Министерство науки и высшего образования
Российской Федерации
Федеральное государственное
бюджетное образовательное учреждение
высшего образования
«Тверской государственный университет»

**ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ АСПЕКТЫ
ИЗУЧЕНИЯ КЛАСТЕРОВ,
НАНОСТРУКТУР
И НАНОМАТЕРИАЛОВ**

**PHYSICAL AND CHEMICAL ASPECTS
OF THE STUDY OF CLUSTERS,
NANOSTRUCTURES AND
NANOMATERIALS**

**FIZIKO-HIMIČESKIE ASPEKTY
IZUČENIÂ KLASTEROV,
NANOSTRUKTUR I NANOMATERIALOV**

выпуск 13

ТВЕРЬ 2021

УДК 620.22:544+621.3.049.77+539.216.2:537.311.322: 530.145

ББК Ж36:Г5+В379

Ф50

Рецензирование статей осуществляется на основании Положения о рецензировании статей и материалов для опубликования в журнале «Физико-химические аспекты изучения кластеров, наноструктур и наноматериалов».

Официальный сайт издания в сети Интернет:

<https://www.physchemaspects.ru>

Ф50 Физико-химические аспекты изучения кластеров, наноструктур и наноматериалов [Текст]. – Тверь: Издательство Тверского государственного университета, 2021. – Вып. 13. – 956 с.

Зарегистрирован Федеральной службой по надзору в сфере связи, информационных технологий и массовых коммуникаций, свидетельство о регистрации СМИ ПИ № ФС77-47789 от 13.12.2011.

Издание составлено из оригинальных статей, кратких сообщений и обзоров теоретического и экспериментального характера, отражающих результаты исследований в области изучения физико-химических процессов с участием кластеров, наноструктур и наноматериалов физики, включая межфазные явления и нанотермодинамику. Журнал предназначен для научных и инженерно-технических работников, преподавателей ВУЗов, студентов и аспирантов. Издание подготовлено на кафедре общей физики Тверского государственного университета.

Переводное название: Physical and chemical aspects of the study of clusters, nanostructures and nanomaterials

Транслитерация названия: Fiziko-himičeskie aspekty izučeniâ klasterov, nanostruktur i nanomaterialov

УДК 620.22:544+621.3.049.77+539.216.2:537.311.322: 530.145

ББК Ж36:Г5+В379

Print ISSN 2226-4442

Online ISSN 2658-4360

© Коллектив авторов, 2021

© Тверской государственной
университет, 2021

2. ТЕОРИЯ НАНОСИСТЕМ

УДК 620.179.118.2:539.211

Оригинальная статья

КОРРЕЛЯЦИОННО-СПЕКТРАЛЬНЫЙ АНАЛИЗ ТОПОГРАФИИ ТЕХНИЧЕСКИХ ПОВЕРХНОСТЕЙ НА НАНОМАСШТАБНОМ УРОВНЕ

В.В. Измайлов, М.В. Новоселова

ФГБОУ ВО «Тверской государственный технический университет»

170026, Россия, Тверь, наб. А. Никитина, 22

iz2v2@mail.ru

DOI: 10.26456/pcascnn/2021.13.457

Аннотация: Исследована нанотопография некоторых типичных технических поверхностей и экспериментально определены характеристики профиля шероховатости как случайного процесса – автокорреляционная функция и спектральная плотность. Показано, что для исследованных поверхностей их профилограммы могут рассматриваться как реализации случайного стационарного нормального эргодического процесса. Проведена визуальная проверка нормальности процесса сравнением экспериментальных значений ординат профиля с теоретическими значениями, подчиняющимися нормальному распределению, а также сравнением полигона частот с теоретической функцией плотности вероятности нормального распределения. Количественное подтверждение нормальности процесса выполнено с применением критерия согласия Колмогорова. Показано, что на уровне значимости $p = 0,05$ гипотеза о нормальности случайного процесса (профиля шероховатости поверхности) не противоречит экспериментальным результатам. Определены интервалы корреляции рассмотренных процессов. Вид автокорреляционных функций и величины интервалов корреляции говорят о случайном характере профиля поверхности: на интервале, равном одному – двум средним значениям шага неровностей профиля его ординаты становятся практически некоррелированными. Графики спектральных плотностей свидетельствуют о том, что профиль поверхности можно рассматривать как широкополосный случайный шум с преобладанием низкочастотных составляющих.

