощью СЗМ «НаноСкан-3Д».
3. Определены методы и средства оценки метрологических характеристик СЗМ «НаноСкан-3Д» как СИ линейных размеров.
4. Разработана физическая и математическая модели СЗМ «НаноСкан-3Д», позволившие определить методы и средства оценки его метрологических характеристик как СИ механических свойств.
5. Разработаны и реализованы методы измерения механических свойств материалов (метод измерительного динамического индентирования (ИДИ) и метод измерения твердости по площади восстановленного отпечатка) с помощью СЗМ «НаноСкан-3Д».
6. Разработаны научно-методические основы и проведена экспериментальная оценка метрологических характеристик СЗМ «НаноСкан-3Д» как СИ геометрических и механических величин.
7. Сделан научно обоснованный выбор материалов, на основе которых разработаны и аттестованы меры для калибровки СЗМ «НаноСкан-3Д» в качестве СИ механических свойств и контроля погрешности измерений.
8. На основе проведенных исследований сформулированы требования к условиям проведения измерений твердости методом ИДИ.
9. На основе проведенных исследований сформулированы требования к методикам калибровки нанотвердомеров.

Основные положения, выносимые на защиту

1. Теоретическая модель СЗМ «НаноСкан-3Д» в режиме измерения геометрических величин, состоящая из совокупности следующих элементов:
 - Математическая модель декартовой системы координат (ДСК), основанная на пьезокерамическом позиционере, оснащенный емкостными датчиками перемещений.

- Математическая модель датчика-кантилевера с алмазным наконечником, находящегося в контакте с исследуемой поверхностью.

- Математическая модель обратной связи системы сканирования.

- Модель влияния внешних факторов на величину погрешности измерений линейных размеров.

2. Теоретически доказано и экспериментально подтверждено, что погрешность измерений геометрических величин с помощью СЗМ «НаноСкан-3Д» определяется:

- в латеральной плоскости радиусом пятна контакта и нелинейностью емкостного датчика перемещения и не превышает 1% (но не менее 5 нм);

- в вертикальной плоскости деформацией поверхности, шумом емкостного датчика и его нелинейностью и составляет 1 % (но не менее 2 нм).

3. Теоретически доказано и экспериментально подтверждено, что погрешность измерений твердости методом измерительного динамического индентирования с помощью СЗМ «НаноСкан-3Д» определяется погрешностью систем сканирования и контроля прикладываемой нагрузки, а также погрешностью определения функции формы индентора и не превышает 12 %.

4. Теоретически доказано и экспериментально подтверждено, что значение погрешности метода измерения твердости по площади восстановленного отпечатка с помощью СЗМ «НаноСкан-3Д» определяется погрешностью систем сканирования и контроля прикладываемой нагрузки, а также погрешностью определения контактной границы восстановленного отпечатка и не превышает 13 %.

5. Теоретически обоснованный и экспериментально подтвержденный перечень требований, выполнение которых позволяет проводить измерения механических свойств методом ИДИ на масштабах менее 1 мкм.

6. Научно обоснованный перечень требований к методикам калибровки средств измерения механических свойств методом ИДИ на нанометровых масштабах.

Реализация и внедрение результатов исследования

Испытания с целью утверждения типа средства измерения СЗМ «НаноСкан-3Д» были успешно проведены Государственным центром испытаний средств измерений ФГУП «ВНИИМС». В результате СЗМ «НаноСкан-3Д» внесен в государственный реестр средств измерений под № 41675-09.

Разработанный алгоритм автоматического определения контактной площади восстановленного отпечатка зарегистрирован в качестве программы для ЭВМ под № 2009615041 и интегрирован в управляющую программу СЗМ «НаноСкан-3Д».

Разработаны и аттестованы меры для калибровки (поверки) СИ механических свойств на наномасштабах и контроля погрешности измерений

Разработанные методики калибровки (поверки) прибора и МВИ механических свойств с использованием СЗМ «НаноСкан-3Д» были успешно применены при проведении межлабораторных сличений, проходивших в ряде научно-исследовательских центров Российской Федерации, а также при выполнении Государственных контрактов (ГК 02.531.11.9005 от 29.10.2007, ГК №041/2008 от 24.10.2008, ГК 049/2008 от 05.11.2008).

ФГУП «ВНИИФТРИ» проведена калибровка СЗМ «НаноСкан-3Д» в качестве твердомера.

Разработаны и аттестованы новые МВИ геометрических и механических величин с использованием СЗМ «НаноСкан-3Д».

На основе проведенных экспериментальных исследований метода ИДИ разработаны и утверждены МИ 3262-2010 «ГСИ. Общие требования к выполнению измерений механических свойств материалов на масштабах менее 1 мкм методом измерительного динамического индентирования».

На основе проведенных исследований сформулированы требования к методикам калибровки нанотвердомеров. Разработан проект ГОСТ Р «ГСИ. Приборы для измерения твердости методом измерительного динамического индентирования. Методика калибровки».

По результатам проведенных исследований получены акты внедрения.

Публикации

По основным результатам выполненных исследований опубликовано 6 печатных работ, из которых четыре в реферируемых журналах, включенных в список ВАК.

Апробация работы

Материалы, изложенные в диссертационной работе, докладывались на следующих конференциях, совещаниях и семинарах:

1. Конференция «Новые перспективные материалы и технологии их получения (НПМ)-2007», Волгоград, 9 – 12 октября 2007 г.
2. IV Научно-практическая конференция «Нанотехнологии - производству 2007», Фрязино (Московская область), 28 - 30 ноября 2007г.
3. Первая международная научная конференция «Наноструктурные материалы – 2008: Беларусь-Россия-Украина», Секция 7 «Методы аттестации и сертификации наноматериалов», Минск, 22-25 апреля 2008 г.
4. The 2nd International Metrology Conference of Africa, S13-4, 22-25 апреля 2008, Tunisia.
5. Научная сессия НИЯУ МИФИ-2010, секция «Нанометрология», Москва, 25-31 января 2010 г.
6. Четвертая международная конференция «Современные достижения бионаноскопии», Москва, физический факультет МГУ, 15-18 июня 2010 г.
7. 7-ая международная конференция «Углерод: фундаментальные проблемы науки, материаловедение, технологии. Конструкционные и функциональные материалы (в том числе наноматериалы) и технологии их производства», г. Суздаль, Владимирский государственный университет, 17–19 ноября 2010 г.

