

ПРИКЛАДНЫЕ АСПЕКТЫ СЗМ
В ПРОМЫШЛЕННОСТИ

МЕТОДЫ И СРЕДСТВА МЕТРОЛОГИЧЕСКОГО
ОБЕСПЕЧЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ С ПОМОЩЬЮ
СКАНИРУЮЩЕЙ ЗОНДОВОЙ МИКРОСКОПИИ

С. С. Голубев, С. Н. Голубев

*Всероссийский научно-исследовательский институт метрологической службы,
Москва, Россия*

В данной работе рассматривается вопрос обеспечения прослеживаемости результатов измерений в нанометровом диапазоне к эталонам, включенным в базу СМС МБМВ. Предлагается набор калибровочных (поверочных) мер и цепочка прослеживаемости к эталону – метрологическому АСМ; два метода калибровки СЗМ – прямой и с использованием Фурье-образа топограммы меры; методика калибровки СЗМ; бюджет неопределенности и формулы для расчета его составляющих при калибровке по мере рельефной нанометрового диапазона TGQ.

Введение. В связи с развитием средств измерений нанометрового диапазона, в том числе сканирующих зондовых микроскопов (СЗМ), а также их применению в промышленных технологиях возрастают запросы по метрологическому обеспечению данных средств измерений (СИ) [1–6]. При этом часто требуется обеспечить прослеживаемость результатов измерений к эталонам физических величин.

Прослеживаемость, или привязка к эталонам, обозначает свойство результата измерения, посредством которого оно может быть отнесено к эталонам (национальным или международным) через непрерывную цепь сравнений, которые имеют указанные (известные) значения неопределенности. Международное признание подразумевает признание эталонов, к которым обеспечивается прослеживаемость, в международном сообществе, что, как правило, является следствием их участия в международных сличениях.

Прослеживаемость результатов измерений к национальным эталонам. С точки зрения международного метрологического сообщества в качестве отправного пункта в цепочке прослеживаемости может быть использована установка, включенная в международную базу СМС калибровочных и измерительных возможностей. 30 января 2009 г. в данную базу был включен ме-

трологический АСМ, изготовленный и эксплуатируемый в Германии (РТВ). Его метрологические характеристики чрезвычайно высоки. Расширенная неопределенность измерений геометрического размера p (размер шага) с его помощью составляет (по базе СМС [7]) $(0,002 + 3 \cdot 10^{-5} p)$ нм. Существенным затруднением для реализации прямой передачи единицы длины от данного эталона к пользовательским СИ является то обстоятельство, что измерение с помощью этого прибора (его название NanoMeasuring Machine) занимает длительное время. В частности, измерение одной кремниевой решетки – удобного объекта для передачи единицы длины от эталона к пользовательскому микроскопу – занимает 12 часов и более. Таким образом, передавать единицу длины от него непосредственно пользовательским СЗМ практически невозможно.

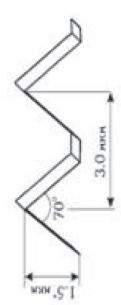
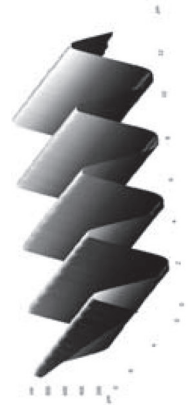
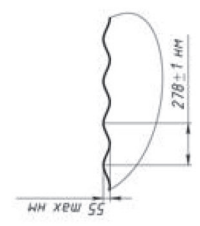
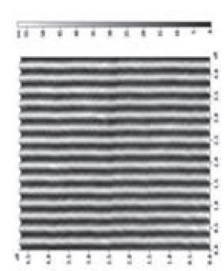
Возможный в данной ситуации подход состоит в том, что имеется один (или несколько) наборов мер нанометрового диапазона, откалиброванных в Германии на описанном выше эталоне. Далее при помощи АСМ с аттестованными метрологическими характеристиками (воспроизводимостью измерений) мы осуществляем сличение *эталонных* мер с набором мер пользователя, осуществляя тем самым передачу единицы длины от первичного эталона через набор мер и аттестованный АСМ к мерам пользователя.

Кроме того, в России разработан СЗМ с интерферометрическим контролем перемещения образца на базе микроскопа NanoScan3D. В настоящее время проводятся работы по приданию ему статуса государственного эталона и внесению информации о нем в базу СМС МБМВ.

Для своих нужд пользователь может использовать различные материальные меры. Их рынок весьма широк, как в России, так и за рубежом. Они различаются между собой формой и размером элементов рельефа, материалом, из которого изготовлена мера, наличием или отсутствием защитного покрытия и рядом других особенностей.

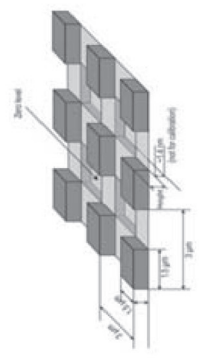
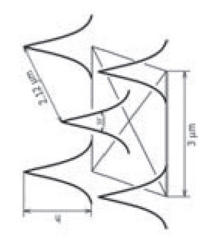
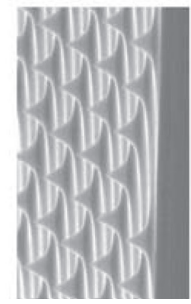
Для особо ответственных измерений, входящих в сферу государственного надзора, необходимо использование поверенных мер. Для осуществления поверки непосредственно средства измерения нанометрового диапазона, принадлежащего пользователю, необходимо, чтобы применяемый набор мер был утвержден в качестве типа СИ. Не считая единичных экземпляров, сегодня тип утвержден для хорошо известных мер МШПС-2.0К [8] и пяти различных мер, выпускаемых российской компанией НТ-МДТ. Так как последние гораздо более доступны по цене, то их применение для обеспечения прослеживаемости измерений является более распространенным вариантом.

Комплект мер TGS1 с установленными метрологическими характеристиками. Для метрологического обеспечения СЗМ были проведены испытания в целях утверждения типа набора мер рельефных. По результатам испытаний пять типов мер рельефных нанометрового диапазона были внесены в Государственный реестр средств измерений. При этом для удобства пользователя меры внесены в Государственный реестр по отдельности таким образом, что пользователь может выбирать те из них, которые необходимы ему для работы (см. рисунок).



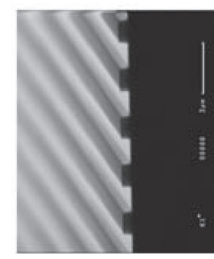
a

б



в

з



д

Рис Меры рельефные упроченного типа нанометрового диапазона: *a* – TDG01 (двумерный синусоидальный рельеф, период: $0,278 \pm 0,001$ мкм); *б* – TGG1 (двумерный треугольный рельеф, период по горизонтали: $3,00 \pm 0,01$ мкм, угол при вершине: $50^\circ \pm 20^\circ$); *в* – TGT1 (трехмерный треугольный рельеф – «пики», период по осям X и Y: $3,00 \pm 0,01$ мкм, диагональный период: $2,12 \pm 0,02$ мкм); *з* – TGQ1 (трехмерный треугольный рельеф – «шашки», период по осям X и Y: $3,00 \pm 0,01$ мкм, высота: $0,020 \pm 0,002$ мкм); *д* – TGZ1 (двумерный прямоугольный рельеф, период: $3,00 \pm 0,01$ мкм, высота: от $0,020 \pm 0,002$ мкм (TGZ1) до $0,52 \pm 0,02$ мкм (TGZ3))

Калибровка СЗМ по мерам рельефным нанометрового диапазона. Существует два принципиально различных способа калибровки СЗМ по приведенным периодическим структурам. Первым является прямое измерение геометрических характеристик (периода и высоты) структуры меры. С учетом того, что значения этих параметров известны из результатов калибровки самих мер, мы имеем возможность определить метрологические характеристики калибруемого СЗМ путем сравнения измеренных и известных параметров периодической структуры. Сначала мы можем вычислить и установить в ПО СЗМ масштабный коэффициент измерений по каждой оси по формуле

$$K = \frac{S}{S_0} K_0, \quad (1)$$

где S – усредненное значение геометрической длины какого-либо элемента структуры меры по N измерениям; S_0 – известное из результатов калибровки значение этого же параметра; K_0 – значение калибровочного коэффициента, установленное при измерении параметра S . Установив этот новый масштабный коэффициент, мы фактически осуществим передачу единицы длины от меры к СИ. Затем, повторив измерения с новым масштабным коэффициентом, мы получим новое значение параметра по N измерениям S^* . Разница между известным и измеренным значением параметра

$$\Delta = |S_0 - S^*| \quad (2)$$

будет являться составляющей неопределенности (погрешности), связанной с ошибкой градуировки по соответствующей оси.

Вторым способом является построение фурье-образа от полученной топограммы периодической структуры. Фурье-образ изображения строится по формуле

$$\hat{h}(\omega_x, \omega_y) = \frac{1}{2\pi} \int_0^{y_{\max}} e^{-iy\omega_y} dy \int_0^{x_{\max}} h(x, y) e^{-ix\omega_x} dx, \quad (3)$$

где $h(x, y)$ – функция высоты для топограммы от координат (x, y) , а (ω_x, ω_y) – новые частотные координаты. ПО СЗМ строит фурье-образ с учетом дискретности измерительных данных по алгоритму так называемого быстрого преобразования Фурье

$$\hat{h}_{mk} = \sum_{q=0}^{n-1} \sum_{p=0}^{l-1} h_{qp} \exp\left(-\frac{2\pi i}{n}mq\right) \exp\left(-\frac{2\pi i}{m}kp\right). \quad (4)$$

На полученном фурье-образе топограммы имеющиеся периодические особенности структуры представляют собой пики, расстояние между которыми и есть измеренный период структуры. После его измерения по фурье-образу

дальнейший анализ измерительных данных также проводят по формулам (1)–(2). В ряде случаев применение данного подхода позволяет улучшить точность калибровки СЗМ.

В настоящее время нормативное обеспечение СИ нанометрового диапазона быстро развивается. Существует ряд национальных стандартов (такие, как VDI/VDE 2656, ГОСТ Р 8.636-2008), готовятся соответствующие стандарты ISO. Однако сегодня работа в этой области еще далека от своего завершения. Единый нормативный документ, описывающий калибровку СИ нанометрового диапазона, отсутствует.

Суммарная неопределенность измерений, проводимых в процессе калибровки СЗМ, является количественной характеристикой той точности, с которой единица длины передается конкретному экземпляру СЗМ в процессе его калибровки. Основными компонентами этой неопределенности являются следующие.

1. Неопределенность фактического значения длины периода применяемой меры TGQ1 по результатам последней калибровки самой меры. Значение этого параметра должно быть непосредственно указано в сертификате последней калибровки применяемой меры TGQ1. В процессе калибровки СЗМ неопределенность фактического значения периода у меры TGQ1 является неопределенностью типа *B* и далее обозначается U_B .

2. Неопределенность измерений длины периода меры TGQ1 непосредственно с помощью калибруемого СЗМ. Значение этой неопределенности определяется в процессе калибровки СЗМ и статистической обработки результатов. Этот компонент бюджета неопределенности является неопределенностью типа *A* и далее обозначается U_A . Количественно значение U_A для единичного измерения n_i совпадает со значением квадратичного отклонения и вычисляется по формуле

$$U_{A,i} = \sqrt{\frac{1}{n_i - 1} \sum_{q=1}^{n_i} (x_{iq} - M(x_i))^2}, \quad (5)$$

где $M(x_i)$ – среднее арифметическое значение результатов измерений всей серии.

Стандартная неопределенность всей серии аналогичных измерений совпадает со значением среднего квадратичного отклонения и вычисляется по формуле

$$U_A(x_i) = \sqrt{\frac{1}{n_i(n_i - 1)} \sum_{q=1}^{n_i} (x_{iq} - M(x_i))^2}, \quad (6)$$

т. е. неопределенность серии из n_i измерений в $\sqrt{n_i}$ раз меньше («лучше») неопределенности каждого отдельного измерения.

Суммарная стандартная неопределенность $U_{ст}$ вычисляется как геометрическая сумма неопределенности типа *A* и неопределенности типа *B* по формуле

$$U_{ст} = \sqrt{U_B^2 + U_A^2}. \quad (7)$$

Расширенная неопределенность вычисляется по формуле

$$U_{\text{расш}} = kU_{\text{ст}}, \quad (8)$$

где коэффициент охвата k – квантиль распределения Стьюдента. Для уровня значимости $p = 0,95$ и для случая нормального распределения $k = 2$. Соответственно, при калибровке РЭМ расширенная неопределенность вычисляется по формуле

$$U_{\text{расш}} = 2U_{\text{ст}}. \quad (9)$$

Оба параметра, т. е. значения стандартной и расширенной неопределенности, заносятся в протокол калибровки. Неопределенность измерений может вычисляться как в абсолютных единицах (м, мкм, нм), так и в относительных единицах, в частности в процентах. Допускаются обе формы представления результатов калибровки СЗМ.

Значение неопределенности измерений, полученное в процессе калибровки СЗМ, при переходе к рабочим измерениям на реальных объектах в бюджете неопределенности рабочих измерений соответствует неопределенности типа *B*. Неопределенность типа *A* в бюджете рабочих измерений формируется соответствующей совокупностью статистических результатов, получаемых в процессе рабочих измерений.

Таким образом, при помощи данных рельефных мер обеспечивается прослеживаемость результатов измерений к определениям физических величин, имеется возможность выполнять поверку и калибровку средств измерения нанометрового диапазона – сканирующих зондовых микроскопов.

Список использованных источников

1. Лысенко, В. Г. Методы и средства обеспечения единства измерений в нанотехнологиях / В. Г. Лысенко, С. С. Голубев, А. В. Пошивалов // Мир Измерений. – 2005. – № 8. – С. 10–15.
2. Кононогов, С. А. Исследование измерительных и калибровочных возможностей средств измерений нанометрового диапазона / С. А. Кононогов, С. С. Голубев, В. Г. Лысенко // Законодательная и прикладная метрология. – 2008. – № 3. – С. 19–27.
3. Метрологическое обеспечение измерений длины в микрометровом и нанометровом диапазонах и их внедрение в микроэлектронику и нанотехнологию / П. А. Тодуа [и др.] // Микросистемная техника. – 2004. – Ч. I, № 1. – С. 38–44.
4. Метрологическое обеспечение измерений длины в микрометровом и нанометровом диапазонах и их внедрение в микроэлектронику и нанотехнологию / П. А. Тодуа [и др.] // Микросистемная техника. – 2004. – Ч. II, № 2. – С. 24–39.
5. Метрологическое обеспечение измерений длины в микрометровом и нанометровом диапазонах и их внедрение в микроэлектронику и нанотехнологию / П. А. Тодуа [и др.] // Микросистемная техника. – 2004. – Ч. III, № 3. – С. 25–32.
6. Голубев, С. С. Прослеживаемость результатов измерений в нанометровом диапазоне к единицам Международной системы единиц физических величин / С. С. Голубев, С. Н. Голубев // Измерительная техника. – 2010. – № 11. – С. 13–17.
7. Calibration and Measurement Capabilities [Electronic resource] / Bureau International des Poids & Mesures. – France, 2002. – Mode of access : <http://kcdb.bipm.org/appendixC/search.asp?reset=1&met=L; Country=Germany>. – Date of access : 14.05.2012.
8. Универсальная линейная мера для растровой электронной и атомно-силовой микроскопии / Ч. П. Волк [и др.] // Электронная промышленность. – 2000. – № 3. – С. 60–64.

