

Л и т е р а т у р а

1. McWhorter P. J., Winokur P. S. Simple technique for separating the effects of interface traps and trapped-oxide charge in metal-oxide-semiconductor transistors // *Applied Physics Letters*. 1986. V. 48. N. 2. P. 133—135.

2. Groeseneken G., Maes H. E., Beltrán N., de Keersmaecker R. F. A reliable approach to charge-pumping measurements in MOS transistors // *IEEE Trans. ED*. 1984. V. 31. P. 42—53.

3. Starkov I., Enichlmair S., Tyaginov S., Grasser T. Charge-Pumping Extraction Techniques for Hot-Carrier Induced Interface and Oxide Trap Spatial Distributions in MOSFETs // *IPFA, 19th IEEE International Symposium*. 2012. P. 1—6.

4. Chen C., Ma T.-P. Direct Lateral Profiling of Hot-Carrier-Induced Oxide Charge and Interface Traps in Thin Gate MOSFET's // *IEEE Trans. ED*. 1998. V. 45. N. 2. P. 512—520.

5. Поповских К. Г., Зенова Е. В., Тагаченков А. М., Солдатов В. С. Сравнительное изучение подзатворных систем *n*- и *p*-канальных МДП-транзисторов КМДП СБИС электрофизическими методами // *Флуктуационные и деградиационные процессы в п/п приборах: Материалы докл. науч.-метод. семинара. М.: МНТОРЭС им. А. С. Попова, НИУ «МЭИ», 2015. С. 123—130.*

6. Поповских К. Г., Орешков М. В., Солдатов В. С. Диагностика заряжения подзатворной системы МДП-транзисторов КМОП СБИС при различных видах стресса методом зарядовой накачки // *Флуктуационные и деградиационные процессы в п/п приборах: Материалы докл. науч.-метод. семинара М.: МНТОРЭС им. А. С. Попова, НИУ «МЭИ», 2015. С. 130—138.*

7. Lee R. G.-H., Su J.-S., Chung S. S. A New Method for Characterizing the Spatial Distributions of Interface States and Oxide-Trapped Charges in LDD n-MOSFET's // *IEEE Trans. ED*. 1996. V. 43. N. 1. P. 81—89.

8. Hori T. *Gate Dielectrics and MOS ULSIs*. Berlin Heidelberg: Springer-Verlag, 1997.

9. Chang T. Y., Chen J., Ko P. K., Hu C. The impact of gate-induced drain leakage current on MOSFET scaling // *IEEE IEDM Digest*. 1987. P. 718—721.

10. Hori T. Drain-structure design for reduced band-to-band and band-to-defect tunneling leakage // *IEEE Symp. VLSI Technology. Digest*. 1990. P. 69—70.

11. Degraeve R., Groeseneken G., Bellens R., Ogier J. L., Depas M., Roussel P. J., Maes H. E. New Insights in the Relation Between Electron Trap Generation and the Statistical Properties of Oxide Breakdown // *IEEE Trans. ED*. 1998. V. 45. N. 4. P. 904—911.

Дата принятия: 25.01.2016.

620.178.15

Локальные физико-механические свойства материалов для проведения калибровки наноиндентометров

Ю. И. ГОЛОВИН¹, А. И. ТЮРИН¹, Э. Г. АСЛАНЯН²,
Т. С. ПИРОЖКОВА¹, М. О. ВОРОБЬЁВ¹

¹ Научно-образовательный центр «Нанотехнологии и наноматериалы», Тамбовский государственный университет им. Г. Р. Державина, Тамбов, Россия, e-mail: golovin@tsu.tmb.ru

² Всероссийский научно-исследовательский институт физико-технических и радиотехнических измерений, п. Менделеево, МО, Россия, e-mail: aslanyan@vniiftri.ru

Проведены исследования вариаций твёрдости репрезентативных материалов различных классов в широких диапазонах нагрузок и глубин отпечатков. Показана возможность и установлены границы диапазонов использования мер твёрдости из этих материалов для калибровки наноиндентометров.