Структура и объем диссертации

Диссертация состоит из введения, пяти глав, заключения, списка литературы и приложений. Объем диссертации составляет 152 страницы, включая 9 таблиц и 47 рисунков.

Содержание работы

Во Введении обосновывается актуальность работы, формулируются цели и задачи исследования, демонстрируется научная новизна полученных в ходе выполнения работы результатов, излагаются основные научные положения, выносимые на защиту.

В первой главе приводится анализ методов и средств метрологического обеспечения СИ геометрических и механических свойств материалов на микро- и нанометровых масштабах. Измерения геометрических параметров на нанометровых масштабах чаще всего осуществляются с помощью сканирующих зондовых микроскопов (СЗМ), работа которых основана на различных физических эффектах (туннельный, электрический силовой, магнитный силовой, резистивный и т.п.). В основном в качестве средств поверки СЗМ используются аттестованные материальные меры нанометрового диапазона, либо природные меры на основе различных природных кристаллов (кристаллический графит, золото и т.п.).

В процессе развития техники СЗМ стали возникать и постепенно решаться задачи исследования и измерения различных физических свойств нанообъектов: электрических, магнитных, оптических, механических и т.д. Для измерения механических характеристик материалов сегодня в основном применяются контактные методы (наноиндентирование, склерометрия).

Суть контактных методов измерения механических свойств заключается в измерении геометрических параметров поверхности, модифицированной с известной нагрузкой, а также фиксации определенных параметров (перемещение, прикладываемая нагрузка и т.д.) в процессе индентирования.

В 1992 г. У. Оливером и Дж. Фарром была разработана методика интерпретации измерительных данных, полученных в процессе ИДИ, благодаря которой можно измерить ряд механических параметров материала. Преимущество методики заключается в том, что ее можно использовать для измерения механических свойств тонких пленок и покрытий, а также наноструктурированных материалов.

Основные требования к проведению измерений методом ИДИ регламентируются международным стандартом ИСО 14577:2002, а также американским стандартом ASTM E2546-07. Несмотря на то, что метод ИДИ является наиболее распространенным способом определения механических свойств нанообъектов, в Российской Федерации соответствующая нормативная документация находится в стадии разработки. Поэтому создание приборно-инструментальной и нормативно-технической базы метрологического обеспечения измерений геометрических и механических величин на нанометровых масштабах является актуальной задачей.

Для реализации различных зондовых методов измерений геометрических и механических параметров материалов на нанометровых масштабах необходимо применять СИ, метрологические характеристики которых позволяют измерять линейные размеры с погрешностью порядка единиц нанометров и прикладываемую нагрузку с погрешностью порядка 10 мкН.

Примером оборудования, отвечающего таким требованиям, является СЗМ «НаноСкан-3Д», который производится в ФГУ ТИСНУМ (г. Троицк, Московская область).

Во второй главе приводится описание конструкции, отличительные особенности и принципы, лежащие в основе различных режимов работы СЗМ «НаноСкан-3Д». Данный прибор является универсальным средством, позволяющим проводить комплексное исследование как геометрических, так и механических параметров рельефа поверхности в рамках одного измерительного преобразователя.

СЗМ «НаноСкан-3Д» (рисунок 1) объединяет в себе возможности зондового микроскопа и нанотвердомера.



Рисунок 1 - Сканирующий зондовый микроскоп «НаноСкан-3Д»

Одним из главных отличий СЗМ «НаноСкан-3Д» является применение пьезорезонансного датчика-кантилевера камертонной конструкции с высокой изгибной жесткостью консоли ($\sim 2 \times 10^4$ Н/м), на конце которого закреплен алмазный наконечник (рисунок 2).

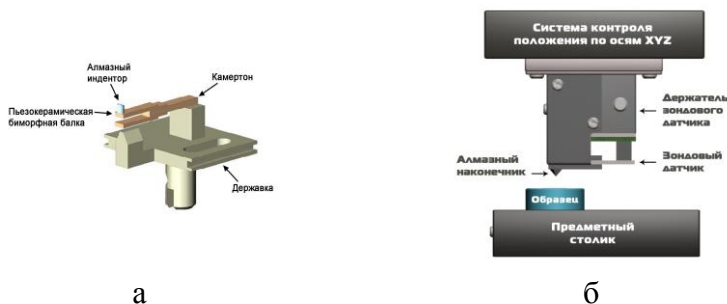


Рисунок - 2 Датчик-кантилевер и схема измерительной системы СЗМ «НаноСкан-3Д»

Использование режима резонансных колебаний позволяет осуществлять контроль контакта острия зонда с поверхностью по двум параметрам: изменение амплитуды и изменение частоты колебаний зонда. Измерение линейных размеров осуществляется путем построчного сканирования участка поверхности в полуконтактном режиме с записью сигнала обратной связи. При сканировании датчик-кантилевер (рисунок 2), включенный в автогенераторную схему, вводится в

контакт с поверхностью, при этом в результате механического взаимодействия происходит изменение частоты и амплитуды его колебаний.

Изображение измерительной системы СЗМ «НаноСкан-3Д» приведено на рисунке 2.

В работе приведены результаты построения математических моделей, описывающих работу прибора в режиме измерения геометрических величин, и анализа составляющих погрешности. Погрешность измерения линейных размеров с помощью СЗМ «НаноСкан-3Д» имеет следующие источники:

- Погрешность декартовой системы координат (ДСК), связанная с несовершенством емкостных датчиков регистрации передвижений (собственный шум, нелинейность).
- Деформация, возникающая в результате механического контакта алмазного щупа с поверхностью (проникновение алмазного наконечника в поверхность, радиус пятна контакта).
- Время реакции системы обратной связи (шум измерительного сигнала, постоянная времени реакции функциональных элементов системы обратной связи, разрядность применяемого АЦП).