ИССЛЕДОВАНИЕ СТРУКТУРНЫХ ОСОБЕННОСТЕЙ СТАЛИ КРУПНОГАБАРИТНЫХ ИЗДЕЛИЙ (ОБОРУДОВАНИЯ) МЕТОДАМИ СКАНИРУЮЩЕЙ ЗОНДОВОЙ МИКРОСКОПИИ

О. В. Карбань¹, К. С. Балиж², С. М. Решетников³, В. Г. Маклецов³

¹Физико-технический институт УрО РАН, Ижевск, Россия

²ЗАО «Нанотехнологии-МДТ», Зеленоград, Россия

³Удмуртский государственный университет, Ижевск, Россия

В процессе эксплуатации в структуре металла происходят изменения, связанные с процессами старения, межкристаллитной коррозии, обезуглероживания, с ростом зерна, фазовым наклепом, сфероидизацией перлита и т. п. Важными характеристиками, влияющими на остаточный ресурс, являются параметры структуры металла (например, балл зерна; ширина межзеренной границы), из которого изготовлен объект. Изменение размеров зерен или вида распределения позволяет получить достоверную информацию о процессах, протекающих в материалах в процессе эксплуатации. Эти изменения влияют на эксплуатационную надежность оборудования и оцениваются с помощью металлографического анализа, твердометрии, коэрцитиметрии. Однако современные методы неразрушающего контроля изделий не позволяют получить изображение поверхности материалов на нанометровом уровне и регистрируют начало разрушений материалов на стадиях, когда их эксплуатация является потенциально опасной, фактически аварийной. Наиболее часто используемый метод оптической металлографии позволяет идентифицировать структурные особенности материалов (металлов) на стадиях, когда их размеры составляют единицы микрон, что в конечном счете не позволяет снижать эксплуатационные риски до уровня, который можно было бы признать безаварийным.

Одним из наиболее опасных видов разрушения металлов являются локальные коррозионные процессы в связи с тем, что материальные потери массы металла сосредоточены на чрезвычайно малой поверхности. Это приводит к развитию коррозионного процесса, направленного в глубинные слои металла. В результате этого происходит быстрая потеря металлом механических (прочностных) свойств, вплоть до механического разрушения [1]. Отметим, что локальная коррозия связана с дефектами поверхности металлов, посторонними (неметаллическими) включениями, факторами, способствующими появлению дефектов в пассивирующих слоях и т.д. Кроме этого, локальную коррозию могут вызывать и компоненты технологических сред. Так, например, хорошо известны факты питтинговой коррозии технологической аппаратуры при переработке сернистой нефти [2].

Для прогнозирования питтинговой коррозии применяются все известные методы прогноза: моделирование, экстраполяция, экспертная оценка. При этом для прогнозирования максимальной глубины питтинга и определения времени до перфорации стенки используются, главным образом, статистиче-

ские модели питтинговой коррозии. Однако практически во всех моделях глубина питтинга является расчетной величиной на основе зависимости количества очагов питтинга и их диаметров, что приводит к недостаточно точной оценке распределения ожидаемых глубин питтинга.

При контроле оборудования (трубопроводов, роторов турбин и др.) образцы получают методом электроэрозионной вырезки из регламентируемых зон оборудования. Ввиду затруднительности вырезки образцов из деталей действующего оборудования и снижения остаточного ресурса самой этой процедурой возникает потребность исследования микроструктуры и дефектов металла на месте неразрушающими методами с помощью портативных средств контроля. В связи с этим проведение исследования структуры поверхности материалов с помощью аппаратно-программного комплекса методом сканирующей зондовой микроскопии (СЗМ) непосредственно на оборудовании представляется перспективным.

Цель работы – изучить возможность проведения исследования микроструктуры сталей и начальных стадий локальных коррозионных разрушений для сталей, как на модельных образцах, так и на эксплуатируемых крупногабаритных объектах.

Исследования образцов были выполнены методом атомно-силовой микроскопии (АСМ) в прерывисто-контактном режиме на сканирующем зондовом микроскопе Интегра Прима (НТ-МДТ, Зеленоград) и аппаратно-программном комплексе Солвер Пайп (НТ-МДТ, Зеленоград). Устройство платформы-позиционера позволяет использовать СЗМ Солвер Пайп для исследования не только образцов, расположенных на плоской горизонтальной поверхности, но также и для исследования образцов большого размера с поверхностью различной геометрии. Размеры образцов, измеряемых на плоскости, не ограничены. Диаметр промышленных объектов должен составлять не менее 120 мм. Преимуществами АПК являются недолгое время на подготовку и проведение исследования, а также возможность достижения разрешения 50 нм при проведении исследований в «полевых» условиях.

Исследования микроструктуры сталей были выполнены для модельных образцов сталей Ст3сп, Сталь20, 08Х18Н10Т, 09Г2С, 10Х23Н18(П57), 15Х5М, относящихся к различным классам сталей (феррито-перлитным, ферритным с карбидными включениями, аустенитным). Образцы представляли собой вырезанные фрагменты размером 10 × 10 мм. Подготовка поверхности образцов для исследования осуществлялась по стандартной методике для проведения оптических металлографических исследований. На рис. 1 приведены результаты выделения ферритной структуры для стали Ст3сп. Для расчета среднего размера зерен разработан алгоритм сегментации АСМ-изображения [3], основанный на регистрации локальных минимумов по матрице высот изображения, являющийся разновидностью адаптивного порогового метода. Подход, реализуемый в разработанном методе, имеет ряд преимуществ по сравнению с традиционными методами выделения границ, так как позволяет получить для большинства объектов на изображении четко очерченные контуры, све-

сти к минимуму количество разрывов на границах объектов, а также, в большинстве случаев, отделить один объект от другого. Результаты применения данного алгоритма к АСМ-изображениям приведены на рис. 1, 2.

Оценку микроструктуры сталей проводили в соответствии с нормативными ГОСТами и ASTM. Балльность зерна в ферритно-перлитной стали определяли по размеру ферритного зерна. При травлении ферритная составляющая в таких сталях травится первой, что позволяет разделять эти фазы.

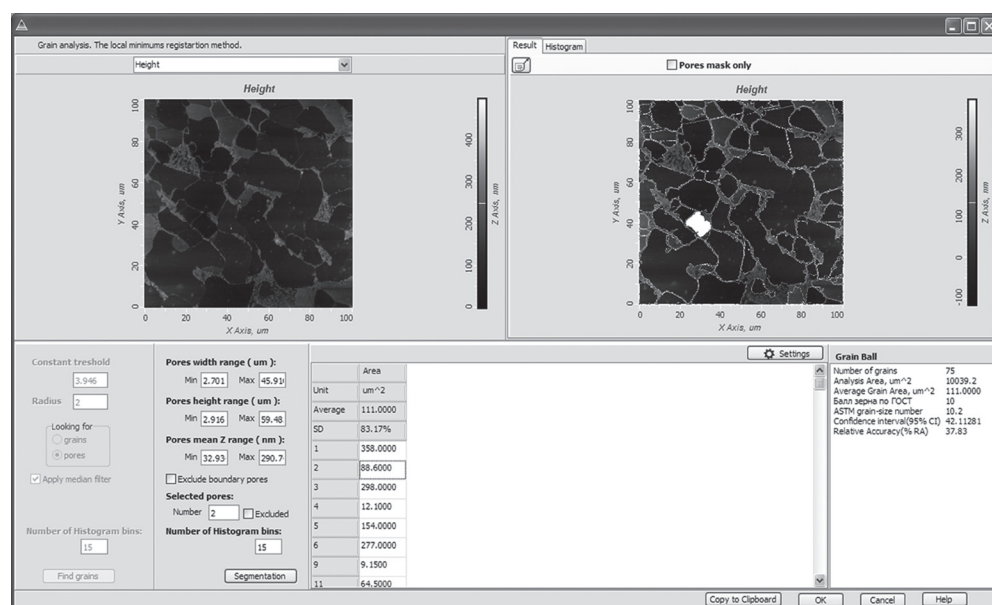


Рис. 1. АСМ-изображение поверхности образца стали СтЗсп и расчет размеров зерен

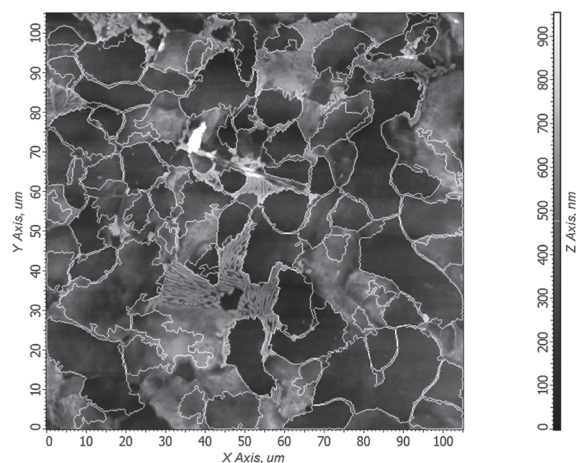


Рис. 2. Результат выделения ферритной фазы для крупногабаритного образца

В зависимости от количества феррита (средний процент площади, занятой перлитом на микрошлифе) определяют ферритно-перлитную структуру стали независимо от характера перлитных участков (пластинчатого, зернистого, сорбитообразного), которые характеризуются отдельно.

Структура перлита определяется по ГОСТ 8233–56 из анализа формы зерен на участках перлитной структуры. Из анализа эталонных изображений микроструктуры пластинчатого

и зернистого перлита рассчитано, что при превышении соотношения ширины и длины (1 : 3) зерен цементита, структура относится к пластинчатому перлиту и ее размер и балльность определяются из межпластинчатого расстояния. Среднее межпластинчатое расстояние определяется из АСМ-изображений с помощью фурье-анализа (Image Analysis 3, НТ-МДТ) спектральных частот. Использование данного метода расчета среднего расстояния при определении *D*-исчерченности коллагеновых волокон показали совпадение данных расчета с литературными данными. Дисперсность зерен цементита зернистого перлита определяется аналогично размеру зерен ферритной фазы.

Результаты выделения зерен ферритной фазы для образцов сталей СтЗсп приведены в таблице. По расчетам фактора формы перлит относится к пластинчатому для первых пяти образцов и к смешанному типу (пластинчатому, зернистому) для шестого образца.

Балльность зерен ферритной фазы образцов СтЗсп, ферритно-перлитная структура, балльность перлитной структуры

Образец	Средняя площадь зерна, мкм ²	Балльность зерна по ГОСТ 5639–82	Балльность зерна по ASTM E1382	Расчитанное количество ферритной фазы, %	Межпластинчатое расстояние, мкм	Балльность структуры по ГОСТ 8233–56
1-й	111	10	10,2	83	0,37	3
2-й	77	11	10,7	74	0,38	3
3-й	109	10	10,2	77	0,22	2
4-й	101	10	10,3	83	0,37	3
5-й	51	11	11,3	68	0,42	4
6-й	171	10	9,6	92	–	

Эксперименты по исследованию структуры материалов крупногабаритных изделий с помощью АПК Солвер Пайп были проведены как в лабораторных условиях (рис. 3), так и в условиях эксплуатации изделий для различных марок сталей. На рис. 3 приведено изображение элемента конструкции мостового крана, изготовленного в 1964 г. из стали СтЗсп. Средний размер зерен составил 97 мкм², что соответствует 10 баллам зерна и не показывает изменений от структуры стали в состоянии поставки.

Для изделий, находящихся в длительной эксплуатации, в частности стальных изделий, использование АПК Солвер Пайп позволяет определить стадию коррозионных разрушений и прогнозировать эксплуатационный ресурс изделия. С целью установления соответствия параметров дефектов (формы, размеров, количества) на поверхности исследуемых изделий различным стадиям коррозии были проведены модельные эксперименты для образцов высококоррозионных сталей 0Х13, 0Х18Н10Т, 12Х18Н10Т.

Образцы сталей в виде пластин размером 10 × 10 мм были зачищены, отшлифованы, а затем обезжирены и помещены в различные модельные коррозионные среды. В эксперименте изменялся тип ионов депассиваторов и ин-

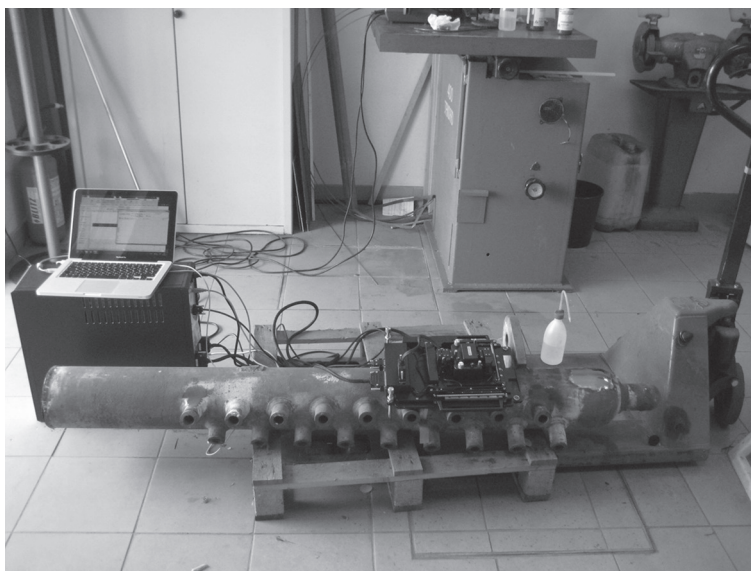


Рис. 3. Лабораторные исследования крупногабаритных образцов – элемента конструкции мостового крана

гибиторов, а также время воздействия на образцы. Дополнительно образцы сталей 0X18H10T были исследованы методом анодной потенциодинамической поляризации. Образцы нагружались со скоростью 1 мВ/с от стационарного потенциала до $\Delta\varphi = +0,5$ В, т. е. до потенциала пассивации. В отличие от предыдущей серии эксперимента, где пассивация в ББР наступала самопроизвольно, в этой серии пассивацию создавали анодной поляризацией.