Ключевые слова: наноиндентирование, наноиндентометры, калибровочные материалы, калибровка, нанотвёрдость, модуль Юнга.

The study of variations of hardness a number of representatives materials of various classes have been carried out in a wide range of loads and imprint depths. The usability of these substances and the range limits for the employing of testing blocks from these materials for the calibration of nanoindentation instruments are shown.

Key words: nanoindentation, nanoindentation instrument; calibration materials; calibration; nanohardness; Young modulus.

Применение специальной техники наноиндентирования при малых и сверхмалых нагрузках обусловлено уменьшением характерных размеров электронных и микромеханических компонентов сенсоров, актуаторов, гибридных мик-

ро- и наноэлектромеханических систем, тонких плёнок и покрытий, а также потребностью в исследованиях очень мягких материалов, биологических тканей и других объектов [1—5]. Методы наноиндентирования с успехом применяют

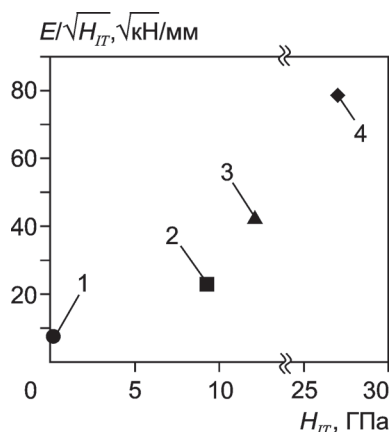


Рис. 1. Механические свойства исследованных материалов:

1 — поликарбонат; 2 — плавленый кварц; 3 — наноструктурированная TZP-керамика на основе бадделита; 4 — сапфир

при анализе локальных физико-механических свойств многофазных материалов [1—3], размерных и скоростных эффектов в твёрдости [6—10].

Чтобы гарантировать точность и воспроизводимость измерений твёрдости H , модуля Юнга E и других физико-механических характеристик материала в наномасштабе с помощью имеющихся средств измерений (СИ), необходимо располагать соответствующими эталонами. Материалы для них должны быть однородными на наноуровне и иметь механические свойства, стабильные во времени и независимые от местоположения точки нанесения отпечатка. В качестве эталонов желательно использовать образцы, в которых H , E не зависят от приложенной нагрузки P и глубины отпечатка h .

Наноиндентометры — СИ, работающие по методу инструментального индентирования. В мировой практике применяют несколько стандартизированных материалов, позволяющих проводить калибровку таких приборов в соответствии с международными стандартами [11—14]. В России пока не утверждён тип эталонных мер твёрдости в области наноиндентирования, обеспечивающих передачу чисел твёрдости по шкалам Мартенса и шкалам индентирования и являющихся шкалами порядка, позволяющими проводить вычисления в ГПа.

Описанные в литературе результаты опытов с калибровочными материалами для наноиндентирования относятся к интервалу нагрузок $P = 1$ мН ... 1 Н [1—3, 13]. Необходимо расширение этой области, особенно в сторону уменьшения P .

Цель работы — проведение систематических, статистически достоверных исследований твёрдости в наномасштабе с расширенным диапазоном $P = 10$ мкН ... 1 Н и отпечатка-

алов, используемых для калибровки наноиндентометров, согласно стандарту [15]. Поэтому указанные материалы должны обладать упруго-пластическими свойствами и отвечать ряду требований, таких как отсутствие размерных эффектов H , E в широком диапазоне сил вдавливания и объёма деформированной зоны, высокая однородность (постоянство от точки к точке) локальных механических свойств, стабильность во времени механических свойств, т. е. материал не должен деградировать структурно, окисляться на воздухе и быть гигроскопичным, отсутствие образований приповерхностных упрочнённых или разупрочнённых слоёв и трещин при микро- и наноиндентировании, возможность подготовки гладкой неупрочнённой поверхности, отсутствие фазовых переходов под давлением, создаваемым индентором.