Ключевые слова: поверхность, нанотопография, профильный метод, случайный процесс, нормальное распределение, автокорреляционная функция, спектральная плотность, интервал корреляции.

1. Введение

Данная статья продолжает серию публикаций авторов, посвященных исследованию нанотопографии технических поверхностей [1, 2]. Для определения параметров шероховатости поверхностей в этих работах использован профильный метод, хорошо себя зарекомендовавший в метрологии поверхностей [3]. Точечные (числовые) параметры шероховатости, рассмотренные в работе [1], удобны для целей контроля качества поверхности в производстве [3]. Более полно характеризуют топографию поверхности параметры-функции, например, плотности распределения высотных и шаговых параметров профиля [2].

В данной работе использован другой плодотворный подход к исследованию топографии поверхности профильным методом, согласно

которому профиль поверхности рассматривается как реализация случайного процесса $z(x)$, в котором аргументом является пространственная координата x , направленная вдоль средней линии профиля, а функцией – ордината профиля, отсчитанная от его средней линии. С помощью такого статистического подхода можно получить практически полную информацию о топографии поверхности [4].

Известно, что стационарный нормальный случайный процесс полностью характеризуется математическим ожиданием и автокорреляционной функцией (АКФ). Дополнительно для описания случайного процесса часто используют функцию спектральной плотности (СП). АКФ характеризует степень зависимости (корреляцию) ординат профиля $z(x)$, соответствующих различным значениям аргумента (координаты x). Спектральная плотность характеризует частотную (шаговую) структуру профиля. АКФ и СП не являются независимыми характеристиками профиля, так как они однозначно связаны взаимными преобразованиями Фурье [5, 6].

Целью данной работы является проведение корреляционно-спектрального анализа профилограмм нанощероховатости типичных технических поверхностей на базе основных положений теории случайных процессов.

2. Образцы и методика исследования

Как и в предыдущих наших работах [1, 2], объектом исследования были выбраны поверхности металлических образцов из трех материалов – высоколегированной стали, технически чистого серебра и золота. Материалы выбраны из соображений их коррозионной стойкости, т.е. минимального присутствия на поверхности посторонних пленок (оксидных и т.п.), искажающих ее топографию. Непосредственным объектом исследования являлись профилограммы исследуемых поверхностей, полученных с помощью атомного силового микроскопа фирмы «NT-MDT». Некоторые точечные параметры нанощероховатости в терминах [7] приведены в Таблице 1.

Таблица 1. Параметры нанощероховатости исследованных поверхностей.

Параметр	Материал образца		
	Сталь	Серебро	Золото
Среднее арифметическое отклонение профиля Ra , нм	2,5	5,0	4,7
Среднеквадратичное отклонение профиля Rq , нм	2,8	6,2	5,9
Средняя ширина (средний шаг) элементов профиля RSm , мкм	0,22	0,42	0,33

При цифровой обработке профилограмм непрерывную функцию $z(x)$ неизбежно приходится заменять конечным набором N дискретных значений ординаты профиля, соответствующих значениям аргумента $x=0$,

$\Delta x, 2\Delta x, \dots N\Delta x$, где Δx – шаг дискретизации. Для того, чтобы при дискретизации непрерывной функции $z(x)$ не была потеряна информация о ее спектральном составе, необходимо, чтобы спектр исходной функции и ее дискретного представления содержал одинаковый набор частот. Это требование выполняется, если шаг дискретизации соответствует условию

$$\Delta x = \frac{1}{f_c} \leq \frac{1}{2f_{\max}}, \quad (1)$$

где f_c – частота дискретизации, $f_{\max}$ – максимальная частота в спектре [4, 6]. Согласно [4] нижняя граница шагов (длин волн) наношероховатости порядка 0,1 мкм, что соответствует максимальной пространственной частоте 10 мкм^{-1} . Согласно уравнению (1), шаг дискретизации не должен превышать 0,05 мкм. Это условие выполнялось при обработке профилограмм в данной работе.

