

где  $E_{ind}$  – точечная оценка СПЭО;  
 $C_1$  – поправка, обусловленная погрешностью средств измерений;  
 $C_2$  – поправка, обусловленная индивидуальными особенностями оператора;  
 $C_3$  – поправка, обусловленная несовершенством метода измерения;  
 $C_4$  – поправка, обусловленная изменением условий измерений.

■ Относительная суммарная стандартная неопределенность измерений СПЭО вычисляется по формуле

$$\delta(y) = \sqrt{\left[\frac{u(E_{ind})}{E_{ind}}\right]^2 + \left[\frac{u(G_1)}{G_1}\right]^2 + \left[\frac{u(G_2)}{G_2}\right]^2 + \left[\frac{u(G_3)}{G_3}\right]^2 + \left[\frac{u(G_4)}{G_4}\right]^2} \quad (5)$$

Суммарная относительная стандартная неопределенность для номинальной длины волны 400 нм составила  $\delta_c = 2,2\%$ .

Относительную расширенную неопределенность  $U$  получим путем умножения суммарной относительной стандартной неопределенности  $\delta(y)$  на коэффициент охвата  $k = 2$ ;  $U = 4,4\%$ .

Таблица 1 – Бюджет неопределенности результатов измерений СПЭО

Величина $X_i$	Единица измерений	Оценка, $x_i$	Тип оценивания и стандартная неопределенность	Распределение вероятностей	Относительная стандартная неопределенность, %	Вклад в суммарную относительную неопределенность, %
$E_{ind}$	кВт/м <sup>3</sup>	27 9,9	A	нормальное	0,08	0,06
$G_1$	Вт/м <sup>3</sup>	0	B	равномерное	1	16,9
$G_2$	нм	0	B	равномерное	2	71

УДК 53.088.3

### НЕКОТОРЫЕ МЕТОДИЧЕСКИЕ АСПЕКТЫ КАЛИБРОВКИ АТОМНО-СИЛОВОГО МИКРОСКОПА В РЕЖИМЕ СТАТИЧЕСКОЙ СПЕКТРОСКОПИИ

Мохаммед Салем А.А.<sup>1</sup>, Мельникова Г.Б.<sup>2</sup>, Маханёк А.А.<sup>2</sup>, Чижик С.А.<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Белорусский национальный технический университет, Минск, Республика Беларусь

<sup>2</sup>Институт тепло- и массообмена имени А.В. Лыкова НАН Беларуси, Минск, Республика Беларусь

Измерениям модуля упругости в статическом режиме методом атомно-силовой микроскопии предшествует калибровка прибора. Ее цель – установление масштаба максимального отклонения кантилевера, т.е. получение калибровочного коэффициента для пересчета отклонения консоли, измеряемого в условных единицах, в единицы длины, выраженные в нм. Методика калибровки состоит в индентировании образца, обладающего достаточно большим модулем упругости и определении переводного коэффициента  $K$ , представляющего тангенс угла наклона кривой индентирования к оси перемещения образца. При этом пренебрегают деформацией

2				ное		.8
G	мм	0	B	равномерное	0,0022	9,6
G	мм	0	B	равномерное	0,00003	1,5

Результаты измерений СПЭО дейтериевой лампы для диапазона длин волн от 200 до 400 нм представлены в графическом виде на рисунке 3.

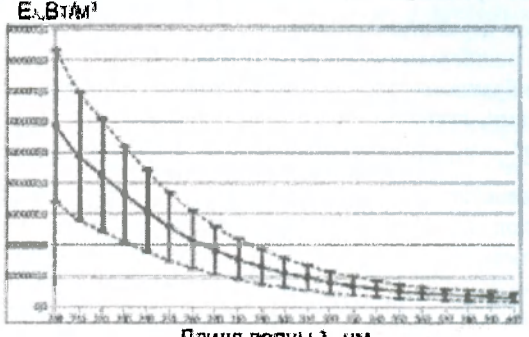


Рисунок 3 – Графическое представление результатов измерений

1. Руководство по выражению неопределенности измерения. – СПб.: Государственное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д.И.Менделеева». 1999. -119 с.
2. ТКП 8.004-2012 Система обеспечения единства измерений Республики Беларусь. Метрологическая аттестация средств измерений. Правила проведения работ.
3. ТКП 8.014-2012 Система обеспечения единства измерений Республики Беларусь. Калибровка средств измерений. Правила проведения работ.

зонда и образца, т.е. предполагают, что фактическое отклонение консоли тождественно перемещению образца. Калибровка осуществляется обычно по пластинкам кремния. Расчетное соотношение для определения калибровочного коэффициента имеет вид

$$K = (Z_{def,n}^* - Z_{def,m}^*) / (Z_{pos,n} - Z_{pos,m}), \quad (1)$$

где  $Z_{def}^*$ ,  $Z_{pos}$  – измеренное в условных единицах отклонение консоли и фактическое перемещение рабочей площадки (образца). В последующем калибровочный коэффициент используется для вычисления фактического отклонения кантилевера  $Z_{def} = Z_{def}^* / K$ .