С учётом перечисленных требований и имеющихся данных о механических свойствах различных материалов авторы провели предварительный отбор образцов для тестовых испытаний. Были выбраны репрезентативные материалы разных классов: полимеры (поликарбонат); высокопрочная наноструктурированная TZP-керамика на основе бадделита — природного диоксида циркония; кристаллические (сапфир) и аморфные материалы (плавленый кварц). В совокупности эти материалы охватывают широкий диапазон упругих и прочностных свойств. На рис. 1 их свойства представлены в обычно используемых для таких случаев координатах

$E/\sqrt{H_{IT}}$, где H_{IT} — твёрдость индентирования, характеризующая жёсткость материала. Этого диапазона достаточно для калибровки наноиндентометров в интервалах P от нескольких десятков мкН до 1 Н и h — от 10 нм до единиц мкм, что полностью соответствует выполнению требований стандартов для нано- и микродиапазонов [14, 15].

Твёрдость на микро- и наноуровнях измеряли на нанотрибоиндентометре TribolIndenter TI-950 (фирма Hysitron, США) в интервале нагрузок, прикладываемых к индентору, $P = 10$ мкН ... 1 Н. Значения E , H_{IT} и чисел твёрдости HM по шкалам Мартенса определяли по методикам Оливера-Фара и Мартенса [15] из характерных $P(h)$ диаграмм [11, 12, 14, 15]. Каждая точка на графиках получена усреднением результатов от 100 до 300 индивидуальных измерений, сделанных в одинаковых условиях на независимых отпечатках и на одном образце. Для исключения погрешностей при измерениях твёрдости в наномасштабе провели калибровочные эксперименты на плавленом кварце — материале, традиционно используемом для калибровки оборудования при измерениях твёрдости в области наноиндентирования. У плавленого кварца отсутствуют размерные эффекты в H , E при получении упруго-пластических отпечатков без разрушения. Эксперимент показал, что при калибровке по мерам твёрдости, входящих в состав Государственного первичного эталона твёрдости по шкалам Мартенса и шкалам индентирования ГЭТ 211—2014, используемый прибор позволяет корректно определять твёрдость и модуль Юнга [16, 17]. При этом H , E постоянны при $h = 20$...170 нм и по абсолютной величине совпадают со значениями для плавленого кварца, т. е. $H_{IT} = 9,25$ ГПа, $E = 69,6$ ГПа (рис. 2).

Зависимости твёрдости индентирования H_{IT} и чисел твёрдости HM по шкалам Мартенса от максимальной глубины отпечатка для поликарбоната, наноструктурированной TZP-керамики на основе бадделита и сапфира представлены на рис. 3. Анализ этих данных показывает, что твёрдость поликарбоната и сапфира остается практически постоянной, как

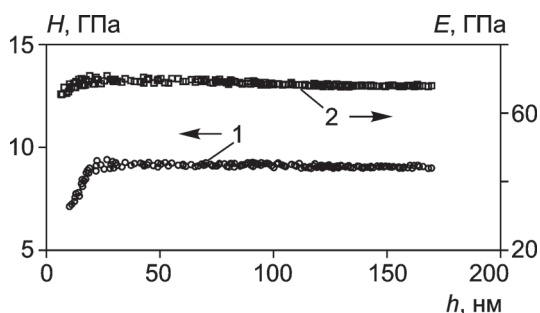


Рис. 2. Зависимости твёрдости H (1) и модуля Юнга E (2) плавленого кварца от глубины пластического отпечатка h