Измерение координат точек, принадлежащих исследуемой поверхности, описывается системой уравнений (1):

$$\begin{cases} X = K_1 U_{CS}^X + f_x(\Delta x_1, \Delta x_2, \Delta x_3, \Delta x_4) \\ Y = K_2 U_{CS}^Y + f_y(\Delta y_1, \Delta y_2, \Delta y_3, \Delta y_4) \\ Z = K_3 U_{CS}^Z + f_z(\Delta z_1, \Delta z_2, \Delta z_3, \Delta z_4, \Delta z_5) \end{cases} \quad (1)$$

где X, Y, Z – измеряемые координаты точек вдоль трех осей декартовой системы координат; U_{CS} – измерительный сигнал емкостного датчика, В; K_i – соответствующий коэффициент пропорциональности; f_x , f_y и f_z - погрешности измерения координат, каждая из которых имеет свои источники.

f_x f_y – погрешность измерения по соответствующим осям, имеющая следующие составляющие: радиус пятна контакта,

несовершенство емкостного датчика (собственный шум, нелинейность), влияние вибраций, погрешность АЦП.

f_z – погрешность измерения по оси Z, имеющая следующие составляющие: деформация в контакте, несовершенство емкостного датчика (собственный шум, нелинейность), время реакции системы обратной связи, влияние вибраций.

Механическая реализация **декартовой системы координат** СЗМ «НаноСкан-3Д» осуществляется трехкоординатным пьезокерамическим нанопозиционером (пьезосканером), производства компании PI GmbH. Данным типам сканеров присущи недостатки, связанные с природой пьезокерамических элементов (ползучесть, гистерезис, собственный механический резонанс пьезоактюаторов). Для исключения влияния перечисленных источников погрешности и линеаризации перемещения в процессе сканирования применяется схема обратной связи, в структуру которой включены емкостные датчики регистрации передвижений (рисунок 3).

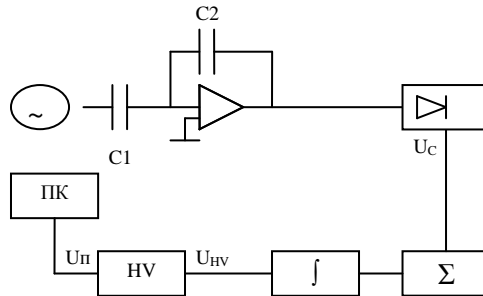


Рисунок 3 - Схема глубокой обратной связи с использованием емкостных датчиков перемещения

Наличие емкостных датчиков по трем осям сканирования в едином конструктивном исполнении позволяет обеспечить неортогональность перемещения не более ± 10 мкрад.

1. Составляющая погрешности, связанная с несовершенством емкостных датчиков регистрации перемещения.

Пьезокерамический актюатор (ПК) под воздействием источника высокого напряжения (HV) создает перемещение, которое вызывает изменение расстояния между обкладками (d) и,

соответственно, емкости измерительного датчика (C_D) в соответствии с зависимостью:

$$C_D = \frac{S * \epsilon * \epsilon_0}{d} \quad (2), \text{ где}$$

S - площадь обкладки;

d - расстояние между обкладками;

ϵ - относительная диэлектрическая проницаемость вещества между обкладками;

$\epsilon_0 \sim 8.85 * 10^{-12}$ Ф/м - электрическая постоянная.

Зависимость перемещения в направлении каждой из трех осей ДСК от измерительной емкости датчика (C_D) описывается

уравнением:
$$L \approx \frac{1}{C_D^L}.$$

В условиях реальной эксплуатации прибора в измерительной цепи возникают паразитные емкости (C_p), которые приводят к искажению измерительной емкости датчика и несоответствию его сигнала реальному перемещению (\tilde{X} , \tilde{Y} , \tilde{Z}):

$$\left\{ \begin{array}{l} X \approx \frac{1}{C_D^X + C_p} \\ Y \approx \frac{1}{C_D^Y + C_p} \\ Z \approx \frac{1}{C_D^Z + C_p} \end{array} \right. \rightarrow \left\{ \begin{array}{l} \frac{X}{\tilde{X}} \approx \frac{\frac{1}{C_D(X)}}{\frac{1}{C_D(X) + C_p}} = 1 + \frac{C_p}{C_D(X)} \\ \frac{Y}{\tilde{Y}} \approx \frac{\frac{1}{C_D(Y)}}{\frac{1}{C_D(Y) + C_p}} = 1 + \frac{C_p}{C_D(Y)} \\ \frac{Z}{\tilde{Z}} \approx \frac{\frac{1}{C_D(Z)}}{\frac{1}{C_D(Z) + C_p}} = 1 + \frac{C_p}{C_D(Z)} \end{array} \right. \quad (3)$$

Искажение измерительной емкости датчиков приводит к нелинейности перемещения сканера. Экспериментальная оценка нелинейности с использованием рельефных мер высоты и периода TGZ02 составляет порядка 1%.

2. Погрешность измерений геометрических параметров по оси Z.

2.1 Составляющая погрешности, обусловленная механическим контактом алмазного наконечника с поверхностью. В процессе контакта острия алмазного шупа с исследуемой поверхностью существует погрешность, обусловленная ее деформацией. Настоящую составляющую погрешности можно оценить с помощью модели Герца. Конструкция измерительной системы СЗМ «НаноСкан-3Д», а также параметры применяемых алмазных инденторов удовлетворяют условиям данной модели, что дает возможность применить ее для моделирования контакта алмазной иглы с исследуемой поверхностью.

При контакте острия алмазного наконечника с поверхностью, сила его прижима к образцу не превышает 1 мкН. Аттестация формы применяемых алмазных наконечников, с применением методик СЗМ, показала, что радиус их закругления не превышает 100 нм. Таким образом, оценка радиуса области контакта a алмазного наконечника с исследуемой поверхностью, согласно модели Герца, дает значение порядка 5 нм, что принципиально ограничивает латеральное разрешение при сканировании в полуконтактном режиме. Деформация в области контакта и, соответственно, величина составляющей погрешности измерения по оси Z составит около 1 нм.

2.2 Составляющая погрешности, возникающая за счет реакции системы обратной связи.

Одна из составляющих погрешности измерений геометрических параметров поверхности с использованием СЗМ «НаноСкан-3Д» обусловлена временем реакции системы обратной связи прибора, представленной на рисунке 4.