На рис. 4 образец стали после коррозии в среде с добавлением 0,1 м НСl демонстрирует только образование одиночного питтинга при, казалось бы, равномерной коррозии материала. Как правило, для образцов, подвергающихся

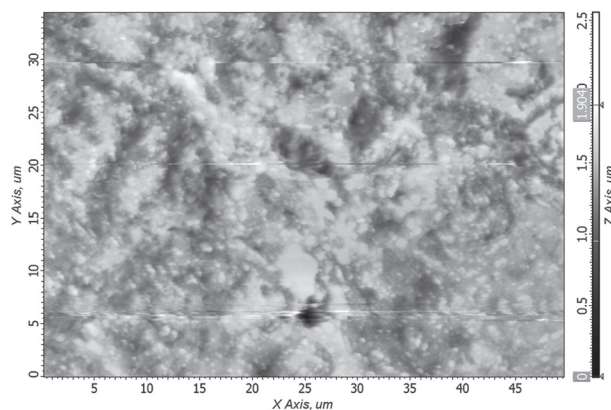


Рис. 4. АСМ-изображение образца стали 0X13 после коррозионных испытаний в среде с добавлением 0,1 м НСl

коррозии в соляной кислоте, питтинг отсутствует, поскольку он обычно образуется на поверхности металлов или сплавов, которые находятся в пассивном состоянии.

При проведенных испытаниях стали 0X13 и 0X18H10T, 12X18H10T даже в условиях, благоприятных для пассивации, образцы демонстрируют потенциальную возможность питтингообразования (выдержка в азироро-

ванном ББР при рН 7,4). Иначе говоря, данные стали «генетически» предрасположены к локальной коррозии. В более жестких условиях (наличие NaCl, HCl) питтингообразование стимулируется. Потенциостатическая поляризация металлов в средах, способствующих пассивации, и в средах, содержащих ионы-активаторы, приводит к тем же результатам. Анодная поляризация в обычном режиме снятия потенциалодинамических кривых показала, что при доведении потенциала до пассивного состояния метод позволяет обнаруживать, по крайней мере, одиночные питтинги.

В данном варианте метод СЗМ может быть использован в технологических схемах, где используются коррозионно-агрессивные среды, вызывающие локальную коррозию, с применением образцов-свидетелей. Это позволит на ранних стадиях диагностировать локальную коррозию и не доводить до аварийного разрушения агрегатов.

Работа выполнена в рамках частно-государственного партнерства в соответствии с Постановлением Правительства Российской Федерации от 09.04.2010 г. № 218 и согласно Договору 13.G25.31.0052.

Список использованных источников

1. Семенова, И. В. Коррозия и защита от коррозии / И. В. Семенова, Г. М. Флорианович, А. В. Хорошилов. – М. : Физматлит, 2002. – 336 с.
2. Медведева, М. Л. Коррозия и защита оборудования при переработке нефти и газа. – М. : Изд. «Нефть и газ», 2005. – 312 с.
3. Метод выделения границ объектов на изображениях сканирующей зондовой микроскопии / Д. В. Хлопов [и др.] // Поверхность. Рентгеновские синхротронные и нейтронные исследования. – 2010. – № 2. – С. 71.

ИЗУЧЕНИЕ СУБСТРУКТУРЫ ВЫСОКОПРОЧНОГО ЧУГУНА МЕТОДОМ АТОМНО-СИЛОВОЙ МИКРОСКОПИИ

**С. А. Чижик¹, Т. А. Кузнецова¹, А. Л. Худолей¹, А. И. Комаров²,
В. И. Комарова², М. С. Василенко³, В. М. Полевиков⁴**

¹*Институт тепло- и массообмена им. А. В. Лыкова НАН Беларуси, Минск, Беларусь*

²*Объединенный институт машиностроения НАН Беларуси, Минск, Беларусь*

³*РУП «Гомельский завод сельскохозяйственного машиностроения «Гомсельмаш»,
Гомель, Беларусь*

⁴*Гомельский государственный университет им. Ф. Скорины, Гомель, Беларусь*

Введение. Высокопрочный чугун (ВЧ) не уступает по прочности нелегированным сталям и сохраняет тенденцию к расширению объемов производства [1, 2]. ВЧ с шаровидным графитом обладает одновременно высокими прочностью, вязкостью и износостойкостью при наличии бейнитной структуры в металлической матрице [3, 4]. Такое строение ВЧ достигается изотермиче-

ской закалкой [5]. Одновременное присутствие бейнита и остаточного аустенита в структуре вызывает искажения кристаллических решеток и появление внутренних напряжений в микрообъемах, которые, в свою очередь, снижают ударную вязкость и пластичность сплава [6]. На степень превращения аустенита в бейнит влияет температура изотермического распада и наличие легирующих элементов [7]. Отсюда следует, что возможно управлять механическими свойствами ВЧ за счет использования рациональных режимов термообработки (ТО) путем изменения тонкой структуры матрицы ВЧ. К параметрам тонкой структуры, чувствительным к изменению состояния материала, относятся величина микроискажений кристаллической решетки и размер субзерна.

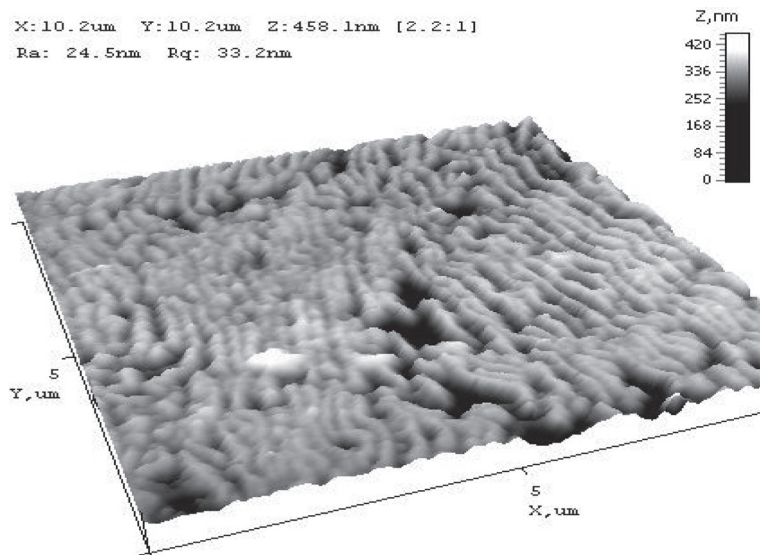
Цель работы – исследовать субструктуру высокопрочного чугуна марки ВЧТГ методом атомно-силовой микроскопии (АСМ) с дополнительным использованием сканирующей электронной микроскопии (СЭМ) и рентгенофазового анализа (РФА).

Материалы и методы исследования. Объектом исследования являлись образцы высокопрочного чугуна марки ВЧТГ, разработанные ООО «НПО Триботехника» и изготовленные РУП «Гомсельмаш», в исходном состоянии и прошедшие изотермическую закалку от 880–900 °С до температур изотермической выдержки в течение часа для всех образцов в диапазоне от 250 до 360 °С. В состав ВЧТГ входят следующие легирующие элементы: Si, Mn, Mo, Ni, Cu [8]. Исследования проводили на шести образцах: без ТО и с ТО после температур изотермической выдержки 250, 270, 300, 330 и 360 °С соответственно. Из образцов готовили шлифы по стандартной металлографической методике, поверхность шлифов протравливали 4%-ным раствором HNO_3 в течение 30 с. Методами РФА, СЭМ с микрорентгеноспектральным анализом (МРСА) и АСМ исследовали микроструктуру ВЧТГ в исходном состоянии и после изотермической выдержки. СЭМ выполняли на микроскопе Mira (Чехия), при этом элементный состав образцов ВЧТГ определяли МРСА с использованием энергодисперсионной приставки «Inca 360» (Великобритания). Для наблюдения субмикроструктуры ВЧТГ использовали АСМ (НТ-206, Беларусь) с вертикальным разрешением 0,1 нм. Микротвердость фаз оценивали микротвердомером ПМТ-3 вдавливанием пирамидой Виккерса при нагрузках от 0,049 до 0,98 Н по ГОСТ 9450–76. Методом РФА на дифрактометре ДРОН-3 определяли фазовый состав, проводили оценку микроискажений кристаллической решетки, регистрировали физическое уширение дифракционных линий β .

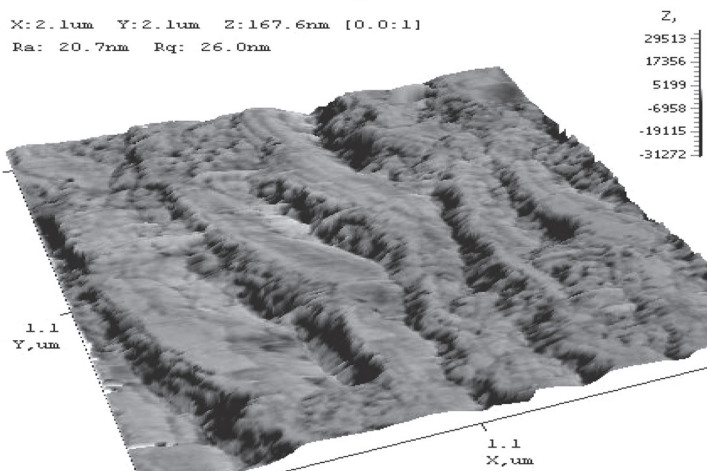
Результаты и их обсуждение. Исходная микроструктура ВЧТГ. Типичная микроструктура металлической матрицы ВЧТГ в исходном состоянии содержит ферритную и перлитную фазы. Дисперсность пластинчатого перлита, определенная для образца ВЧТГ в исходном состоянии, в зависимости от участка поверхности, составляет от 130 до 180 нм (рис. 1, а). Тонкое строение перлита образца ВЧТГ в исходном состоянии показано на рис. 1, б. Дисперсность представленного на данном участке перлита составляет 200 нм. При этом ширина пластинок цементита не постоянна и колеблется от 200 до

400 нм. Сами пластинки имеют слоистое строение. В пределах одной крупной пластинки содержится более пяти мелких, толщина которых составляет около 30 нм (рис. 1, б). Промежутки между пластинками цементита частично заполнены дисперсными частицами диаметром 50–80 нм.

Микроструктура графитовых частиц в ВЧТГ представлена на рис. 2. Графит образует слоистые кристаллы произвольной формы и правильной тригональной. Диаметр тригональных кристаллитов составляет ~ 200 нм, диаметр кристаллитов неправильной и округлой формы – 50–100 нм. АСМ позволяет



a



б

Рис. 1. АСМ-изображение микроструктуры перлитной фазы исходного образца ВЧТГ: *a* – перлитная фаза дисперсностью около 180 нм, поле сканирования 10 × 10 мкм; *б* – перлитная фаза с дисперсными зёрнами цементита диаметром 50–80 нм

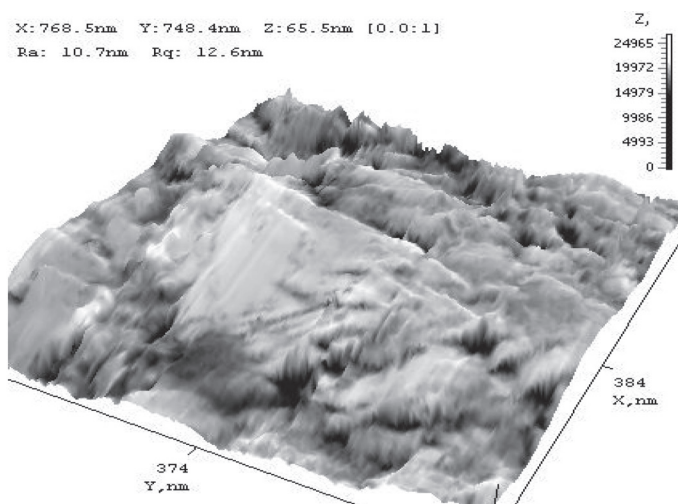


Рис. 2. АСМ-изображение микроструктуры графитной частицы исходного образца, поле сканирования $1,2 \times 1,2$ мкм

различить толщину отдельных слоев в пакете, которая составляет 0,7–1,4 нм, что соответствует 2–4 межплоскостным расстояниям между атомными слоями графита.

Высота структурных составляющих ВЧТГ, определенная с помощью АСМ, может являться параметром для сравнительной оценки микротвердости фаз и для их идентификации. Если оценивать феррито-перлитную структуру ВЧТГ по высоте с помощью АСМ, она будет иметь следующие уровни, связанные с травимостью, а следовательно, с плотностью и твердостью фаз. Начальный уровень занимает феррит с микротвердостью 1600 МПа, определенной стандартным способом вдавливания пирамидой Виккерса. Перлит выступает над ферритом на высоту около 100 нм и имеет значение микротвердости около 3300 МПа. Над перлитом выступает карбидная фаза на высоту около 200–300 нм. По результатам МРСА это карбиды Мо и Мо–Fe соответственно. Их микротвердость оказывается на уровне 9960 МПа. Таким образом, не имея возможности непосредственно измерить микротвердость фаз с размером менее 1 мкм, можно качественно оценить их механические свойства и определить фазу посредством АСМ. Аустенитное зерно в структуре исходного ВЧТГ определено по игольчатой форме при полях сканирования около 20×20 мкм). Четкой границы между аустенитным зерном и перлитной фазой в АСМ у ВЧТГ в исходном состоянии нет, существует только ступенька между субзернами. Методом АСМ можно зафиксировать углубление в пределах аустенитного зерна величиной около 100 нм на фоне перлитной фазы. Углубление заполнено цементитными зернами диаметром около 200 нм.

По морфологии карбиды Мо–Fe – разветвленные дендриты эвтектических фаз. Режим «Torsion» показывает их отличие от мелкодисперсной матрицы (рис. 3). При этом визуализируется их отличие от матрицы по химсоставу, кро-

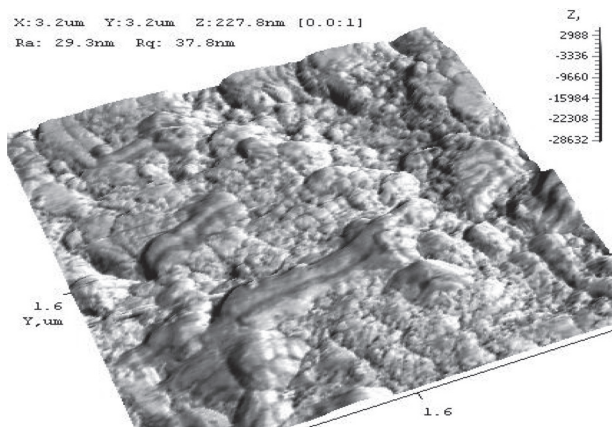


Рис. 3. 3D-АСМ-изображение с наложением режима «Torsion» карбидной эвтектики Fe–Mo в микроструктуре исходного образца ВЧТГ

ме того, вдоль главной оси симметрии дендрита располагаются пластинчатые составляющие эвтектики, обогащенные разными компонентами (Fe и Mo). На изображении в режиме «Torsion» они выделяются темным и светлым контрастом.