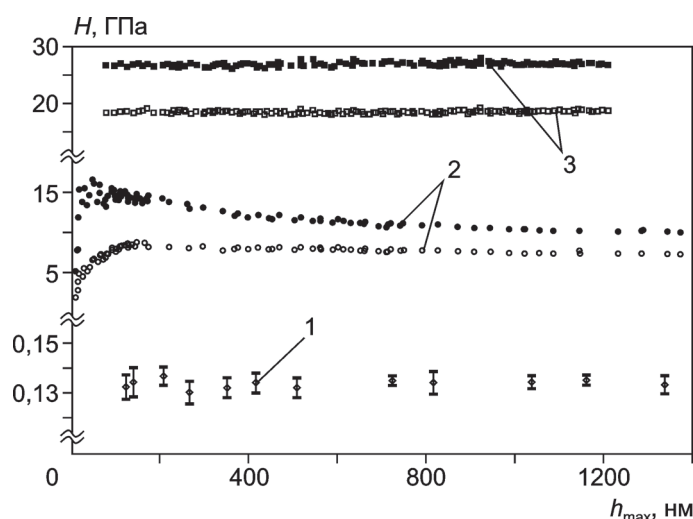


Рис. 3. Зависимости твёрдости H исследованных материалов от максимальной глубины пластического отпечатка $h_{\max}$:

1 — поликарбонат; 2 — наноструктурированная TZP-керамика на основе бадделеита; 3 — плавленый кварц; тёмные значки — твёрдость индентирования H_{IT} ; светлые значки — твёрдость по Мартенсу

и у плавленого кварца, и в диапазоне глубин отпечатка от нескольких десятков нм до нескольких мкм не зависит от P , h . Наноструктурированная керамика на основе диоксида циркония имеет размерную зависимость твёрдости, проявляющуюся в уменьшении H при возрастании h в диапазоне 100 нм — 2,5 мкм, а также ещё более значительном уменьшении H при снижении P и глубины отпечатка в область $h < 100$ нм.

Для учёта возможного влияния местных неоднородностей на твёрдость материала провели опыты в разных точках поверхности исследуемого образца, а также на различных образцах, изготовленных из одного и того же материала. В качестве оценки локальной неоднородности свойств материала использовали коэффициент вариации

$$V_H = S_H / \bar{H},$$

где S_H — стандартное отклонение измерений твёрдости; $\bar{H}$ — среднее значение твёрдости.

Из данных, полученных для исследованных материалов при фиксированных значениях P , h , следует, что V_H зависит от типа материала и нагрузки, прикладываемой к индентору (рис. 4). При этом уменьшение нагрузки в диапазоне 1 Н — 10 мкН приводит к увеличению V_H . Например, для плавленого кварца и поликарбоната при $P = 1$ Н — 5 мН коэффициент вариации $V_H < 2\%$, а при $P \geq 500$ мкН и $P \geq 100$ мкН, $V_H < 3\%$ и $V_H < 5\%$, соответственно. При меньших нагрузках ($P = 50$ мкН, $P = 10$ мкН) коэффициент вариации V_H для плавленого кварца превышает 8 %, а для поликарбоната — 6 %. Для наноструктурированной керамики $V_H = 5\%$ уже при $P = 1$ Н, а с уменьшением нагрузки возрастает ещё больше, а при $P = 5$ мН приближается к 8 %. Для сапфира при $P \geq 10$ мН коэффициент вариации $V_H \leq 2\%$, а при $P = 5$ мН — составляет около 5 %. Таким образом, коэффициент вариации больше случайной и систематической погрешностей измерений твёрдости прибором TribolIndenter TI-950, и поэтому он отражает свойства материала, а не СИ.