3. Теоретические предпосылки

АКФ исследуемого профиля вычисляли по формуле

$$R_x(i\Delta x) = \frac{1}{N-i} \sum_{k=1}^{N-i} x_k x_{k+i}, i = 0, 1, \dots, m, \quad (2)$$

где i – номер шага, m – число шагов [6] ($m < N$). Очевидно, что $R_x(0)$ есть не что иное, как дисперсия случайного процесса. Более наглядно и удобно для анализа представление АКФ в безразмерной форме. Нормированная АКФ вычислялась по формуле

$$\rho_x(i\Delta x) = R_x(i\Delta x) / R_x(0). \quad (3)$$

Для компенсации погрешности, вносимой в оценку АКФ конечной длительностью любой практической реализацией случайного процесса, используют сглаживание АКФ с помощью так называемых спектральных окон [7]. В данном анализе мы использовали окно Хэмминга [8]

$$w(i) = 0,54 + 0,46 \cos \frac{i}{m} \pi. \quad (4)$$

С учетом формул (2) – (4), расчетная формула для АКФ приобретает вид

$$\rho_x^*(i\Delta x) = \rho_x(i\Delta x) w(i). \quad (5)$$

4. Результаты исследования и их обсуждение

Проверка гипотезы о нормальности случайного процесса – профиля наношероховатости исследованных поверхностей. На рис. 1 представлены примеры полигонов частот для ординат профиля z исследованных поверхностей образцов из стали, серебра и золота в сравнении с теоретической функцией плотности вероятности $f(z)$ нормального распределения. Визуально видно, что эмпирические распределения качественно согласуются с нормальным распределением. Для более строгой проверки гипотезы о нормальном характере исследуемого случайного

процесса – профилограммы наношероховатости поверхности – воспользуемся критерием согласия Колмогорова [9].

Рис. 1. Полигон частот (ломаная линия) и функция плотности вероятности нормального распределения (плавная линия) ординат профиля наношероховатости поверхности образцов из материалов: а – сталь, б – серебро, в – золото.

Значения статистик критерия

$$D_n = \sup_{-\infty < z < \infty} |\hat{F}_n(z) - F(z)|,$$

где $\hat{F}_n(z)$ и $F(z)$ – эмпирическая и теоретическая функции распределения, приведены в Таблице 2.

Таблица 2. Критерий Колмогорова.

Значения статистик	Материал образца		
	Сталь	Серебро	Золото
D_n	0,071	0,092	0,072
$k_{p,n}$	0,207	0,202	0,198

Также в Таблице 2 приведены критические значения критерия $k_{p,n}$ для уровня значимости $p=0,05$ (доверительная вероятность 95%) и соответствующего объема выборки n для исследуемых образцов. Гипотеза о соответствии эмпирического распределения случайной величины теоретическому отклоняется, если $D_n > k_{p,n}$. Как видим, для исследованных

поверхностей нет оснований отклонить гипотезы о нормальности случайного процесса (профиля наношероховатости поверхности).