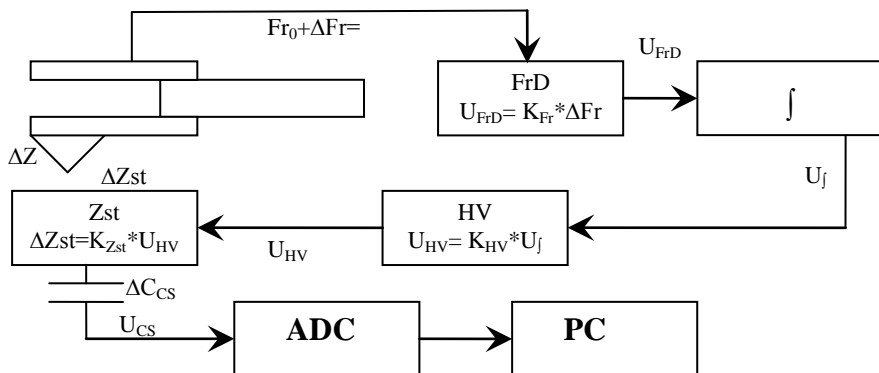


Рисунок 4 - Функциональная схема системы измерения высоты рельефа поверхности (координаты Z)

Для анализа работы представленной схемы необходимо было последовательно рассмотреть все этапы преобразования измерительного сигнала. В результате были сделаны следующие выводы:

1. Изменение частоты при вдавливании алмазного наконечника на глубину dZ по модели Герца определяется из формулы:

$$dFr = \frac{Fr_0 * \sqrt{R}}{Kc} * E_{np} * \sqrt{dZ} \quad (4).$$

Из приведенного уравнения, зная сдвиг (ΔFr_0) и шум (dFr) сигнала частоты, «неопределенность» положения зонда ΔZ составит :

$$\Delta Z = \frac{\Delta Fr_0 * dFr * K_c^2}{Fr_0^2 * R * E_{np}^2} \approx 10^{-10} \text{ м} .$$

Составляющая погрешности измерений линейных размеров, обусловленная собственным шумом первичного преобразователя (зондового датчика), который в основном проявляется в виде шума частотного детектора, является незначительной.

2. При изменении высоты рельефа Z на 10 нм возможный сдвиг частоты ΔFr составит:

$$\Delta Fr = \frac{Fr_0 * \sqrt{R}}{Kc} * E_{np} * \sqrt{Z} \approx 20 \text{ Гц}$$

После прохождения измерительного сигнала через все элементы схемы регулирования перемещение стола ΔZ_{st} , вызванное сдвигом частоты в 20 Гц, составит:

$$\Delta Z_{st} = K_{Zst} * \Delta U_{HV} = 100 \text{ нм/В} * 0,175 \text{ В} \approx 20 \text{ нм}$$

Динамические характеристики схемы обратной связи достаточны для того, чтобы при измерении высоты рельефа не возникало погрешности измерений за счет запаздывающего отклика системы сканирования прибора.

3. Сигнал измерительной схемы емкостного датчика можно записать как:

$$U_{CS} = K_{CS} * \Delta Z \quad (5), \text{ где}$$

K_{CS} – коэффициент преобразования измерительной схемы емкостного датчика, равный 0,5 мВ/нм

Соответственно при $\Delta Z = 10 \text{ нм}$

$$U_{CS} = 0.5 * 10 = 5 \text{ мВ}$$

В измерительной схеме системы сканирования СЗМ «НаноСкан-3Д» применяется 16-ти разрядный АЦП, коэффициент передачи которого равен 0,1 мВ/разр., следовательно, при диапазоне $Z_{ST}=10 \text{ мкм}$ 1 разряд АЦП = 0,2 нм.

Таким образом, составляющая погрешности, связанная с дискретностью преобразования сигналов с помощью АЦП, существенно меньше шума емкостного датчика.

3. Погрешность измерения линейных размеров, возникающая за счет влияния внешних вибраций.

При измерении линейных размеров в нанометровом диапазоне с помощью СЗМ «НаноСкан-3Д» существенное влияние на результат может оказывать шум, связанный с вибрацией измерительной системы прибора.

Амплитуда вынужденных колебаний механической системы быстро спадает при увеличении разницы между частотой возбуждающей силы и собственной резонансной частотой системы. Поэтому внешние воздействия с частотами, много большими, чем собственная резонансная частота

измерительной системы, практически не оказывают заметного влияния на результаты измерений.

Частота собственных колебаний измерительной системы СЗМ «НаноСкан-3Д» составляет около 300 Гц, поэтому можно сделать вывод о том, что технические характеристики применяемых виброизолирующих систем позволяют эффективно бороться с влиянием паразитирующих источников вибраций на результаты проводимых измерений.

Проведенный анализ позволил сделать вывод о том, что погрешность измерений геометрических параметров с помощью СЗМ «НаноСкан-3Д» имеет следующие источники:

1. Составляющая погрешности измерений линейных размеров, обусловленная собственным шумом первичного преобразователя (зондового датчика), который в основном проявляется в виде шума частотного детектора, является незначительной.
2. Динамические характеристики схемы обратной связи достаточны для того, чтобы при измерении высоты рельефа не возникало погрешности за счет запаздывающего отклика системы сканирования прибора.
3. Погрешность, связанная с дискретностью преобразования сигналов с помощью АЦП, пренебрежимо мала.
4. Значение составляющей погрешности измерений геометрических параметров, обусловленной собственным шумом емкостного датчика в сочетании с акустическими и сейсмическими вибрациями, составляет 2 нм.
5. Составляющая погрешности измерений геометрических параметров, возникающая вследствие нелинейности емкостного датчика, составляет 1%.
6. Величина составляющей погрешности измерений геометрических параметров, возникающей вследствие деформации поверхности в области контакта составляет менее 1 нм по оси Z и около 5 нм в плоскости XY.

Таким образом, погрешность измерений геометрических величин в латеральной плоскости (X,Y) имеет интервальное распределение:

- При проведении измерений в пределах малых полей сканирования (<1 мкм) основным источником погрешности является радиус пятна контакта, который равен ~5 нм.

- Если размер измеряемого объекта превышает 1 мкм, основным источником погрешности является нелинейность применяемой системы сканирования, значение которой составляет 1 %.

Погрешность измерений геометрических величин в вертикальной плоскости (Z) имеет следующее распределение:

- При измерении размеров объектов менее 100 нм основным источником погрешности является шум емкостного датчика, а также сейсмические и акустические вибрации, размер которых в лабораторных условиях не превышает 2 нм.