Феррит ВЧТГ в исходном состоянии представлен полиэдрическими зернами. В микроструктуре такого феррита обнаружена тонкая структура, отличающаяся геометрически правильным расположением элементов в виде пластин и ступеней (рис. 4). На рис. 4, а штрихо-

положением элементов в виде пластин и ступеней (рис. 4). На рис. 4, а штрихо-

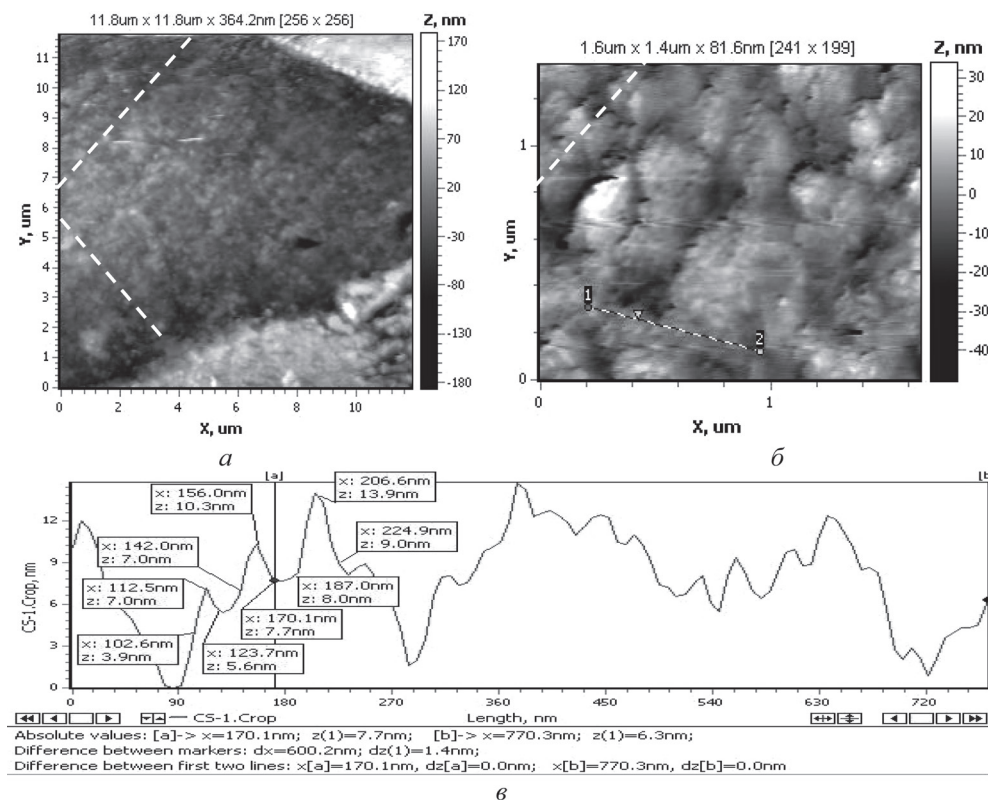


Рис. 4. АСМ-изображение микроструктуры ферритной фазы исходного образца ВЧТГ с упорядоченной структурой: а – топография, поле сканирования 12×12 мкм; б – топография, поле сканирования $1,6 \times 1,4$ мкм; в – профиль поперечного сечения через субступени

выми линиями показаны направления, параллельно которым располагаются ступеньки феррита. Ступени имеют многоуровневую структуру: при ширине ступеней первого уровня 400–600 нм их высота составляет около 100 нм. В свою очередь, поверхность ступеней состоит из полос шириной 30 нм. Ступеньки между этими полосами составляют 3–10 нм (рис. 4, б). Такое наноразмерное упорядоченное строение феррита ВЧТГ совпадает с периодичностью пластинок цементита в перлите. Ширина элементарных субступенек феррита и элементарных субпластинок цементита при этом совпадает и составляет 30 нм. Малая величина структурных элементов пластинок перлита и субступеней феррита определяет легкость зарождения островков новой фазы и эффективность последующего аустенитно-бейнитного превращения. Субзеренное строение ферритной матрицы определяет и наноразмерное строение внутри графитовых частиц.

Микроструктура ВЧТГ после ТО. Микроструктура бейнитных фаз в СЭМ представляет собой «иглообразные» углубления. АСМ дополняет эту картину новыми сведениями о глубине «иглообразного» рельефа и заполнении внутреннего пространства бейнитных пластинок дисперсной карбидной фазой. Если в образцах ВЧТГ после $T_{\text{из.выд}} = 250$ °С и $T_{\text{из.выд}} = 300$ °С СЭМ показывала полосы двойников в зерне бейнита, АСМ выявляет разделение двойниковых плоскостей на субзерна. В работе [9] показано, что пластинки бейнита в стали имеют субзеренное строение бейнитного феррита. В работе [10] выявлено присутствие дисперсных ϵ -карбидов в пластинках бейнита в чугунах. Полученные нами данные АСМ о размере субзерен в чугунах согласуются с размерами, определенным в работах [9, 10], где использовали просвечивающую электронную микроскопию. Если в СЭМ элементарным фрагментом микроструктуры ВЧТГ после ТО являлся двойник, то при исследовании с использованием АСМ им служило субзерно карбида диаметром 100–300 нм.

В микроструктуре образце ВЧТГ после $T_{\text{из.выд}} = 250$ °С на поле размером $9,5 \times 9,5$ мкм видны хаотично ориентированные вытянутые углубления игл длиной около 1 мкм. При поле сканирования $2,0 \times 2,0$ мкм поверхность шлифа сплошь покрыта сеткой микроуглублений глубиной 20–30 нм. Субзерна имеют вытянутую форму, ориентированы в одну сторону, при этом их максимальный диаметр составляет 200 нм, а перпендикулярный к нему – 60 нм. Таким образом, углубления между субзернами составляют 30–50% диаметра самих субзерен. Пользуясь данными АСМ о морфологии травленной структуры, можно включить образец ВЧТГ после $T_{\text{из.выд}} = 250$ °С в одну группу с ВЧТГ после $T_{\text{из.выд}} = 330$ °С и $T_{\text{из.выд}} = 360$ °С с рельефом «с большими ступенями» хорошо совмещается наибольший уровень микроискажений образца ВЧТГ после $T_{\text{из.выд}} = 250$ °С, составляющий $10,5 \cdot 10^{-4}$ (см. таблицу).

Образец ВЧТГ после $T_{\text{из.выд}} = 270$ °С имеет мало углублений на поле $9,0 \times 9,0$ мкм из-за плавных переходов между субзернами. На поле $2,0 \times 2,0$ мкм они составляют 10–20 нм при размере субзерна 100–300 нм, т. е. глубина углублений составляет менее 10% от размера зерна. Следовательно, при деформации

циях этот образец имеет возможность осуществить сдвиг субзерен без разрушения материала на большую величину по сравнению с образцом ВЧТГ после $T_{\text{из.выд}} = 250 \text{ }^\circ\text{C}$.

Наилучший рельеф травленной поверхности в АСМ показал образец ВЧТГ после $T_{\text{из.выд}} = 300 \text{ }^\circ\text{C}$. Мерой внутренних напряжений (дефектности структуры) в ВЧТГ, которую оценивает АСМ, может являться величина ступеней между рядами субзерен или величина углублений, оставляемых травителем при одном и том же режиме травления. В образце ВЧТГ после $T_{\text{из.выд}} = 300 \text{ }^\circ\text{C}$ эта глубина наименьшая и составляет 5–10 нм при размере субзерен 100–200 нм (2,5–5,0% от диаметра субзерна).

Параметры тонкой структуры ВЧТГ при промежуточном превращении

Температура изотермической выдержки, $^\circ\text{C}$	Период решетки a , нм	Микро-искажения $\Delta a/a$ α -фазы, 10^{-4}	Уширение линий β_{211} , 10^{-3} рад	Размер блоков D , мкм	Плотность дислокаций ρ , 10^{12} см^{-2}	Высота ступени между соседними рядами субзерен, нм	АСМ-размеры субзерен, нм	Отношение высоты ступени к размеру субзерна, %
250	0,28705	10,5	32,32	0,086	2,92	2–30	200	30–50
270	0,28685	3,5	24,61	0,113	2,37	10–20	100–300	10
300	0,28672	1,1	27,47	0,101	2,94	5–10	200	2,5–5,0
330	0,28651	8,4	20,32	0,137	1,62	40–80	200–300	20–40
360	0,28665	3,5	21,19	0,131	1,75	100–140	200	50–70
Исходный образец	0,28664	3,8	3,00	0,660	0,55	–	30	–

Образцы ВЧТГ после $T_{\text{из.выд}} = 330 \text{ }^\circ\text{C}$ и $T_{\text{из.выд}} = 360 \text{ }^\circ\text{C}$ показали близкие характеристики АСМ-микроструктуры, при этом не расходящиеся с результатами СЭМ. У образца ВЧТГ после $T_{\text{из.выд}} = 330 \text{ }^\circ\text{C}$ глубина вытравливаемых «игл» составляет 40–80 нм при размере субзерен 200–300 нм (20–40% от диаметра субзерна). У образца ВЧТГ после $T_{\text{из.выд}} = 360 \text{ }^\circ\text{C}$ величина углублений составляет 100–140 нм при размере субзерен 200 нм (50–70 % от диаметра субзерна) и повышенная плотность углублений в рельефе.

На рис. 5 наглядно показаны различия в АСМ-микроструктуре при размере поля $2,0 \times 2,0$ мкм. Таблица суммирует описанные выше данные РФА о величине микроискажений и АСМ о нанометровых характеристиках рельефа поверхности бейнитных структур ВЧТГ, которые могут служить мерой оценки возможности сдвиговых деформаций в материале без его разрушения. Полученные данные о величине субзерна бейнита хорошо согласуются с данными работы [11], где они составили 250 нм.

Методом АСМ установлена прямая связь морфологии тонкой субзеренной структуры ВЧТГ после каждой температуры изотермической выдержки в диапазоне от 250 до 360 $^\circ\text{C}$ с величиной микроискажений кристаллической решетки. Важным параметром тонкой структуры ВЧТГ является наноразмерная глубина границ между субзернами. От соотношения этой глубины и диаметра

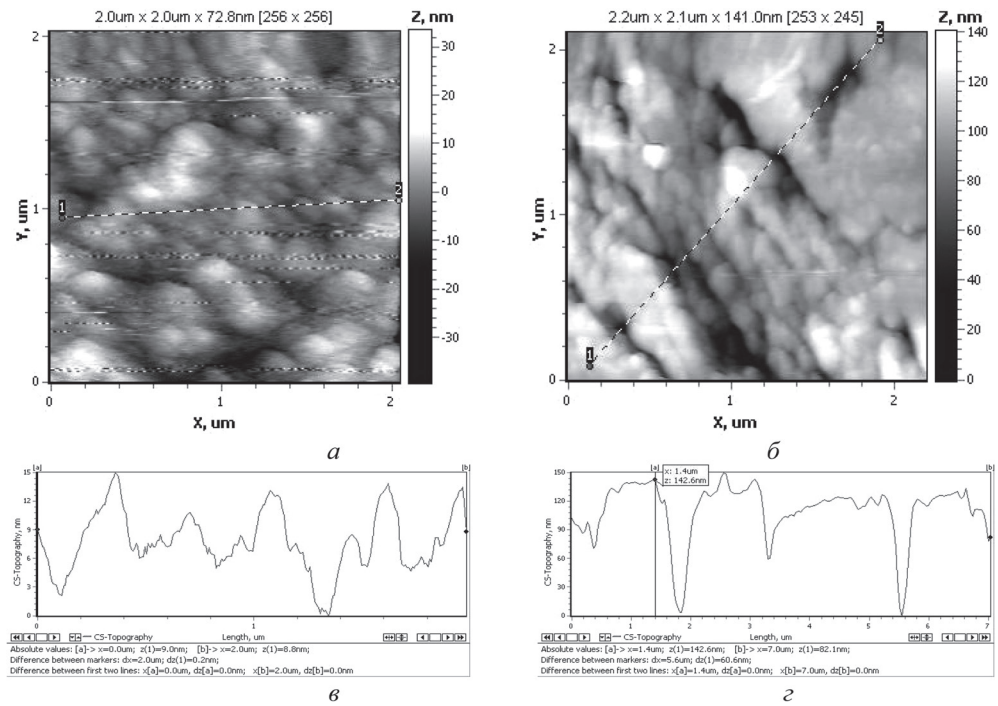


Рис. 5. Сравнение особенностей АСМ-субструктур бейнита ВЧТГ после различных температур изотермической выдержки, поле $2,0 \times 2,0$ мкм: *а* – $T_{\text{из.выд}} = 300$ °С, отношение глубины границы к размеру субзерна 2,5–5,0%; *б* – $T_{\text{из.выд}} = 360$ °С, отношение глубины границы к размеру субзерна 50–70%; *в*, *г* – профили поперечного сечения поверхности (*а*) и (*б*) соответственно

субзерна зависит способность образца деформироваться при нагрузке путем сдвига между субзернами без образования микротрещин. Наилучшими показателями обладает образец ВЧТГ после $T_{\text{из.выд}} = 300$ °С: при размере субзерен 200 нм глубина границ между ними составляет всего 5–10 нм. Уровень микроискажений кристаллической решетки, установленный РФА для образца после $T_{\text{из.выд}} = 300$ °С, имеет величину $1,1 \cdot 10^{-4}$ и является наименьшим для примененных температур изотермической выдержки (ниже остальных в 3–10 раз).

Заключение. Методом АСМ исследована тонкая структура ВЧТГ в исходном состоянии и после закалки от 880–900 °С до температур изотермической выдержки в интервале 250–360 °С. В исходном образце ВЧТГ установлена упорядоченная слоистая многоуровневая структура феррита. Феррит кристаллизован в виде ступеней шириной 400–600 нм и высотой около 100 нм. В свою очередь, поверхность ступеней состоит из полос шириной 30 нм и высотой между полосами 3–10 нм. Такое наноразмерное упорядоченное строение феррита исходного ВЧТГ определяет эффективность последующей термической обработки с аустенитно-бейнитным превращением.