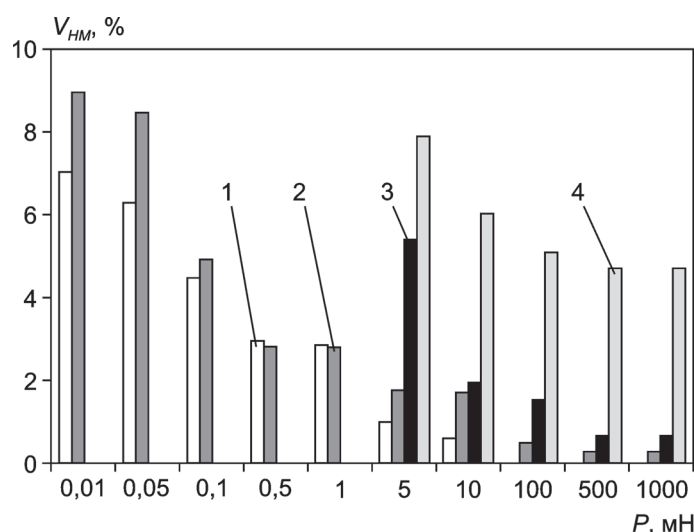


Рис. 4. Зависимость коэффициента вариации твёрдости V_{HM} по Мартенсу от приложенной нагрузки P для исследования материалов: 1 — поликарбонат; 2 — плавленый кварц; 3 — сапфир; 4 — наноструктурированная TZP-керамика на основе бадделеита

Закключение. Плавленый кварц и поликарбонат при постоянной твёрдости имеют коэффициент вариации $V_H < 5\%$ в диапазоне нагрузок $P = 100$ мкН — 1 Н, а сапфир — при $P \geq 10$ мН. Такие значения плотности соответствуют требованиям стандартов [14, 15], а следовательно, эти материалы (в установленных диапазонах нагрузок) подходят для обеспечения единства измерений твёрдости для нано- и микродиапазонов, проведения калибровок и испытаний наноиндентометров и могут быть использованы в качестве эталонных.

Работа выполнена при поддержке российского научного фонда (грант № 15-19-00181).

Л и т е р а т у р а

1. **Bhushan B.** Springer Handbook of Nanotechnology. Berlin: Springer. 2010.
2. **Fischer-Cripps A. C.** Nanoindentation. N.Y.: Springer. 2011.
3. **Головин Ю. И.** Наноиндентирование и его возможности. М.: Машиностроение. 2009.
4. **Граценко А. С., Кукушкин С. А., Осипов А. В.** Наноиндентирование и деформационные свойства наномасштабных плёнок карбида кремния на кремнии // Письма в ЖТФ. 2014. Т. 40. Вып. 24. С. 53—59.
5. **Bhushan B.** Biophysics of Human Hair: Structural, Nanomechanical and Nanotribological Studies. Berlin: Springer-Verlag. 2010.
6. **Nix W. D., Gao H.** Indentation size effects in crystalline materials: a law for strain gradient plasticity // J. Mechanics and Physics of Solids. 1998. V. 46. N. 3. P. 411—425.
7. **Головин Ю. И., Васюков В. М., Коренков В. В., Столяров Р. А., Шуклинов А. В., Поляков Л. Е.** Размерные эффекты в твёрдости ГЦК-металлов в микро- и наноразмерной области // Журнал технической физики. 2011. Т. 81. Вып. 5. С. 55—58.
8. **Головин Ю. И.** Наноиндентирование и механические свойства твёрдых тел в субмикрообъёмах, тонких приповерхностных слоях и плёнках (обзор) // Физика твёрдого тела. 2008. Т. 50. № 12. С. 2113—2141.

9. Головин Ю. И., Тюрин А. И., Хлебников В. В. Влияние режимов динамического наноиндентирования на коэффициент скоростной чувствительности твёрдости тел различной структуры // Журнал технической физики. 2005. Т. 75. Вып. 4. С. 91—95.

10. Головин Ю. И., Иволгин В. И., Тюрин А. И., Потапов С. В., Бенгус В. З., Табачникова Е. Д. О соотношении монотонной и скачкообразной деформации объёмного аморфного сплава $ZR_{46,8}Ti_8Cu_{7,5}Ni_{10}Be_{27,5}$ при наноиндентировании // Кристаллография. 2005. Т. 50. № 2. С. 326—331.