- При измерении размеров объектов свыше 100 нм основной вклад в погрешность измерений вносит нелинейность емкостного датчика, размер которой составляет 1 %.

Приведенное значение погрешности включает в себя вклад сейсмических и акустических вибраций при условии применения средств акусто- и виброзащиты.

Третья глава посвящена оценке метрологических характеристик СЗМ «НаноСкан-3Д» при его работе в режиме измерения механических свойств. Рассмотрены особенности разработки и реализации методов измерения механических свойств (ИДИ и метод измерения твердости по площади восстановленного отпечатка) с использованием СЗМ «НаноСкан-3Д». Проведен анализ составляющих и теоретическая оценка погрешности данных методов. Проведен теоретический анализ применяемых алгоритмов обработки измерительной информации.

Высокая изгибная жесткость консоли измерительного датчика СЗМ «НаноСкан-3Д» позволяет не только проникать сквозь вязкий слой до контакта с упругой поверхностью при сканировании в полуконтактном режиме, но и проводить модифицирование поверхности путем нанесения индентов (методы ИДИ и измерения твердости по площади остаточного отпечатка) или царапин (метод склерометрии) в различных режимах (рисунок 5) с целью дальнейшего определения механических свойств исследуемой поверхности.

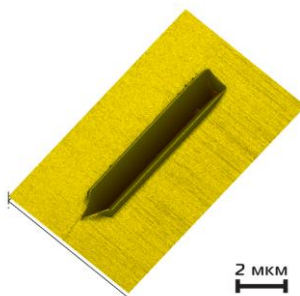
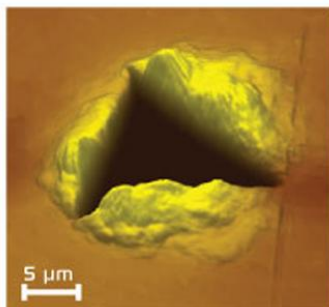


Рисунок 5 - Изображение восстановленных индента и царапины, сделанных с помощью СЗМ «НаноСкан-3Д»

Для реализации методик измерения механических свойств в нанометровом диапазоне необходимо точно измерять линейное перемещение зонда, размеры восстановленного отпечатка и нагрузку, приложенную к индентору.

Контроль прикладываемой нагрузки в СЗМ «НаноСкан-3Д» осуществляется путем измерения изгиба пьезокерамического зонда, для чего используется оптический датчик, образованный диодной оптикой, световой поток которой ограничивается пассивной ветвью зонда (рисунок 6).

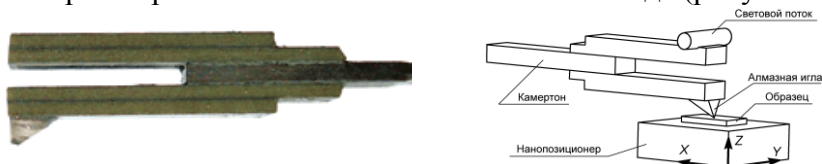


Рисунок 6- Фотография биморфного камертона - слева, схема оптического датчика изгиба – справа

Зная жесткость консоли, можно определить усилие, приложенное к индентору как:

$$P = kx \quad (6), \text{ где}$$

k – изгибная жесткость зонда;

x – перемещение индентора в результате отгиба кантилевера, измеряемого оптическим датчиком.

Изгиб консоли приводит к отклонению движения индентора от прямолинейной траектории, что вызывает его латеральное смещение относительно исследуемой поверхности. Для исключения такого смещения в процессе индентирования

исследуемый образец смещается относительно индентора таким образом, чтобы сохранилось их взаимное расположение.

Конструкционные особенности СЗМ «НаноСкан-3Д» предполагают особый подход к реализации методов измерения механических свойств на рассматриваемом приборе. Прежде всего это касается выбора методов и средств калибровки следующих функциональных элементов измерительной системы (рисунок 7):

- трехкоординатный пьезостол (перемещение образца);
- пьезокерамический датчик-кантилевер в форме камертона (приложение нагрузки);
- оптический датчик (контроль прикладываемой нагрузки);
- алмазный индентор (функция формы для определения контактной площади при индентировании).

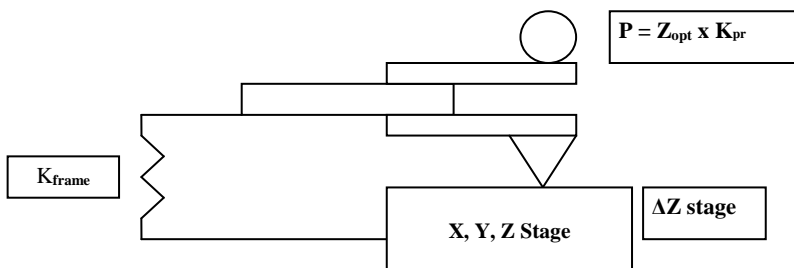


Рисунок 7- Схема контроля прикладываемой нагрузки СЗМ «НаноСкан-3Д».

Калибровка системы позиционирования СЗМ «НаноСкан-3Д» осуществляется с помощью линейных мер TGZ01, 02, описанных в Главе 4.

Для калибровки системы контроля прикладываемой нагрузки СЗМ «НаноСкан-3Д» используется прецизионный весовой модуль производства компании «Mettler Toledo» (Швейцария) с разрешением по нагрузке порядка 1 мкН. Проведенные экспериментальные исследования показали, что разрешение системы контроля прикладываемой нагрузки СЗМ «НаноСкан-3Д» составляет 10 мкН. Кроме того, применение

подобных средств калибровки обеспечивает возможность определить значение жесткости применяемого зонда.

Для калибровки СЗМ «НаноСкан-3Д» в качестве СИ механических величин необходимо определять функцию формы индентора (геометрических параметров применяемого алмазного наконечника) с нанометровой точностью. Функция формы индентора – это зависимость площади поперечного сечения применяемого индентора от расстояния до его вершины.

Для аттестации функции формы индентора применяются прямые и косвенные методы. При калибровке СЗМ «НаноСкан-3Д» используется прямой метод сканирования индентора кантилевером атомно-силового микроскопа (АСМ). Такой подход позволяет получить функцию формы индентора с нанометровой точностью.