Методом АСМ выявлен размер субзерна бейнита в ВЧТГ, который составил 100–300 нм. Установлена прямая связь морфологии тонкой субзеренной

структуры ВЧТГ с величиной микроискажений кристаллической решетки в диапазоне температур изотермической выдержки от 250 до 360 °С. Важным параметром тонкой структуры ВЧТГ является наноразмерная величина ступеней между рядами субзерен, которая изменяется от 5 нм при $T_{\text{из.выд}} = 300$ °С до 140 нм при $T_{\text{из.выд}} = 360$ °С. От соотношения этой величины и диаметра субзерна зависит способность образца деформироваться при нагрузке путем сдвига между субзернами без образования микротрещин и разрушения материала.

Наилучшими показателями по величине микроискажений и значениям сдвига между рядами субзерен обладает образец ВЧТГ после $T_{\text{из.выд}} = 300$ °С: при размере субзерен 200 нм глубина границ между ними составляет всего 5–10 нм. Уровень микроискажений кристаллической решетки, установленный РФА для образца, после $T_{\text{из.выд}} = 300$ °С составляет $1,1 \cdot 10^{-4}$, что в 3–10 раз меньше, чем при остальных температурах изотермической выдержки.

Список использованных источников

1. Любченко, А. П. Высокопрочные чугуны / А. П. Любченко. – М. : Металлургия, 1982. – 120 с.
2. Martins, R. Austempered ductile iron (ADI) gears : Power loss, pitting and micropitting / R. Martins, J. Seabra, L. Magalhães // *Wear*. – 2008. – Vol. 264 – P. 838–849.
3. Корниенко, Э. Н. Перспективы производства отливок из ЧШГ аустенитно-бейнитного класса / Э. Н. Корниенко, А. Г. Панов, Д. Ф. Хальфин // *Литейщик России*. – 2004. – № 6. – С. 7–12.
4. Fracture toughness characterization of austempered ductile iron produced using both conventional and two-step austempering processes / A. H. Elsayed [et al.] // *Materials and Design*. – 2009. – Vol. 30. – P. 1866–1877.
5. Артеменко, Т. В. Исследование и разработка технологии производства массивных отливок из бейнитного чугуна с шаровидным графитом : автореф. дис. ... канд. техн. наук : 05.16.04 / Т. В. Артеменко ; ЦНИИчермет им. И. П. Бардина. – М., 2001. – 26 с.
6. Курдюмов, Г. В. Превращения в железе и стали / Г. В. Курдюмов, Л. М. Утевский, Р. И. Энтин. – М. : Наука. – 1977. – 238 с.
7. *Металловедение и термическая обработка стали : справочник* / под ред. М. Л. Бернштейна, А. Г. Рахштадта. – Т. 2: Основы термической обработки. – М. : Металлургия, 1983. – 368 с.
8. Чугун с шаровидным графитом и высоким сопротивлением усталости : пат. 15617 Респ. Беларусь, МПК7 С 22С 37/04 / Л. А. Сосновский, В. А. Жмайлик, Н. В. Псырков, В. О. Замятнин, В. В. Комиссаров ; заявитель РУП «Гомсельмаш», ООО «НПО ТРИБОФАТИКА». – № а 20101428 ; заявл. 10.04.2010 ; опубл. 30.04.2012 // *Афіцыйны бюл. Нац. цэнтр інтэлектуал. уласнасці*. – 2012. – № 2(85). – С. 120.
9. Yang, Z.-G. An overview on bainite formation in steels / Z.-G. Yang, H.-S. Fang // *Current Opinion in Solid State and Materials Science*. – 2005. – N 9. – P. 277–286.
10. Kiani-Rashid, A. R. The bainite transformation and the carbide precipitation of 4.88% aluminium austempered ductile iron investigated using electron microscopy / A. R. Kiani-Rashid // *Journal of Alloys and Compounds*. – 2009. – Vol. 474. – P. 490–498.
11. The mechanism of bainite transformation in steels / H.-S. Fang [et al.] // *Scripta Materialia*. – 2002. – Vol. 47, I. 3. – P. 157–162.

ИСПОЛЬЗОВАНИЕ ЧАСТИЦ ПОРОШКОВ В КАЧЕСТВЕ НАКОНЕЧНИКОВ ЗОНДОВ ДЛЯ СКАНИРУЮЩЕЙ ЗОНДОВОЙ МИКРОСКОПИИ ПРИ ИССЛЕДОВАНИИ ФИЗИКО-МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ МАТЕРИАЛОВ

Т. А. Кузнецова^{1,2}, Т. И. Ширяева¹, Н. В. Чижик¹

¹Белорусский национальный технический университет, Минск, Беларусь

²Институт тепло- и массообмена имени А. В. Лыкова НАН Беларуси,
Минск, Беларусь

Введение. Изменяя свойства и параметры зонда, можно значительно расширить возможности СЗМ-методов исследования материала. На эту модификацию направлено множество методик, согласно которым на остриях и консолях закрепляют коллоидные наночастицы, на остриях помещают нанотрубки, выращивают вискеры, осаждают покрытия [1–5]. Предлагаемый нами способ относится к группе закрепления частиц различных порошков на острие. Согласно способу, на консолях зондов АСМ закрепляют частицы порошков, являющихся сырьем для изготовления деталей в порошковой металлургии. По масштабу эти наконечники попадают в диапазон «микро», что значительно расширяет площадь контактного воздействия на поверхность образца. Это позволяет увеличить точность определения параметров. Диапазон свойств (химических, механических, адгезионных, магнитных и др.) выпускаемых порошковых материалов чрезвычайно широк. Это позволяет воспроизводить требуемую пару материалов по химическому и фазовому составу. Размер наконечника должен соответствовать параметрам консоли зонда. В данной работе используются как специально изготовленные микроконсоли из нержавеющей стали, так и стандартные кремниевые консоли изношенных зондов.

Цель работы – изготовить зонды для АСМ на основе частиц порошков природного алмаза, сферических частиц титанового сплава ВТ1 и субмикронных наноразмерных частиц Ba_3FeO_4 и исследования свойств материалов при помощи этих зондов.

Материалы и методы исследования. В качестве материалов наконечников были взяты частицы природного алмазного порошка А5 размером 350–500 мкм осколочной формы, титана марки ВТ1 диаметром 60–80 мкм сферической формы и порошок Ba_3FeO_4 с размером частиц 100 нм – 1 мкм осколочно-пластинчатой формы. Для алмазного порошка использовали консоли из нержавеющей стали Х18Н10Т. Заготовки консолей вырубали из листа при помощи специальной оснастки. Для получения зеркальной поверхности заготовки помещали в таблетку из термопластмассы и готовили шлиф по стандартной металлографической методике. Ширина консолей составляла около 220 мкм, толщина – от 20 до 80 мкм (в зависимости от полировки). Длину варьировали в интервале от 1000 до 3000 мкм. Таким образом, регулируя длину стальных консолей можно изменять жесткость в диапазоне от 200 до 900 Н/м. Части-

цы порошка на консолях закрепляли под микроскопом МБС-10 с использованием эпоксидной смолы и отвердителя на основе полимеркаптана. Наноразмерные частицы порошка Va_3FeO_4 перемешивали с клеем, переносили каплю на кремниевую консоль и вытягивали наконечник магнитом.

Работоспособность зондов проверяли установкой на атомно-силовом микроскопе НТ-206 (ОДО «Микротестмашины», Беларусь). Для проведения механической нанолитографии использовали покровное стекло с золотой пленкой толщиной ~ 40 нм. Пленка золота помогала отслеживать модифицированные участки посредством оптической системы АСМ. Для определения точной глубины царапин на стекле результат воздействия контролировали с использованием стандартного кремниевого зонда.

Кремниевые консоли со сферическими титановыми частицами испытывали при определении коэффициента трения по методике латеральных сил на поверхностях кремния ориентации [100], пленок Al толщиной 100 нм, пленок Ti – 100, пленок Au толщиной 40 нм, на компактном алюминии и титане, на нержавеющей стали и на поверхностях более крупных сферических частиц ВТ1 диаметром ~ 100 мкм.

Коэффициент трения находили как отношение силы трения и нормальной нагрузки на зонд. Силу трения вычисляли по формуле

$$F = \frac{ZCGh^3b}{l^2s}, \quad (1)$$

где Z – величина нормального отклонения зонда нм; C – константа, $C = 0,333$ при $b/h > 10$; G – модуль сдвига для материала консоли, Па; h , b , l – толщина, ширина, длина консоли соответственно, м; s – высота наконечника зонда, м.

Дополнительно определяли силу адгезии данного наконечника с исследуемыми поверхностями и рассчитывали работу адгезии, равную удельной энергии, отнесенной к единице площади контакта, необходимой для разрыва контакта наконечника и исследуемых поверхностей. Силу адгезии определяли по отклонению консоли при отводе от поверхности, записывая кривые «подвода-отвода» зонда. Для определения реальной площади пятна контакта сканировали зондом тестовую решетку TGT. Удельную поверхностную энергию (работу адгезии) определяли согласно теории Дерягина–Муллера–Топорова (ДТМ) для контакта жестких материалов по формуле

$$\gamma = F_a/(2\pi R), \quad (2)$$

где F_a – сила адгезионного взаимодействия между наконечником зонда и поверхностью, Н; R – радиус наконечника зонда, м [6].

Результаты и их обсуждение. Использование зондов на стальной консоли с наконечниками из алмазных частиц показали их полную пригодность для механического воздействия на поверхность различных материалов, включая твердые сплавы и покрытия. Следует отметить, что такие зонды не пригодны

для получения точного изображения модифицированной поверхности [7], но их с успехом можно применять в методиках послойного «фрезерования» с контролем силового воздействия на поверхность, в методиках исследования механических свойств твердых покрытий толщиной 1 мкм и менее царапанием, при испытаниях консольных элементов МЭМС на механическую прочность, в выполнении лабораторных работ по механической нанолитографии студентами (рис. 1).

Группа зондов из сферических частиц титана на кремниевых консолях прошла испытания при определении коэффициента трения на различных поверхностях. В ходе исследований пришлось отказаться от дальнейшего применения зондов на балочных консолях типа CSC 38 из-за слишком большой силы адгезии по отношению к жесткости консоли. Результаты, полученные с использованием зонда из сферической титановой частицы на *V*-образной консоли (рис. 2), приведены в таблице. Поверхность такой титановой частицы в области контакта с исследуемыми материалами содержит участки с дендри-

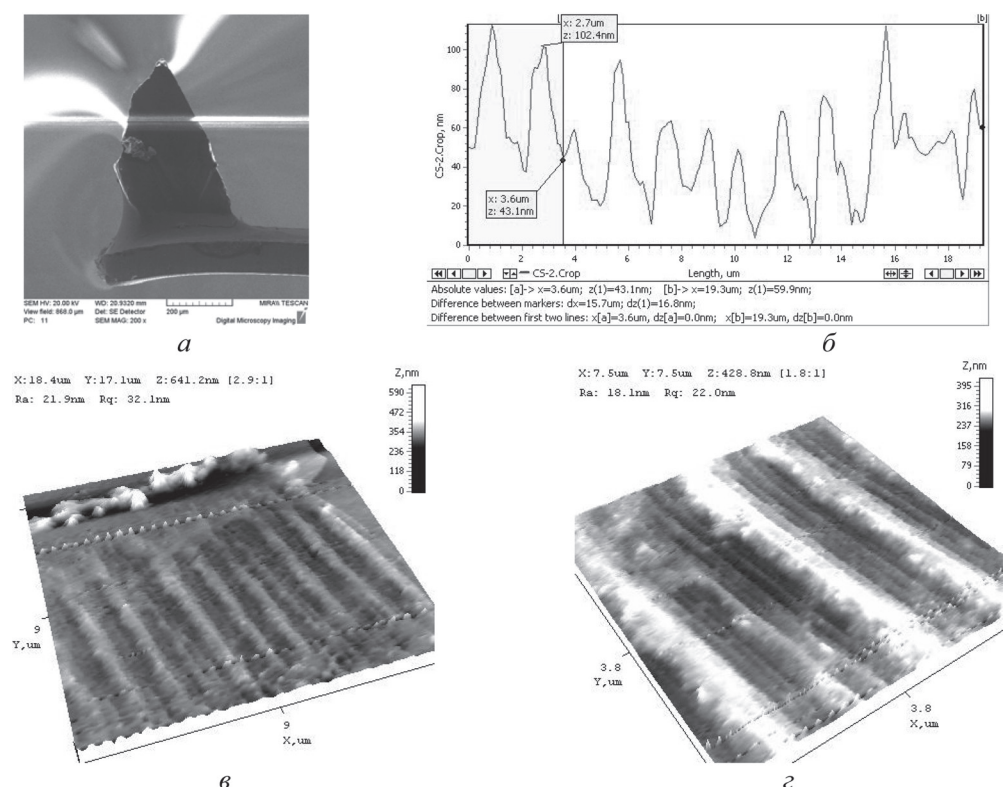


Рис. 1. Зонд АСМ на основе частицы природного алмаза и результаты модифицирования им поверхности: *a* – вид алмазного наконечника, $\times 200$; *б* – профиль поперечного сечения через царапины на поверхности; *в*, *г* – 3D АСМ-изображения топографии поверхности стекла с золотым напылением после механической нанолитографии: поле размером $18,0 \times 18,0$ мкм (*в*); поле размером $7,5 \times 7,5$ мкм (*г*)