Целью данной работы является уточнение некоторых методических особенностей определения калибровочного коэффициента.

Прежде всего, отметим, что при вычислении калибровочного коэффициента по формуле (1) нельзя выбирать близкие точки  $n$  и  $m$  кривой индентирования. Вычисление тангенса локального угла наклона кривой  $Z_{pos}^*$  по отношению к оси перемещения образца весьма чувствительно к ошибкам во входных данных, обусловленных вибрационными, акустическими и другими шумами, присутствующими в измеряемом сигнале  $Z_{def}^*$ . Рисунок 1 иллюстрирует это утверждение. Здесь штрихпунктирные линии показывают наклон калибровочной кривой в области точек, отмеченных сплошными символами. Им соответствуют калибровочные коэффициенты 710 и 455  $\text{нм}^{-1}$ , тогда как линейная аппроксимация всех точек (сплошная линия) дает  $K=430 \text{ нм}^{-1}$ . При более сильных помехах относительная ошибка в величине калибровочного коэффициента может составлять сотни процентов.

При определении калибровочного коэффициента целесообразно использовать не локальное значение тангенса угла наклона кривой внедрения, а осредненное по линейному участку данной кривой с достаточно большим (более 20) количеством точек. Главным достоинством такого подхода по сравнению с двухточечной оценкой  $K$  по формуле (1) является уменьшение влияния помех во входных данных на величину калибровочного коэффициента. Наш опыт показывает, что определение калибровочного коэффициента таким способом дает меньший разброс значений при анализе множества калибровочных кривых. Из этого множества и выбирается максимальное для данной консоли значение  $K$ .

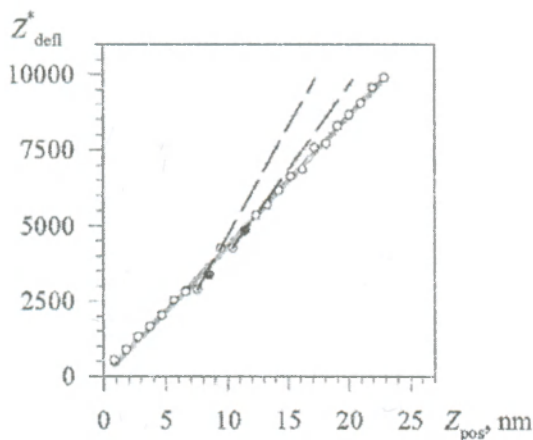


Рисунок 1 – Калибровочная кривая по кремнию

В некоторых случаях возможно возникновение ситуации, когда многократная повторная калибровка дает заниженное значение калибровочного коэффициента. Тогда вычисленный

модуль упругости исследуемого материала оказывается сильно завышен. Подобный артефакт вызван проскальзыванием зонда по более твердой, чем у исследуемого образца, поверхности кремниевой пластинки из-за значительного отклонения нормали к этой пластинке от осевой линии зонда и наличия достаточно больших латеральных сил при взаимодействии зонда с поверхностью. Тогда можно провести калибровку отклоняющейся системы атомно-силового микроскопа по эталонному образцу с известными значениями модуля упругости  $E_e$  и коэффициента Пуассона  $\nu_e$ . Для этого запишем формулу Герца, описывающую кривую внедрения полусферического зонда в полубесконечную плоскую пластину, в виде

$$Z_{def}^* / K - C(Z_{pos}^* - Z_{def}^* / K)^{3/2} = 0. \quad (2)$$

Здесь  $C = 4E_e R_t^{1/2} / [3k(1 - \nu_e^2)]$ ,  $R_t$  – радиус закругления наконечника зонда,  $k$  – жесткость консоли. При неизвестном  $K$  величина деформации в точке  $(Z_{def,n}^*, Z_{pos,n}^*)$  также не известна, но должна быть достаточной для получения близкого к асимптоте значения модуля упругости (при решении прямой задачи определения  $E$  по точкам кривой внедрения). Т.е. необходим согласованный выбор жесткости консоли, величины максимальной прикладываемой силы и размеров зонда для получения значения  $E$ , близкого к асимптотическому, что приводит к необходимости нескольких повторных измерений для разных сочетаний этих параметров.

При слишком малых глубинах внедрения  $\delta = Z_{pos}^* - Z_{def}^*$ , когда  $E$  сильно зависит от  $\delta$ , мы предлагаем использовать для оценки асимптотического значения модуля упругости  $E_e$  следующую Паде-аппроксимацию [1] логарифма модуля упругости, вычисленного по модели Герца:

$$\ln E(\delta) = [\ln(E_0) + C_1 \delta \ln(E_a)] / (1 + C_1 \delta). \quad (3)$$

Алгоритм нахождения параметра  $K$  тогда состоит в решении уравнения (2), вычислении из модели Герца зависимости  $E(\delta)$ , нахождении коэффициентов модели (3) в итерационном цикле уточнения искомых  $K$ ,  $E_0$ ,  $C_1$  и  $E_a$  до сходимости  $E_a$  к известному значению  $E_e$ .