11. Oliver W. C., Pharr G. M. An Improved Technique for Determining Hardness and Elastic Modulus Using Load and Displacement Sensing Indentation Experiments // J. Mater. Res. 1992. V. 7. N. 6. P. 1564—1583.

12. Oliver W. C., Pharr G. M. Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: Advances in understanding and refinements to methodology // J. Mater. Res. 2004. V. 19. N. 1. P. 3—20.

13. Herrmann K., Jennett N. M., Kuypers S., McEntegart I., Ingelbrecht C., Hagen U., Chudoba T., Pohlenz F., Menelao F. Investigation of the properties of candidate reference materials suited for the calibration of nanoindentation instruments // Zeitschrift fur Metallkunde. 2003. V. 94. N. 7. P. 802—806.

14. ISO 14577. Metallic materials — Instrumented indentation test for hardness and materials parameters. P. 1—4.

15. ГОСТ Р 8.748—2011. Металлы и сплавы. Измерение твёрдости и других характеристик материалов при инструментальном индентировании. Ч. 1. Метод испытаний.

16. Асланян А. Э., Асланян Э. Г., Гаврилкин С. М., Щипунов А. Н. Исследование неоднородности мер твёрдости для передачи шкал Мартенса при наноиндентировании // Измерительная техника. 2015. № 1. С. 32—34.

17. Асланян Э. Г., Дойников А. С. О выражении неопределённости результатов измерений твёрдости // Законодательная и прикладная метрология. 2002. № 4. С. 38—42.

Дата принятия: 18.11.2015.

ИЗМЕРЕНИЯ В ИНФОРМАЦИОННЫХ ТЕХНОЛОГИЯХ

681.513

Разработка измерительного комплекса с интеллектуальной компонентой

М. С. СЕЛЕЗНЁВА, К. А. НЕУСЫПИН

Московский государственный технический университет им. Н. Э. Баумана, Москва, Россия, e-mail: m.s.selezneva@mail.ru

Исследован способ построения селективного измерительного комплекса с переменной структурой. Разработан измерительный комплекс с интеллектуальной компонентой, состоящей из алгоритмов построения прогнозирующих моделей и сравнения прогноза с текущим результатом измерений, для высокоточного определения параметров динамического объекта. Сформировано алгоритмическое обеспечение комплекса на основе теории функциональных систем П. К. Анохина с использованием скалярного алгоритма оценивания, алгоритма самоорганизации с резервированием трендов и критерия степени наблюдаемости переменных состояния. В алгоритмах обработки информации комплекса использованы модели с повышенными степенями наблюдаемости переменных состояния.

Ключевые слова: измерительный комплекс, навигационная система, интеллектуальная система, алгоритм самоорганизации, прогнозирующая модель, критерий степени наблюдаемости.

The ways of building a measuring system with an alternating structure are investigated. The measuring system with an intelligent component is developed to determine the parameters of dynamic objects with high precision. The algorithmic support of the system is provided on the basis of P.K. Anokhin theory of functional systems, using a scalar estimation algorithm, self-organization algorithm with trend reservation, and criterion of the observability degree of state variables. Models with a higher degree of observability of state variables are used in the data processing algorithms of the system. The intelligent component consists of algorithms for constructing forecast models and comparing the forecasting with the current measurement results.

Key words: measuring system, navigation system, intelligent system, self-organization algorithm, forecast model, criterion of observability degree.

Точность измерений параметров динамических объектов, в частности летательных аппаратов (ЛА), зависит от условий эксплуатации, конструктивных особенностей измерительных систем и их алгоритмического обеспечения [1, 2]. Алгоритмическое обеспечение измерительных систем ЛА

включает алгоритмы оценивания, управления, прогнозирования и комплексирования [1]. Наиболее точную информацию удастся получить при использовании алгоритмов комплексирования. Измерительные системы, основанные на разных физических принципах, с помощью этих алгоритмов