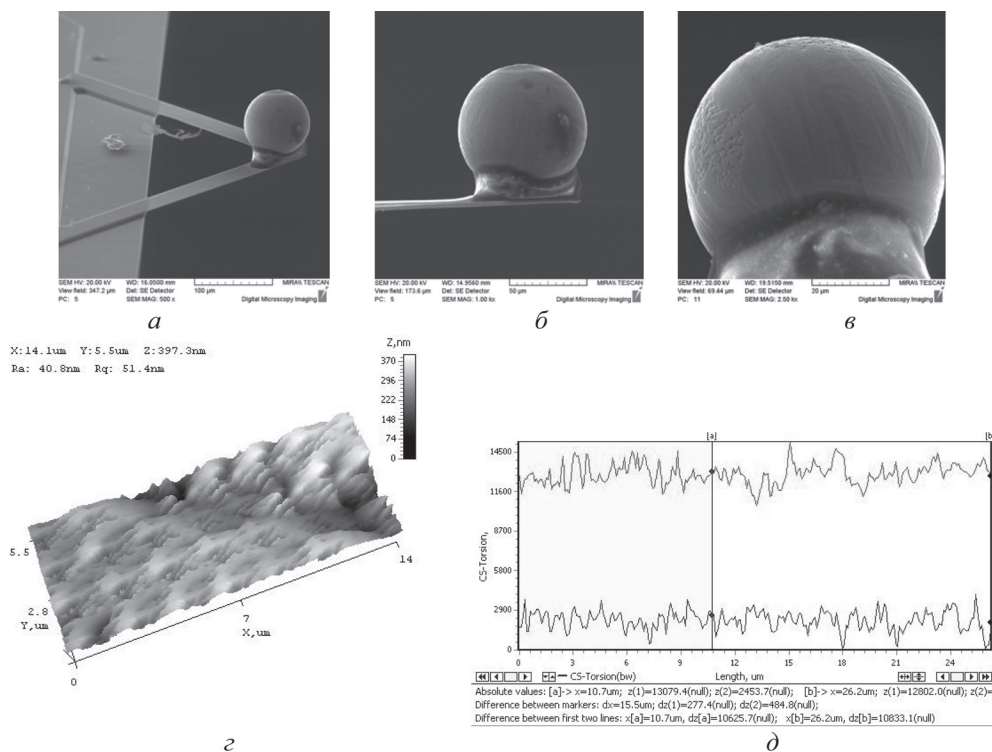


Рис. 2. Зонд АСМ на основе частицы порошка ВТ1 и экспериментальные результаты для определения коэффициента трения: *a* – общий вид зонда на *V*-образной консоли, $\times 500$; *b* – вид сферической частицы на кремниевой консоли, $\times 1000$; *в* – поверхность частицы с дендритными участками; *г* – тест TGT, прописанный данным зондом; *д* – профиль с данными прямого и обратного сканирования по поверхности Ti металлического для определения $F_{тр}$ и $K_{тр}$

тами, что объясняет полосчатый вид поверхности контакта, полученный при сканировании решетки TGT (рис. 2). Можно проследить связь между значениями коэффициентов трения исследуемых материалов и сил адгезии между ними и наконечником из частицы титанового порошка. В целом, чем сильнее адгезионные связи между материалами, тем выше в такой трибопаре коэффициент трения. Наибольшее значение адгезионных сил и удельной поверхностной энергии между титановым наконечником и сплавом ВТ1. Средний коэффициент трения в группе материалов с $\gamma > 1$ Дж/м² составляет 0,0057, тогда как в группе с $\gamma < 1$ Дж/м² – 0,0028.

Возможно применение такого зонда для экспериментальной оценки адгезионных связей в композиционных и многофазных материалах на этапе разработки материала. Инертность титана по отношению к биологическим средам и размер пятна контакта позволяют использовать данный зонд, например, при индентировании биологических клеток в методиках силовой спектроскопии.

Третью группу представляет собой зонд на кремниевой консоли с наконечником на основе магнитных частиц субмикро- и наноразмерного диапазо-

на, склонных образовывать конгломераты (рис. 3). Общий диаметр наконечника составляет 20 мкм, из центра которого в месте контакта с поверхностью выступает кристаллит $\text{BaCo}_2\text{Fe}_{16}\text{O}_{19}$. Магнитное взаимодействие композиционного материала наконечника с магнитными фазами поверхности вызывает отклонение консоли, а выступающая грань кристаллита позволяет улучшить разрешение зонда.

Значения коэффициентов трения различных материалов, определенных в паре трения с титаном, полученные методом АСМ с использованием зонда с V-образной кремниевой консолью и наконечником из частицы титанового порошка ВТ1, силы адгезии и удельная поверхностная энергия

Материал поверхности	Шероховатость Ra , нм	Величина закручивания консоли, нм	Сила трения $F_{\text{тр}}$, 10^{-6} Н	Коэффициент трения $K_{\text{тр}}$	Сила адгезии, 10^{-6} Н	Удельная поверхностная энергия, Дж/м ²
PVD пленка Al толщиной 100 нм	35,3	6588	7,51	0,0098	2,70	1,43
Металлический Al	9,8	4530	5,16	0,0068	2,00	1,06
PVD пленка Au толщиной 40 нм	23,3	1682	1,92	0,0025	3,90	2,07
Si [100]	6,3	1704	1,94	0,0025	0,90	0,48
PVD пленка Ti толщиной 100 нм	16,3	3447	3,93	0,0051	0,84	0,45
Металлический Ti	17,1	2577	2,94	0,0038	3,70	1,96
Частица порошка ВТ1 диаметром 100 мкм	9,0	3935	4,48	0,0059	–	–
PVD покрытие TiN толщиной 3 мкм	20,0	1516	1,73	0,0023	1,70	0,90
Нержавеющая сталь X18H10T	129,1	934	1,06	0,0014	1,70	0,89

Заключение. Предложено использовать широкую номенклатуру порошков, выпускаемых как сырье для порошковой металлургии, в качестве наконечников для зондов СЗМ.

Изготовлены микрозонды для СЗМ на основе частиц порошков различных материалов: природного алмаза А5, титанового порошка сферической формы марки ВТ1, магнитных частиц $\text{BaCo}_2\text{Fe}_{16}\text{O}_{19}$. Проведены испытания данных зондов в АСМ модели НТ-206.

По результатам испытаний зонды на основе частиц порошка природного алмаза с размером алмазных кристаллов осколочной формы 350–500 мкм и радиусом закругления острия около 500 мкм на стальных консолях жесткостью 200–900 Н/м можно рекомендовать для методик микромеханических испытаний материалов и модификации поверхности с оценкой результатов стандартным кремниевым зондом, для испытаний на механическую прочность консольных элементов МЭМС. При механической нанолитографии поверхности стекла данным зондом образуются царапины глубиной около 50 нм.

С использованием зонда на основе частицы титанового порошка диаметром 67 мкм и кремниевой консоли жесткостью 48 Н/м методом АСМ определены коэффициенты трения в трибопарах титан–пленки Al, Ti, Au, поверхность Si, металлы Al, Ti, нержавеющая сталь, покрытие TiN. Значения коэффициентов трения составили от 0,0014 до 0,0098 при силах трения $1,06\text{--}7,51\cdot 10^{-6}$ Н. Определены значения адгезионных сил, которые составили $0,8\text{--}3,9\cdot 10^{-6}$ Н. Работа адгезии, необходимая для разрыва контакта исследуемых поверхностей в данных трибопарах, составила от 0,45 до 2,07 Дж/м². Установлено, что чем выше работа адгезии, тем выше коэффициент трения. Предлагается применять такие зонды для экспериментальной оценки адгезионных сил между компонентами и фазами в композиционных материалах при их разработке.

Список использованных источников

1. Melo, L. V. Magnetic dynamic behavior of nanomagnets studied by Magnetic Force Microscopy with external field / L. V. Melo, P. Brogueira // *Materials Science and Engineering*. – 2003. – Vol. 23. – P. 935–938.
2. A novel method to prepare probes for atomic force spectroscopy / G. Pucci [et al.] // *Digest Journal of Nanomaterials and Biostructures*. – 2006. – Vol. 1, N 3. – P. 99–103.
3. Preparation of ferrite-coated MFM cantilevers / M. R. Koblischka [et al.] // *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. – 2007. – Vol. 316. – P. 666–669.
4. Demonstration of ultra-high-resolution MFM images using Co₉₀Fe₁₀-coated CNT probes / S.-J. Choi [et al.] // *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. – 2010. – Vol. 322. – P. 332–336.
5. Evaluation of the particle–particle interactions in a toner by colloid probe AFM / M. Tanaka [et al.] // *Powder Technology*. – 2008. – Vol. 183. – P. 273–281.
6. Дедков, Г. В. Нанотрибология : экспериментальные факты и теоретические модели / Г. В. Дедков // *Успехи физических наук*. – 2000. – Т. 170, № 6. – С. 585–618.
7. Лысенко, О. Г. Сканирующая зондовая микроскопия с алмазным острием : результаты и перспективы / О. Г. Лысенко, В. И. Грушко, Н. В. Новиков // *Методологические аспекты сканирующей зондовой микроскопии* : сб. докл. IX Междунар. конф., Минск, 12–15 окт. 2010 г. – Минск : Беларус. навука, 2010. – С. 17–23.

КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА СУБМИКРОННЫХ ЭЛЕМЕНТОВ ИНТЕГРАЛЬНЫХ МИКРОСХЕМ, ВЫПОЛНЕННЫХ НА КРЕМНИЕВЫХ ПЛАСТИНАХ

С. А. Чижик¹, С. П. Басалаев², В. А. Пилипенко³, А. Л. Худолей¹,
Т. А. Кузнецова¹, В. В. Чикун¹, А. А. Суслов⁴

¹Институт тепло- и массообмена им. А. В. Лыкова НАН Беларуси, Минск, Беларусь

²ОАО «Оптоэлектронные системы», Минск, Беларусь

³НТЦ «Белмикросистемы», ОАО «Интеграл», Минск, Беларусь

⁴ОДО «Микротестмашины», Гомель, Беларусь

Введение. Тенденции развития электронной промышленности связаны с переходом к субмикронным и нанометровым топологическим нормам. Поэтому все большее применение находят методы и системы контроля качества продукции, основанные на совмещении различных методов микроскопии [1–3],

что позволяет на практике сократить время и повысить точность измерения параметров.

Контроль качества субмикронных элементов интегральных микросхем. В работе [4] показано, что посредством оптической микроскопии можно контролировать лишь грубые нарушения технологического процесса изготовления интегральных микросхем, так как метод не позволяет эффективно выявлять топологию элементов размерами менее 0,5 мкм. В этой связи было предложено использовать атомно-силовую микроскопию (АСМ).

Возможности осуществления АСМ-контроля отрабатывались на специальных тестовых структурах, изготовленных по технологическим маршрутам серийно выпускаемых интегральных микросхем (ИМС). Тестовые структуры представляли собой гребенки из шин поликристаллического кремния и алюминия на рельефном основании из SiO_2 , выполненном на подложке из монокристаллического кремния. При этом периодичность выполнения рельефа SiO_2 и шин варьировала.

Установлено, что использование достаточно малых размеров полей сканирования ($6,5 \times 6,5$ мкм и менее) совместно с построением профилей рельефа обеспечивает точную характеристику единичных элементов ИМС (рис. 1). Высота рельефа SiO_2 , выполненного на подложке из монокристаллического кремния, составляет 370–380 нм. Высота продольного рельефа поверхности шины из монокристаллического кремния не стабильна. Так, высота краев шины по отношению к впадине в промежутке рельефа составляет 300 нм, а высота середины шины относительно этой же впадины – 200 нм, т. е. края шины, приподнимаются над ее серединой на 150–170 нм. Ширина шины во впадинах рельефа составляет 400–500 нм по верхней поверхности и 1,3 мкм – по нижней.

Алюминиевые шины по сравнению с поликристаллическими имеют меньшую высоту и большую точность формы (рис. 2, б). Края алюминиевых шин параллельны друг другу, не сужаются в центре рельефа. Ширина алюминиевой шины в верхней плоскости практически равна ширине у основания.

Кроме того, выполнен комплекс работ по трехмерной визуализации структур ИМС (рис. 2), имеющих значительный перепад элементов по высоте и протяженные вертикальные участки.

Проектирование и изготовление комплекса СЗМ-200. С целью обеспечения оперативного контроля качества интегральных микросхем на кремниевых пластинах диаметром до 200 мм разработан сканирующий зондовый микроскоп (СЗМ-200), совмещающий функции оптического и атомно-силового (зондового) контроля субмикронных элементов [5]. Оптический контроль используется для экспресс анализа микро- и макродефектов, оценки расположения отдельных ИМС и их массивов на кремниевой пластине. АСМ применяется для оценки толщин и качества морфологии поверхностей элементов ИМС, определения пространственного расположения гребенок из шин, установления геометрических параметров и дефектов при выполнении отдельных субмикронных элементов.

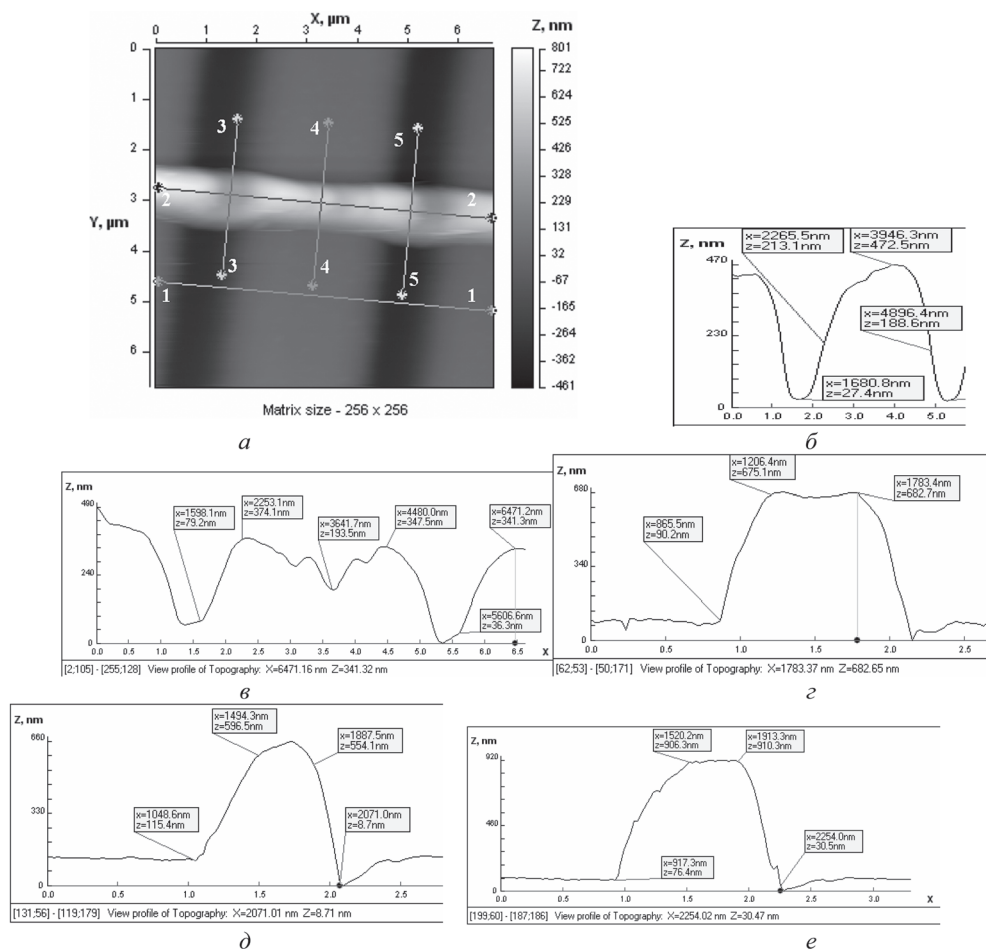


Рис. 1. АСМ-анализ топологии единичной шины из поликристаллического кремния на рельефном основании из SiO_2 , выполненном на подложке из монокристаллического кремния: *a* – 2D-АСМ-изображение шины; *б* – поперечный профиль основания и подложки (1–1); *в* – продольный профиль шины (2–2); *г* – поперечный профиль шины (3–3) до подложки; *д* – поперечный профиль шины (4–4) до основания; *е* – поперечный профиль шины (5–5) до подложки