Метод измерительного динамического индентирования (ИДИ). Одним из реализованных на СЗМ «НаноСкан-3Д» методов измерения механических свойств на нанометровых масштабах является метод ИДИ. В основе данного метода лежит измерение и анализ зависимостей нагрузки, прикладываемой во время индентирования к алмазной пирамиде, от глубины внедрения индентора $P(h)$ (рисунок 8).

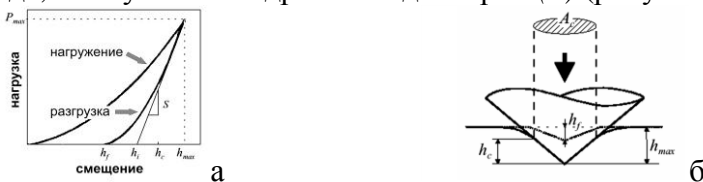


Рисунок 8- Метод ИДИ: а) кривая нагружение-внедрение; б) схема измерения

Твердость в методе ИДИ рассчитывается по формуле (1) и имеет размерность давления (ГПа).

$$H = \frac{P_{max}}{A_c} \quad (7), \text{ где}$$

P_{max} максимальная приложенная к алмазной пирамиде нагрузка, определенная по графику $P(h)$;

A_c – площадь проекции отпечатка при максимальной нагрузке P_{max} , определенная по функции формы индентора.

Метод ИДИ, по оценкам некоторых авторов, позволяет определить значение порядка 20 механических параметров материалов. В настоящей работе рассмотрено применение метода ИДИ для измерения твердости материалов в нанометровом диапазоне.

Проведен анализ основных составляющих погрешности метода, который позволил оценить его суммарную погрешность:

$$H_{ИДИ} = H \pm f_H (\Delta H_1 \dots \Delta H_i) \quad (8), \text{ где}$$

H – истинное значение твердости, $H_{ИДИ}$ – измеренная твердость, f_H – погрешность измерения твердости, имеющая следующие источники: погрешность функции формы применяемого индентора, термодрейф измерительной системы, жесткость конструкции прибора, шероховатость поверхности, определение точки контакта. Проведенный теоретический анализ показал, что основным источником погрешности метода ИДИ при его реализации на СЗМ «НаноСкан-3Д» является погрешность определения значения жесткости конструкции прибора и, как следствие, погрешность при определении контактной площади невосстановленного отпечатка по функции формы индентора. Разработанная в рамках данной главы математическая модель показала, что погрешность метода при соблюдении требований, регламентированных в международном стандарте ISO 14577, не превышает 12 %.

Метод измерения твердости по площади восстановленного отпечатка является аналогом методики измерения микротвердости (ГОСТ 9450) на нанометровых масштабах с использованием методов СЗМ, где стандартные оптические методы не позволяют проводить измерения линейных размеров восстановленного отпечатка.

Измерение проводится путем внедрения индентора в поверхность с заданной нагрузкой с последующим сканированием восстановленного отпечатка тем же индентором в режиме СЗМ.

Значение твердости, в соответствии с рассматриваемым методом, рассчитывается по формуле Мейера:

$$H = \frac{P_{\max}}{F_{\text{проекции отпечатка}}} \quad (9)$$

и представляет собой отношение максимальной нагрузки, приложенной к индентору (P_{\max}), к площади проекции восстановленного отпечатка, измеренной по его СЗМ-изображению.

В результате сканирования строится трехмерное изображение, по которому измеряется контактная площадь восстановленного отпечатка. В процессе внедрения алмазного индентора в образец часть материала выдавливается на поверхность и образует навалы (pile-up) вокруг отпечатка, увеличивающие площадь контакта индентора с образцом, что, в свою очередь, может привести к увеличению погрешности измерения твердости. Разработанный алгоритм позволяет учесть площадь образующихся пластических навалов.

Результат работы алгоритма приведен на рисунке 9, на котором представлено трехмерное изображение восстановленного отпечатка на поверхности стали У10 (рисунок 9а) и результат работы алгоритма определения площади отпечатка (рисунок 9б) в плоскости исходной поверхности и площади навалов.



Рисунок 9 - Результат работы алгоритма. Материал: сталь У10.
а) СЗМ-изображение восстановленного отпечатка; б) расчет контактной площади восстановленного отпечатка и площади навалов по его периметру

Область выделенного треугольника соответствует контактной площади, используемой при измерении твердости по методу ИДИ. Площадь восстановленного отпечатка с учетом навалов почти в 1,5 раза больше, что приводит к такой же разнице в определении твердости. Этот пример демонстрирует важность учета площади навалов при измерении твердости на субмикро- и нанометровых масштабах.

Рассматриваемый метод является аналогом стандартной методики измерения микротвердости (ГОСТ 9450-76) на нанометровых масштабах, что позволяет осуществить прямое сравнение значений чисел твердости, полученных на микро- и нанометровых масштабах, а также оценить погрешность метода с помощью аттестованных мер твердости.

В ходе выполнения работы была проведена апробация предлагаемого метода на ряде материалов с различными физико-механическими свойствами, результаты которой показали хорошую сходимость с результатами, полученными стандартным методом (ГОСТ 9450-76), и результатами, полученными на эталоне микротвердости ГЭТ-36-01. Кроме того, была проведена экспериментально-расчетная оценка погрешности метода, которая позволила выявить ее основные источники:

$$H_{BO} = H \pm f_H (\Delta H_1, \Delta H_2, \Delta H_3) \quad (10), \text{ где}$$

H_{BO} – твердость, измеряемая по площади восстановленного отпечатка, f_H – погрешность измерения твердости, имеющая следующие источники:

1. Погрешность прикладываемой нагрузки.
2. Погрешность определения границы контактной площади восстановленного отпечатка, которая обусловлена следующими составляющими:
 - Погрешность при присвоении определенной точке значения граничной. Значение данной составляющей не превышает 5%.
 - Погрешность, связанная с площадью граничных ячеек, которые частично принадлежат контактной границе остаточного отпечатка. Значение данной составляющей не превышает 0,1% и является незначительным.

Суммарная погрешность рассматриваемого метода не превышает 10 %.

Четвертая глава посвящена результатам экспериментальной проверки моделей, предложенных в главах 2 и 3.