Автокорреляционные функции профиля наношероховатости. Типичные нормированные сглаженные АКФ профилограмм исследованных поверхностей показаны на рис. 2. Все они имеют вид крутого пика, быстро спадающего к нулю. Такой вид АКФ характерен для широкополосного случайного шума [6]. С ростом величины пространственного сдвига x АКФ стремится к нулю, что можно расценивать как свидетельство эргодичности случайного процесса (профиля наношероховатости) [10, 11]. По нормированным АКФ можно определить интервал корреляции λ_c – расстояние между двумя сечениями случайного процесса $z(x)$ и $z(x + \lambda_c)$, начиная с которого ординаты профиля можно считать некоррелированными [12]

$$\lambda_c = \int_0^{\infty} |\rho_x^*(x)| dx.$$

В действительности верхний предел интегрирования, безусловно, конечен и равен длине реализации процесса.

Интервал корреляции для наношероховатости поверхности стального образца $\lambda_c \approx 0,30$ мкм, золотого – $\approx 0,20$ мкм, серебряного – $\approx 0,26$ мкм. Величины интервалов корреляции сопоставимы со средним шагом неровностей профиля (см. Таблицу 1): на расстоянии одного-двух шагов ординаты профиля становятся некоррелированными. Это обстоятельство также подтверждает случайный характер профиля.

Спектральная плотность профиля наношероховатости. Смысл этой характеристики случайного процесса раскрывается формулой [6]

$$G_x(f) = \frac{1}{\Delta f} \left[\frac{1}{L} \int_0^L z^2(f, \Delta f, x) dx \right],$$

где L – длина реализации. Таким образом, $G_x(f)$ – это среднее значение квадрата ординат профиля (средняя «мощность» сигнала), приходящаяся на узкий интервал пространственных частот от f до $f + \Delta f$ [8]. В определенном смысле эта характеристика подобна функции плотности вероятности случайной величины. Примеры графиков нормированных спектральных плотностей наношероховатости исследованных поверхностей представлены на рис. 3. Вид графиков соответствует корреляционным функциям, приведенным на рис. 2, и свидетельствует об отсутствии явно выраженных периодических составляющих в спектре.

Для исследованных поверхностей характерно преобладание в спектре низкочастотных (длинноволновых) гармоник. Следует отметить, что анализируемые спектры ограничены со стороны высоких частот величиной интервала дискретизации, со стороны низких частот – длительностью

процесса (для профиля это базовая длина l_r). В нашем случае максимальная частота, обнаруживаемая в спектре $f_{\max} = 1/2\Delta x \approx 8...12 \text{ мкм}^{-1}$, минимальная частота $f_{\min} = 1/l_r \approx 0,2...0,3 \text{ мкм}^{-1}$.

Рис. 2. Сглаженные нормированные АКФ ординат профиля нанощероховатости поверхности образцов из материалов: а – сталь, б – серебро, в – золото.

Рис. 3. Нормированные спектральные плотности профиля нанощероховатости поверхности образцов из материалов: а – сталь, б – серебро. f – пространственная частота, f_c – частота дискретизации, D – дисперсия.

5. Заключение

Проведенный корреляционно-спектральный анализ профилограмм

поверхностей трех типичных технических поверхностей на наномасштабном уровне показал, что профиль нанощероховатости можно рассматривать как стационарный нормальный эргодический случайный процесс. Стационарность вытекает из природы данного процесса. Поскольку исследуемые поверхности по природе однородны и изотропны, по крайней мере, в пределах базовой длины, есть основания считать профиль такой поверхности стационарным случайным процессом. Гипотеза о нормальном характере процесса подтверждается проверкой по критерию согласия, в пользу эргодичности процесса говорит вид автокорреляционных функций. По спектральному составу профиль нанощероховатости можно отнести к широкополосному случайному шуму. В спектре преобладают низкочастотные (длинноволновые) компоненты.