Конструктивно комплекс СЗМ-200 состоит из трех модулей: комбинированного измерительного узла (рис. 3, *a*), электронного блока управления (рис. 3, *б*) и рабочего места оператора (рис. 3, *в*). Измерительный узел, включает, оптический канал, оснащенный двухкоординатным моторизованным столом, атомно-силовой модуль (АСМ) с трехкоординатным планарным пьезосканером. Для надежной фиксации кремниевой пластины во время проведения измерений моторизованный стол оснащен вакуумным присосом. Основание измерительного узла выполнено в виде массивной гранитной плиты, установленной на четырех пневматических виброизолирующих опорах (рис. 3, *б*). Оптический канал контроля оснащен поворотной головкой со сменными объек-

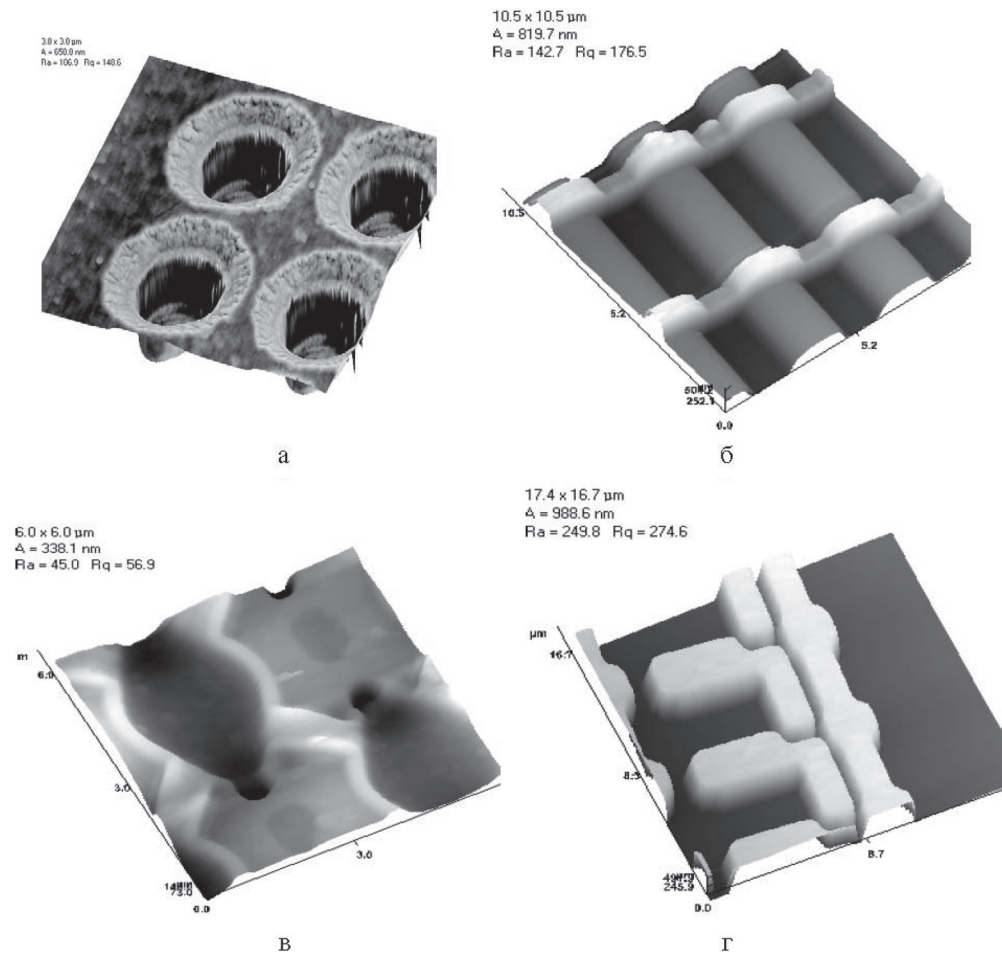


Рис. 2. 3D-АСМ-изображения структур и элементов ИМС: *а* – контактные окна, выполненные в монокристаллическом кремнии; *б* – алюминиевые шины на рельефном основании из SiO_2 ; *в* – ИМС с контактными окнами, субмикронными элементами и шинами; *г* – ИМС с шинами из поликристаллического кремния

тивами с возможностью автоматического зуммирования (рис. 3, *з*). Блок управления осуществляет обработку сигналов лазерной системы контроля положений зонда, управляет пьезодвижителями в трех координатах Z, X, Y ; осуществляет обработку сигналов емкостных преобразователей дополнительного контроля перемещений сканирующего стола; управляет шаговым приводом механизма Z фокусировки оптического канала (в момент сближения зонда с образцом). Переход к функции АСМ осуществляется оператором при необходимости более детального пространственного анализа геометрии структурного элемента интегральной микросхемы.

Основные технические характеристики комплекса СЗМ-200: максимальный диаметр кремниевой пластины – 200 мм, разрешающая способность опти-

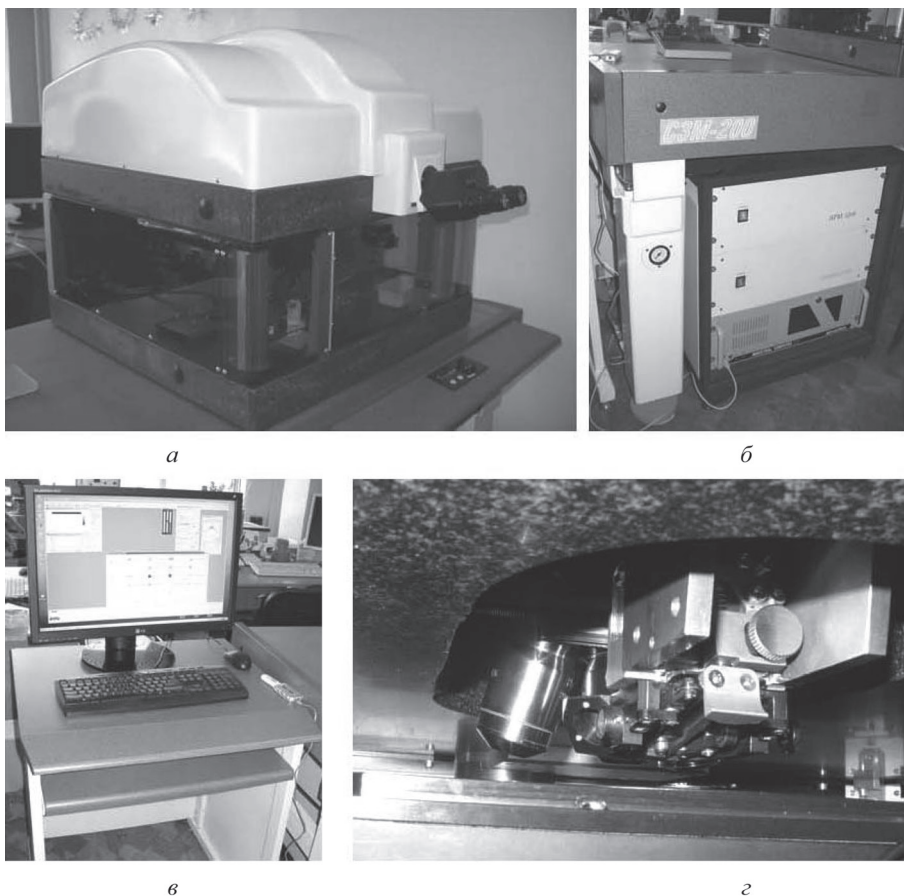


Рис. 3. Общий вид комплекса СЗМ-200: *а* – комбинированный измерительный узел; *б* – пневматическая виброизолирующая опора и блок управления; *в* – рабочее место оператора; *г* – поворотная головка со сменными объективами

ческой системы – 0,4 мкм; диапазон перемещения моторизованного стола (X, Y) – 200 × 200 мм; разрешение моторизованного стола (X, Y) – 3 мкм; максимальный размер поля АСМ-сканирования (X, Y) – 90 × 90 мкм; диапазон зондового сканирования по координате Z – 6 мкм; латеральное разрешение (X, Y) – 1...10 нм; вертикальное разрешение (Z) – 0,1...0,5 нм.

Работы по созданию комплекса СЗМ-200 выполнены в соответствии с заданием МПБ-06.13 ГНТП «Импортозамещение» Республики Беларусь. Комплекс внедрен в НТЦ «Белмикросистемы» ОАО «Интеграл» для анализа структурно-морфологических свойств твердотельных материалов и тонкопленочных структур, выполненных на кремниевых пластинах диаметром до 200 мм с субмикронным разрешением. Предусмотрена возможность расширения функциональных возможностей комплекса электрическим, магнитным и микроволновым режимами, а также использования автоматизированного загрузчика пластин.

Заключение. АСМ позволяет решить проблему контроля одной из ключевых операций субмикрорэлектроники – проводить контроль профиля травления ИМС; получать данные о морфологии поверхностей, например эмиттеров ИМС, для достижения требуемых параметров и оптимизации удельного сопротивления слоя; оценивать в целом периодичность выполнения гребенок шин, выполненных посредством металлизации, и определять стабильность латеральных и вертикальных размеров для одной шины.

Разработан, изготовлен и внедрен сканирующий зондовый микроскоп (СЗМ-200), совмещающий функции оптического и атомно-силового (зондового) контроля субмикронных элементов, обеспечивающий оперативный неразрушающий контроль качества интегральных микросхем на кремниевых пластинах диаметром до 200 мм.

Предложено использовать комплекс для отработки технологических операций при изготовлении ИМС, осуществления операционного контроля, метрологических измерений и приемки качества готовой продукции.

Список использованных источников

1. Сканирующий зондовый микроскоп, совмещенный с оптическим микроскопом : пат. 2244332 РФ, МПК G02B21/00 / А. В. Беляев, В. А. Быков, С. А. Саунин, Л. Г. Фюрст. – № 2002121274/28 ; заявл. 13.08.2002 ; опубл. 10.01.2005.
2. Сканирующий зондовый микроскоп-нанотвердомер, совмещенный с оптической системой линейных измерений : пат. на полезную модель 96429 РФ, МПК G01N3/42, G01N3/48 / К. В. Гоголинский [и др.]. – № 2010110686/22 ; заявл. 23.03.2010 ; опубл. 27.07.2010.
3. Scanning Probe Microscopy Special Issue // Microscopy and Analysis. – 2011. – N 133. – P. 25–34.
4. Исследование топологии интегральных микросхем методом атомно-силовой микроскопии / В. А. Пилипенко [и др.] // Методологические аспекты сканирующей зондовой микроскопии : сб. докл. VII Междунар. семинара, Минск, 1–3 ноября 2006 г. – Минск : Ин-т тепло- и массообмена им А. В. Лыкова НАН Беларуси, 2006. – С. 108–114.
5. Сканирующий зондовый микроскоп с атомно-силовым и оптическим контролем субмикронных элементов в микроэлектронике / С. А. Чижик [и др.] // Метрология и стандартизация в нанотехнологиях и nanoиндустрии : материалы 5-й Школы, Черногоровка, 4–7 июня 2012 г. – М. : Метрологический центр РОСНАНО, 2012. – С. 70.

СОДЕРЖАНИЕ

ПЛЕНАРНОЕ ЗАСЕДАНИЕ

<i>Свириденко А. И.</i> Ресурсы нанотехнологического развития Беларуси.....	3
<i>Бухараев А. А., Бизяев Д. А., Нургазизов Н. И., Ханипов Т. Ф.</i> Получение и исследование планарных магнитных наноструктур методами сканирующей зондовой микроскопии...	13
<i>Чижик С. А.</i> Основные тенденции развития сканирующей зондовой микроскопии в Беларуси.....	18
<i>Миронов В. Л., Ермолаева О. Л.</i> Магнитно-силовая микроскопия доменных стенок в ферромагнитных нанопроволоках	21
<i>Суханова Т. Е., Вылегжанина М. Э., Валуева С. В., Соколова М. П., Кутин А. А., Волков А. Я., Боровикова Л. Н., Гельфонд М. Л.</i> Атомно-силовая микроскопия наноструктур для фотодинамической терапии.....	25
<i>Vo Thanh Tung, Nguyen Trong Tinh, Nguyen Hoang Yen, Ton That Dung.</i> Measuring the ferroelectric hysteresis using the RT66A system and the Sawyer-Tower circuit.....	33
<i>Гайнутдинов Р. В., Лысова О. А., Толстихина А. Л., Юдин С. Г., Фридкин В. М., Ducharne S.</i> Исследование роста и кинетики переключения сегнетоэлектрических нанокристаллов сополимера винилденфторида-трифторэтилена в атомно-силовом микроскопе.....	39
<i>Ясинский В. М., Рыжневич А. А., Смирнов А. Г., Шулицкий Б. Г.</i> Оптоволоконный зонд для ближнеполевой оптической нанолитографии.....	43

Секция 1

ПРИМЕНЕНИЕ МЕТОДОВ СЗМ В ФИЗИЧЕСКИХ И ХИМИЧЕСКИХ ИССЛЕДОВАНИЯХ. СМЕЖНЫЕ ВОПРОСЫ ФИЗИКИ И ХИМИИ НАНОСТРУКТУР, МИКРО- И НАНОМЕХАНИКИ, МИКРО- И НАНОТРИБОЛОГИИ

<i>Бондаренко М. А., Яценко И. В., Петлеванний П. В., Коваленко Ю. И., Ващенко В. А.</i> Применение метода атомно-силовой микроскопии в изучении доменно-диссипативных структур, сформированных в пьезокерамике электронно-лучевым методом.....	48
<i>Ахмадишина К. Ф., Бобринецкий И. И., Комаров И. А., Ромашкин А. В.</i> Исследование проводящих покрытий на основе углеродных нанотрубок для создания прозрачных гибких электронных устройств методами сканирующей зондовой микроскопии и комбинационного рассеяния света.....	53
<i>Стецюра С. В., Маляр И. В.</i> Применение метода зонда Кельвина для исследования влияния полиэлектrolитного покрытия и освещения на поверхностный потенциал кремния.	59
<i>Курбаткин И. И., Муравьева Т. И., Мезрин А. М., Фролов Н. Н.</i> Исследование структурных и трибологических параметров стекловолоконистых пленок	65
<i>Комаров И. А., Лаврентьев К. К., Левин Д. Д., Неволин В. К.</i> Получение мультиграфеновых пакетов и методика группового определения их толщины с помощью зондовой микроскопии	71
<i>Прохоров В. В.</i> Изучение ламеллярных наноструктур олигопептидов и цианиновых красителей на поверхности пиролитического графита методом атомно-силовой микроскопии высокого разрешения	76
<i>Губанова Г. Н., Тимпу Д., Корыткова Э. Н., Вылегжанина М. Э., Суханова Т. Е., Волков А. Я., Масленникова Т. П., Кононова С. В.</i> Морфология и структура нанокomпозитов с ленточно-цепочечными Na–Mg-силикатами и гидросиликатами Mg трубчатого строения ...	81