Экспериментальная оценка метрологических характеристик СЗМ «НаноСкан-3Д» при измерении линейных размеров была произведена с помощью линейных мер высоты и периода серии TGZ (рисунок 10), производства ЗАО «НТ-МДТ», метрологические характеристики которых приведены в таблице 1. Такие меры позволяют оценить погрешность системы регистрации перемещений и контроля геометрических параметров СЗМ «НаноСкан-3Д» сразу в трех направлениях (высота – координата Z; латеральная плоскость – координаты X и Y).

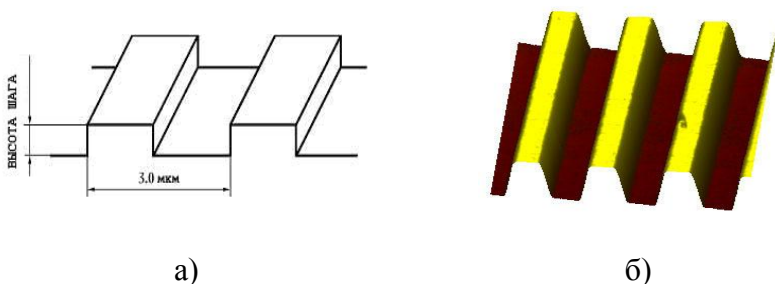


Рисунок 10 – Схематическое (а) и СЗМ (б) изображения рельефа периодической меры

Таблица 1 – Метрологические характеристики мер высоты и периода серии TGZ

№ меры	Период структуры, мкм	Неисключенная систематическая погрешность, нм	Высота рельефа, нм	Неисключенная систематическая погрешность, нм
TGZ 1	3,005	7	21,8	0,6
TGZ 2	2,999	9	113,0	1,0

Результаты проведенного эксперимента приведены в таблице 2.

Таблица 2 – Измеренные значения периода и высоты периодической структуры мер TGZ 1 и TGZ 2

№ меры	Период структуры, мкм	Δ , нм	Высота рельефа, нм	Δ , нм
TGZ 1	3,000	14	21,9	1,2
TGZ 2	3,010	18	110,0	2,0

Полученные значения погрешности соответствуют модели, изложенной в главе 2, а также совпадают с результатами измерений, проведенных в рамках испытаний СЗМ «НаноСкан-3Д» с целью утверждения типа СИ (ФГУП «ВНИИМС»).

Оценка погрешности методов ИДИ и измерения твердости по площади восстановленного отпечатка была произведена с помощью мер твердости, прошедших аттестационные испытания на Государственном эталоне твердости по Виккерсу ГЭТ-36-01. Метрологические характеристики данных мер приведены в таблице 3.

Таблица 3- Метрологические характеристики мер твердости

Мера	Твердость, ГПа	Неисключенная систематическая погрешность, ГПа
Плавленый кварц (F-S-1)	9,5	0,4
Сапфир (№1)	22,2	1,2

Результаты экспериментальной оценки погрешности методов ИДИ и измерения твердости по площади восстановленного отпечатка с использованием указанных мер приведены в таблице 4.

Таблица 4 – Измеренные значения твердости исследованных мер

Мера/метод	Метод ИДИ		Метод восстановленного отпечатка	
	H, ГПа	Δ , ГПа	H, ГПа	Δ , ГПа
Плавленый кварц (F-S-1)	9,1	0,9	9,9	0,9
Сапфир (№1)	27,3	3,1	22,8	2,7

Помимо мер твердости в качестве объектов исследований были выбраны образцы материалов с различными типами межатомных связей, структурой и физико-механическими свойствами. Сравнительные результаты исследований модельных материалов, полученные двумя методами (ИДИ и методом измерения твердости по площади восстановленного отпечатка) в сравнении с данными, полученными на ПМТ-3М в соответствии с ГОСТ 9450, приведены в таблице 5.

Таблица 5 – Измеренные значения твердости исследованных образцов

Твердость Материал	Микротвердость, ГПа	Твердость методом ИДИ, ГПа	Твердость по методу восстановленного отпечатка, ГПа
Молибден	3,0	4,8	3,1
Вольфрам	6,0	7,3	6,2
Титан	2,9	4,2	3,3
Оптическое стекло К8	7,3	10,3	8,2

Значения твердости, измеренные по площади восстановленного отпечатка, соответствуют значениям, измеренным методом Виккерса по ГОСТ 9450-76. Завышение значений твердости, полученных методом ИДИ, может быть связано с отсутствием учета площади пластических навалов при вычислении твердости. Систематическая ошибка при этом может достигать 20%. Полученные значения погрешности соответствуют математической модели, изложенной в главе 3.

В ходе проведенных экспериментальных исследований были разработаны методики подготовки поверхности материалов, требования к условиям проведения измерений, оборудованию и стандартным образцам (мерам твердости) для калибровки средств измерения механических свойств на нанометровых масштабах.

Пятая глава посвящена разработке нормативной составляющей метрологического обеспечения измерений геометрических и механических величин в нанометровом диапазоне. На основе проведенных исследований были разработаны следующие МВИ:

- МВИ «Методика выполнения измерений твердости методом измерительного динамического индентирования на СЗМ «НаноСкан-3Д»».

- МВИ «Методика выполнения измерений твердости по площади восстановленного отпечатка на СЗМ «НаноСкан-3Д»».

Применение этих методик позволит проводить измерение геометрических и механических параметров поверхности материалов с высокой степенью точности, в том числе и в нанометровом диапазоне. После проведения теоретической и экспериментальной оценок погрешности рассматриваемым методикам были присвоены следующие показатели:

- Измерения механических свойств методом ИДИ, проводимые в соответствии с МВИ «Методика выполнения измерений твердости методом измерительного динамического индентирования на СЗМ «НаноСкан-3Д»» могут осуществляться с погрешностью не хуже 10 %.

- Измерения твердости, проводимые в соответствии с МВИ «Методика выполнения измерений твердости по площади восстановленного отпечатка на СЗМ «НаноСкан-3Д»» могут осуществляться с погрешностью не хуже 10%.

В рассматриваемых МВИ содержатся требования к применяемому оборудованию, условиям проведения измерений, процедурам подготовки, методам получения и обработки полученных результатов и т.д.

Данные методики прошли аттестацию на соответствие ГОСТ Р 8.563.