Рисунок 2 иллюстрирует применение подобного подхода для определения калибровочного коэффициента по кривой внедрения в материал с известными механическими свойствами (поликарбонат с  $E_e = 3.1 \text{ ГПа}$ ,  $\nu_e = 0.37$  [2]). При  $K=430 \text{ нм}^{-1}$  получили  $E_a=2.4 \text{ ГПа}$ .

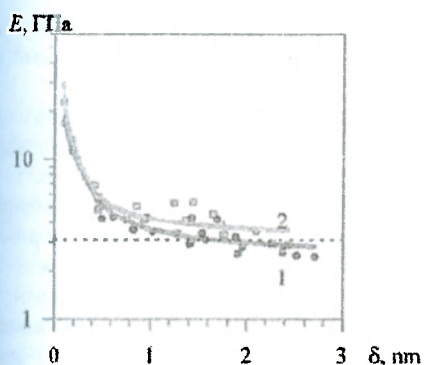


Рисунок 2 – Модуль упругости поликарбоната при разных  $\delta$ : 1 – калибровочный коэффициент  $K = 430$  определен из калибровки по кремнию, 2 – параметр  $K = 426$  вычислен из (2), (3) при  $E_a = E_e$

Наши данные показывают высокую чувствительность величины вычисляемых модулей упругости и их предельного значения к изменениям калибровочного коэффициента. Эти изменения могут быть обусловлены механиче-

УДК 005.6

## ПЛАНИРОВАНИЕ ЭКСПЕРИМЕНТА ПО ВЫЯВЛЕНИЮ ПРИЧИН НЕСООТВЕТСТВИЙ ПРОДУКЦИИ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ВЕРОЯТНОСТНОЙ ОЦЕНКИ СОБЫТИЯ

Серенков П.С., Павлов К.А., Краснова М.А.  
Белорусский национальный технический университет  
Минск, Республика Беларусь

Разработав план проведения эксперимента и определив, какую именно информацию необходимо собрать, исследователь вплотную сталкивается с проблемой выбора метода и шкалы оценивания, поскольку от этих двух составляющих зависит адекватность результатов эксперимента.

Если к выбору метода оценивания в настоящее время подходят достаточно обоснованно, то для шкалы, по которой будет оценен тот или иной параметр, не уделяется должного внимания. Вид шкалы измерения по умолчанию связывают с методом без приведения обоснованных доказательств.

Целью любой процедуры сбора данных является получение информации, которая может быть подвергнута дальнейшему анализу. При таких условиях существенным является не только способ получения этой информации, но и предположения о том, каким образом эксперт производит оценивание параметров объекта [1].

Оценивание предъявляемых факторов обычно проводится либо их ранжированием, либо процедурой парных сравнений. При ранжировании эксперт выстраивает предложенные для оценки факторы в иерархию (ряд). Очевидным является тот факт, что методу оценивания ранжированием соответствует порядковая шкала измерения. При процедуре парных сравнений эксперт попарно сопоставляет параметры объек-

скими помехами и загрязнениями поверхности зонда. Для уменьшения методической ошибки обработки данных атомно-силовой микроскопии целесообразно многократное (более 10 раз) повторение калибровки с выбором разных участков кремниевой пластинки или эталонного образца с известными упругими свойствами. Допустимый уровень вибрационных помех должен соотноситься с требуемой точностью получаемых результатов.

1. Бейкер Дж., Грейвс-Моррис П. Аппроксимации Паде. Пер. с англ. под ред. А.А. Гончара. – М.: Мир, 1986. – 502с.
2. Герасимов С.И. Применение метода фотоупругости для анализа остаточных напряжений в компакт-дисках / С. И. Герасимов // Прикладная механика и техническая физика. – 2004. – Т.45. С. 176–180.

тов, выставляя оценку, которая отображает, насколько один параметр более значимый, чем другой. В данном случае для оценивания используется интервальная шкала измерения.

Соответствие шкалы измерения методу оценивания, как показано в таблице 1, позволяет получить надежные и достоверные результаты эксперимента. Однако выбор метода оценивания и шкалы измерения является сугубо индивидуальным подходом, так как кроме надежности и достоверности результатов следует также принимать во внимание такие практические факторы, как:

- цель проведения эксперимента;
- затраты на проведение эксперимента;
- возможности, которыми располагают эксперты;
- характеристики рассматриваемых параметров;
- характер и метод обработки получаемых данных и т.д.

Понятие вероятности ассоциируется с проведением эксперимента, результат которого зависит от ряда факторов, которые изменяются случайным образом.

$$P = P(x_1, x_2, \dots, x_i | y)$$

где  $P$  – полная вероятность событий;

$x_i$  – потенциально влияющий фактор;