<i>Антонюк В. С., Свиридова О. В., Бондаренко М. А.</i> Исследование структуры рабочей поверхности слаботочных контактов токоъемников гироскопических приборов в процессе их эксплуатации методом атомно-силовой микроскопии.....	86
<i>Курилёнок Н. А., Парибок И. В.</i> АСМ-исследование адгезионных свойств пленочных мембран до и после фильтрации раствора казеина	93
<i>Барайшук С. М., Ташлыкова-Бушкевич И. И., Яковенко Ю. С.</i> Морфология поверхности быстрозатвердевших фольг алюминия и его бинарных сплавов	97
<i>Бугров А. Н., Вылегжанина М. Э., Суханова Т. Е., Альмяшева О. В., Светличный В. М.</i> Атомно-силовая микроскопия полимерных нанокомпозитов на основе полиимида ПМ и наночастиц диоксида циркония	102
<i>Туровец А. И., Ташлыков И. С.</i> Морфология и смачиваемость поверхности системы Мо/стеклянная подложка, формируемой методом SIAD.....	108
<i>Бондаренко Ю. Ю., Андриенко В. А., Бондаренко М. А., Масляник С. В.</i> Методологические аспекты проведения нанометрических исследований в дистанционной системе образования.....	115
<i>Краснобородько С. Ю., Шевяков В. И.</i> Методологические аспекты сканирующей электропроводящей и магнитной силовой микроскопии	120
<i>Боргеков Д. Б., Жумажанова А. Т., Сайфулин М. М., Антонов А. Ю., Горин Е. Г., Машенцева А. А., Здоровец М. В.</i> Сравнительный анализ методов атомно-силовой и растровой электронной микроскопии для исследования радиационно-модифицированного полиэтилентерефталата.....	126
<i>Дементьев П. А., Дунаевский М. С., Алешин А. Н., Титков А. Н.</i> Наблюдение кинетики зарядов в органических приборных структурах методами сканирующей кельвинзонд микроскопии	131
<i>Баран Л. В.</i> Применение метода модуляции силы для исследования локальной жесткости пленок хром–фуллерит–хром	137
<i>Глуховской Е. Г., Хомутов Г. Б., Горбачев И. А., Ермаков А. В., Чумаков А. С., Ким В. П.</i> Исследования морфологии органических пленок: пленок Ленгмюра–Блоджетт и модифицированных мембран липосом	143
<i>Михалкович О. М., Барайшук С. М., Ташлыков И. С.</i> Структура и свойства систем титановое покрытие–кремний, полученных осаждением титана на кремний в условиях облучения собственными ионами.....	149
<i>Мить К. А.</i> Атомно-силовая микроскопия в задачах контроля затравочного слоя нанокристаллов оксида цинка	155
<i>Муравьева Т. И., Курбаткин И. И.</i> Структурные исследования стекловолнистых пленок на кварцевой подложке.....	160
<i>Тарендь М. В., Кузнецова Т. А., Чижик С. А.</i> Исследование методом атомно-силовой микроскопии износа поверхностей микроэлектромеханических систем	164
<i>Парибок И. В., Жавнерко Г. К., Агабеков В. Е.</i> АСМ-исследование особенностей адсорбции бычьего сывороточного альбумина на микроструктурированные пленки дипальмитоилфосфатидилхолина.....	170
<i>Скопцов Е. А., Жавнерко Г. К., Агабеков В. Е., Татульченков М. Ю., Шманай В. В.</i> Самоорганизация олигонуклеотидов, ДНК и золотых наночастиц на поверхности.....	175
<i>Рогачев А. А.</i> Применение атомно-силовой микроскопии и поляризационной инфракрасной спектроскопии для анализа сверхтонких полимерных покрытий	179

Секция 2

ПРИМЕНЕНИЕ МЕТОДОВ СЗМ В БИОЛОГИЧЕСКИХ ИССЛЕДОВАНИЯХ

<i>Longo G., Rio L. M., Trampuz A., Bizzini A., Dietler G., Kasas S.</i> Exploring bacterial resistance to antibiotics by atomic force microscopy	185
<i>Кухаренко Л. В., Чижик С. А., Дрозд Е. С., Сыроежкин С. В., Гольцев М. В., Гелис Л. Г., Медведева Е. А., Лазарева И. В.</i> Исследование функциональной активности тромбоцитов методом атомно-силовой микроскопии.....	189

<i>Перевозчиков П. А., Карбань О. В., Васильев Ю. Г., Красноперов Д. И.</i> Особенности применения сканирующей зондовой микроскопии при изучении неклоточных структур в тканях внутренней среды.....	193
<i>Стародубцева М. Н., Егоренков Н. И., Никитина И. А.</i> Фрикционные свойства поверхностного слоя биологических клеток, оцененные с помощью микроскопии латеральных сил.....	197
<i>Игнатовский М. И., Лашковский В. В., Сергей О. А.</i> Изучение патологии хрящевой ткани с использованием трехмерных микроскопических изображений высокого разрешения	200
<i>Дрозд Е. С., Шамова Е. В., Бичан О. Д., Горудко И. В., Шумаев К. Б., Ванин А. Ф., Соколов А. В., Грудинина Н. В., Бушук С. Б., Бушук Б. А., Васильев В. Б., Панасенко О. М., Чирик С. А., Черенкевич С. Н.</i> Оценка функционального состояния тромбоцитов методом атомно-силовой микроскопии	205
<i>Альтсбаева Б. Е., Коробова Н. Е., Рязузов А. П., Немжаева Р. Р.</i> Атомно-силовая микроскопия – современный метод визуализации биологических объектов	211
<i>Kukharenko L. V., Schimmel Th., Fuchs H., Barczewski M., Shman T. V., Tarasova A. V.</i> Atomic force microscopy investigation of human mesenchymal stem cells	217
<i>Гольцев М. В., Кухаренко Л. В., Леценко В. Г., Гольцева М. В., Кудрицкий Д. В.</i> Применение методов атомно-силовой и растровой электронной микроскопии в исследованиях поверхностей биологических структур и хирургического инструмента с внедрением в учебный процесс в Белорусском государственном медицинском университете	221
<i>Судас М. С., Дрозд Е. С., Станкуть А. Э., Чирик С. А., Красочко П. А., Струк М. С.</i> Оценка влияния наночастиц на морфологию и упругие характеристики биологических клеток.....	227
<i>Судас М. С., Дрозд Е. С., Чирик С. А., Жорник Е. В., Баранова Л. А., Нгуен Хоай Тъяу.</i> Исследование влияния наночастиц серебра на лимфоциты человека	231

Секция 3

НОВЫЕ МЕТОДИКИ СЗМ. МОДЕЛИРОВАНИЕ МИКРО- И НАНОМАСШТАБНЫХ ПРОЦЕССОВ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ СЗМ-ДАННЫХ

<i>Борцаговский Е. Г., Фишер У., Шмид Т., Зеноби Р.</i> Использование функционализированных зондов в микроскопии ближнего поля	235
<i>Айзикович С. М., Крнев Л. И.</i> Учет температуры при анализе взаимодействия штампа с функционально-градиентным покрытием	239
<i>Khudoley A., Chizhik S., Wierzcholski K., Miszczak A., Chikunov V., Shasholko D.</i> Estimation of the viscosity parameters for ultra thin layer of liquid	244
<i>Khudoley A., Kuznetsova T., Chizhik S., Wierzcholski K., Miszczak A.</i> Precision measurements of sliding microbearing radial clearance and grooves geometry	248
<i>Трубчик И. С.</i> Расчетная модель формирования функционально-градиентного клина....	257
<i>Волков С. С., Митрин Б. И., Федотов И., Дрозд Е. С.</i> Метод определения механических свойств мягкого неоднородного слоя с использованием атомно-силовой микроскопии.....	265
<i>Абетковская С. О., Чирик С. А.</i> Развитие математических моделей колебаний зонда в динамическом полуконтактном режиме работы атомно-силового микроскопа	270
<i>Alyamani A., Khudoley A., Kuznetsova T., Alfihed S., Alotaibi M.</i> Layer-by-layer analysis of multilayered materials	277
<i>Сергеев О. В., Лакомбе Ю., Чаканга К., Гейзендорфер Ш., Майдель К., Агерт К.</i> Влияние топографии поверхности переднего контакта на процессы рассеяния и поглощения света в тонкопленочном кремниевом солнечном элементе.....	284
	371

Секция 4

РАЗВИТИЕ АППАРАТНЫХ И ПРОГРАММНЫХ СРЕДСТВ СЗМ

<i>Кравчук К. С., Гоголинский К. В., Усеинов А. С., Кузнецов А. П., Решетов В. Н., Голубев С. С.</i> Метрологический сканирующий зондовый микроскоп с лазерным интерферометром «НаноСкан-3Di».....	293
<i>Билоконь С. А., Рева И. А., Бондаренко М. А., Рудь М. П.</i> Математическое моделирование процесса деформации измерительной системы атомно-силового микроскопа и расчет допустимых режимов ее работы.....	297
<i>Комар О. М., Бондаренко А. В., Котов Д. А.</i> Методики изучения наноразмерных поверхностных структур меди.....	301
<i>Mikhaylov A., Notz-Pekkanen J., Dietler G.</i> Study of DNA relaxation on mica with further automatic tracing.....	305
<i>Filimonenko D. S., Pustakhod D. I., Chizhevsky V. N., Yasinskii V. M.</i> Scanning near-field optical microscopy of the luminescence of the NV-centers in nanodiamond.....	309
<i>Vo Thanh Tung, Nguyen Trong Tinh, Nguyen Hoang Yen, Nguyen Dai Thach, Dang Anh Tuan.</i> Analysing topography data from atomic force microscopy using COMSOL Multiphysics.....	314
<i>Аракелян С. М., Кутровская С. В., Кучерик А. О., Троицкий Д. П., Быков В. А., Леесмент С. И.</i> Использование методов фрактальной геометрии для анализа избыточности данных, полученных с использованием атомно-силового микроскопа.....	317
<i>Локтионов А. А., Аргынова А. Х., Мить К. А., Мухамедишина Д. М.</i> Анализ размеров кристаллитов в тонких пленках ZnO на основе цифровых данных сканирующего зондового микроскопа.....	322
<i>Ностев Д. С., Кутровская С. В., Кучерик А. О., Быков В. А., Леесмент С. И.</i> Использование методов фрактальной геометрии для улучшения качества изображений атомно-силовой микроскопии.....	328
<i>Абетковская С. О., Чукунов В. В., Погоцкая И. В., Чижик С. А., Нгуен Тронг Тунх, Во Тхан Тунг.</i> Атомно-силовая микроскопия для измерения электрических и прочностных свойств оксидных и адсорбционных слоев.....	333

Секция 5

ПРИКЛАДНЫЕ АСПЕКТЫ СЗМ В ПРОМЫШЛЕННОСТИ

<i>Голубев С. С., Голубев С. Н.</i> Методы и средства метрологического обеспечения измерений с помощью сканирующей зондовой микроскопии.....	338
<i>Карбань О. В., Балиж К. С., Решетников С. М., Маклецов В. Г.</i> Исследование структурных особенностей стали крупногабаритных изделий (оборудования) методами сканирующей зондовой микроскопии.....	344
<i>Чижик С. А., Кузнецова Т. А., Худолей А. Л., Комаров А. И., Комарова В. И., Василенко М. С., Полевиков В. М.</i> Изучение субструктуры высокопрочного чугуна методом атомно-силовой микроскопии.....	349
<i>Кузнецова Т. А., Ширяева Т. И., Чижик Н. В.</i> Использование частиц порошков в качестве наконечников зондов для сканирующей зондовой микроскопии при исследовании физико-механических свойств материалов.....	358
<i>Чижик С. А., Басалаев С. П., Пилипенко В. А., Худолей А. Л., Кузнецова Т. А., Чукунов В. В., Суслов А. А.</i> Контроль качества субмикронных элементов интегральных микросхем, выполненных на кремниевых пластинах.....	363

Методологические аспекты сканирующей зондовой микроскопии :
М54 сб. докл. X Междунар. конф., Минск, 13–16 ноября 2012 г. / Нац. акад. наук Бе-
ларуси, Ин-т тепло- и массообмена им. А. В. Лыкова ; редкол.: С. А. Чижик
(пред.) [и др.]. – Минск : Беларус. навука, 2010. – 373 с.
ISBN 978-985-08-1483-8.

Представлены материалы X Международной конференции «Методологические аспекты сканирующей зондовой микроскопии» (БелСЗМ-2012). Содержание докладов отражает последние достижения ученых Беларуси, России, Украины, Казахстана, Швейцарии, Германии, Словакии, Вьетнама, Польши в развитии и применении методов сканирующей зондовой микроскопии для решения научных и технических задач, а также затрагивает фундаментальные и прикладные вопросы физики, химии и биологии.

Сборник может быть полезен научным сотрудникам, преподавателям, аспирантам и студентам старших курсов физических, химических, медицинских, биологических и технических специальностей вузов.

УДК 53.086(082)

ББК 22.338я43

Научное издание

**МЕТОДОЛОГИЧЕСКИЕ АСПЕКТЫ
СКАНИРУЮЩЕЙ ЗОНДОВОЙ
МИКРОСКОПИИ**

**X Международная конференция
Минск, 13–16 ноября 2012 г.**

СБОРНИК ДОКЛАДОВ

Редактор *Н. Т. Гавриленко*
Художественный редактор *Т. Д. Царева*
Технический редактор *О. А. Толстая*
Компьютерная верстка *Л. И. Кудерко*

Подписано в печать 25.10.2012. Формат 70×100¹/₁₆. Бумага офсетная.
Печать цифровая. Усл. печ. л. 30,39. Уч.-изд. л. 27,0. Тираж 120 экз. Заказ 227.

Издатель и полиграфическое исполнение:
Республиканское унитарное предприятие «Издательский дом
«Беларуская навука». ЛИ 02330/0494405 от 27.03.2009.
Ул. Ф. Скорины, 40, 220141. г. Минск.