На основании накопленного опыта использования СЗМ с возможностью измерения механических параметров материалов и результатов проведенных исследований был разработан перечень требований к стандартным образцам, методикам калибровки и методикам измерений, условиям проведения измерений, ставший основой для разработки рекомендаций МИ 3262-2010 «ГСИ. Общие требования к выполнению измерений механических свойств материалов на масштабах менее 1 мкм методом измерительного динамического индентирования».

Данная рекомендация распространяется на измерения механических свойств (твердости, модуля упругости, упругого восстановления, сопротивления пластической деформации, сопротивления упругой деформации разрушения и вязкости разрушения) поверхности объемных материалов, многослойных пленок и покрытий с наноразмерными толщинами слоёв, проводимые на масштабах менее 1 мкм, и устанавливает общие требования к методике эксперимента, экспериментальному оборудованию и подготовке исследуемой поверхности (с использованием метода ИДИ).

Также в ходе выполнения диссертационной работы была разработана первая редакция проекта национального стандарта ГОСТ Р «ГСИ. Приборы для измерения твердости и механических свойств методом измерительного динамического индентирования. Методика калибровки». Данный стандарт устанавливает методику калибровки средств измерений механических свойств образцов и изделий из твердых материалов методом вдавливания алмазной пирамиды в поверхность образца при непрерывной регистрации нормальной нагрузки и перемещения пирамиды (метод ИДИ).

Настоящий стандарт регламентирует требования к средствам и методам калибровки СИ с возможностью проведения измерений твердости, модуля упругости и упругого восстановления в диапазоне глубин внедрения менее 10 мкм.

Кроме того, в результате выполнения задач диссертационной работы были разработаны СО (меры твердости) механических свойств, обеспечивающие передачу значений твердости от государственного эталона к рабочим СИ механических величин в нанометровом диапазоне (проведены калибровочные испытания на государственном эталоне микротвердости ГЭТ 36-01).

Основные выводы

- Разработанная математическая модель работы СЗМ «НаноСкан-3Д» в режиме измерения линейных размеров позволила провести анализ составляющих погрешности,

оценить основные метрологические характеристики прибора, а также определить методы и средства его поверки.

- Проведенные экспериментальные исследования подтвердили адекватность разработанных математических моделей.

- Проведенные теоретические и экспериментальные исследования метода ИДИ позволили выявить основные источники погрешности, а также оценить погрешность метода при реализации на СЗМ «НаноСкан-3Д».

- Проведенные теоретические и экспериментальные исследования метода измерения твердости по площади восстановленного отпечатка позволили выявить основные источники погрешности, а также оценить погрешность метода при реализации на СЗМ «НаноСкан-3Д».

- На основании проведенных исследований разработаны и аттестованы методики измерения геометрических и механических параметров поверхности с использованием СЗМ «НаноСкан-3Д».

- Разработанные СО (меры твердости) механических свойств, обеспечивают передачу значений твердости от государственного эталона к рабочим СИ механических величин в нанометровом диапазоне.

- Все основные научные положения применимы для СЗМ с возможностью измерения механических свойств поверхности материалов в нанометровом диапазоне.

- Результаты исследований позволили разработать нормативные документы, содержащие требования к методикам калибровки средств измерения геометрических и механических величин, а также рекомендации по проведению измерений механических свойств материалов методом ИДИ на нанометровых масштабах.

Основное содержание диссертации опубликовано в следующих работах:

1. В.В. Соловьев, В.Г. Лысенко, С.Ю. Брянкин, С.А. Кононогов, П.Н. Лускинович. Прецизионные измерения в машиностроении // Законодательная и прикладная метрология - 5 (111) 2010 г., С.38-50.

2. В.В. Соловьев, В.Г. Лысенко, К.В. Гоголинский, Н.В. Иванникова, и др. Метрологический комплекс для измерения параметров

рельефа и шероховатости поверхностей в нанометровом диапазоне // Законодательная и прикладная метрология – 2010 - №5 с.30-37

3. В.В. Соловьев, К.В. Гоголинский, С.С. Усеинов, Н.А. Львова, А.С. Усеинов, В.Ф. Кулибаба. Особенности применения метода наноиндентирования для измерения твердости на наномасштабе // Нанотехника. Инженерный журнал, №1 (13), 2008. - с.111-115.

4. V.V.Soloviev, N.A.Lvova, V.D.Blank. Correct measurement of hardness on nanolevel // Proceedings. The 2nd International Metrology Conference of Africa, S13-4, April 22-25 2008, Tunisia.

5. В.В. Соловьев, К.В. Гоголинский, А.Л. Пятов, С.С. Усеинов. Разработка метрологического комплекса для обеспечения единства измерений свойств поверхности в нанометровом диапазоне на базе сканирующего зондового микроскопа «НаноСкан-3Д» // Законодательная и прикладная метрология. №1 (107). 2010. – с.33-34.

6. В.В. Соловьев, В.Г. Лысенко, П.Н. Лускинович, С.Ю. Золотаревский, Губский К.Л. Нанометрология и особенности метрологического обеспечения измерений параметров шероховатости и рельефа наноструктурированных поверхностей // Измерительная техника. № 11 – 2010. – с. 33-37.

7. В.В. Соловьев, В.Г. Лысенко, К.В. Гоголинский, С.А. Кононогов. Метрологическое обеспечение измерений геометрических и механических величин в нанометровом диапазоне методами СЗМ // Труды Четвертой международной конференции «Современные достижения бионаноскопии», Москва, физический факультет МГУ, 15-18 июня 2010 г. - с.70

8. Соловьев В.В., Гоголинский К.В., Усеинов С.С., Усеинов А.С., Львова Н.А. Методы измерения механических свойств материалов с нанометровым разрешением и их метрологическое обеспечение. // Труды научной сессии НИЯУ МИФИ-2010 – 2010 – т.2, с.233

9. Соловьев В.В. Разработка метрологического обеспечения измерений геометрических и механических величин методами СЗМ и наноиндентирования. // Труды 7-ой международной конференции «Углерод: фундаментальные проблемы науки, материаловедение, технологии. Конструкционные и

функциональные материалы (в том числе наноматериалы) и технологии их производства», г. Суздаль, Владимирский государственный университет, 17–19 ноября 2010 г.- с. 353-355