Библиографический список:

1. **Измайлов, В.В.** О параметрах нанотопографии технической поверхности и ее профиля / В.В. Измайлов, М.В. Новоселова // Физико-химические аспекты изучения кластеров, наноструктур и наноматериалов. – 2018. – Вып. 10. – С. 313-321. DOI: 10.26456/pcascnn/2018.10.313.
2. **Измайлов, В.В.** Некоторые статистические распределения, характеризующие нанотопографию технических поверхностей / В.В. Измайлов, М.В. Новоселова // Физико-химические аспекты изучения кластеров, наноструктур и наноматериалов. – 2020. – Вып. 12. – С. 609-616. DOI: 10.26456/pcascnn/2020.12.609.
3. **Уайтхауз, Д.** Метрология поверхностей. Принципы, промышленные методы и приборы / Д. Уайтхауз. – Долгопрудный: Издательский Дом «Интеллект», 2009. – 472 с.
4. **Григорьев, А.Я.** Физика и микрогеометрия технических поверхностей / А.Я. Григорьев. – Минск: Беларуская навука, 2016. – 247 с.
5. **Thomas, T.R.** Rough surfaces / T.R. Thomas. – London: Imperial College Press, 1999. – 278 p.
6. **Бендат, Дж.** Прикладной анализ случайных данных / Дж. Бендат, А. Пирсол. – М.: Мир, 1989. – 540 с.
7. Геометрические характеристики изделий (GPS). Структура поверхности. Профильный метод. Термины, определения и параметры структуры поверхности: ГОСТ Р ИСО 4287-2014; введ. 01.01.2016. – М.: Стандартинформ, 2014. – 20 с.
8. **Дворкович, В.П.** Оконные функции для гармонического анализа сигналов / В.П. Дворкович, А.В. Дворкович. – М.: Техносфера, 2014. – 112 с.
9. **Ивченко, Г.И.** Введение в математическую статистику / Г.И. Ивченко, Ю.И. Медведев. – М.: Издательство ЛКИ, 2017. – 600 с.
10. **Вентцель, Е.С.** Теория вероятностей / Е.С. Вентцель. – М.: Высшая школа, 2006. – 575 с.
11. **Хрущева, И.В.** Основы математической статистики и теории случайных процессов / И.В. Хрущева, В.И. Щербаков, Д.С. Леванова. – СПб.: Издательство «Лань», 2021. – 336 с.
12. **Чернов, Н.Н.** Сигналы: формирование, обнаружение и обработка: учебно-методическое пособие / Н.Н. Чернов, А.П. Морозов. – Таганрог: Изд-во ЮФУ, 2016. – 51 с.

References:

1. Izmailov V.V., Novoselova M.V. O parametrakh nanotopografii tekhnicheskoy poverkhnosti i ee profilya [On nanotopographic parameters of engineering surface and its profile], *Fiziko-khimicheskie aspekty izucheniya klasterov, nanostruktur i nanomaterialov* [Physical and chemical aspects of the study of clusters, nanostructures and nanomaterials], 2018, issue 10, pp. 313-321. DOI: 10.26456/pcascnn/2018.10.313. (In Russian).
2. Izmailov V.V., Novoselova M.V. Nekotorye statisticheskie raspredeleniya, kharakterizuyushchie nanotopografiyu tekhnicheskikh poverkhnostej [Some statistical distributions, which describe the nanotopography of technical surfaces], *Fiziko-khimicheskie aspekty izucheniya klasterov, nanostruktur i nanomaterialov* [Physical and chemical aspects of the study of clusters, nanostructures and nanomaterials], 2020, issue 12, pp. 609-616. DOI: 10.26456/pcascnn/2020.12.609. (In Russian).
3. Whitehouse D. Surfaces and their measurement. Oxford, Elsevier Science & Technology, 2004. 432 p.

4. Grigor'ev A.Ya. *Fizika i mikrogeometriya tekhnicheskikh poverkhnostej* [Physics and microgeometry of engineering surfaces]. Minsk, Belaruskaya navuka, 2016. 247 p. (In Russian).
5. Thomas T.R. *Rough surfaces*. London, Imperial College Press, 1999. 278 p.
6. Bendat J.S., Piersol A.G. *Random data: analysis and measurement procedures*. New Jersey, John Wiley & Sons, 2010. 640 p.
7. GOST R ISO 4287-2014. *Geometricheskie kharakteristiki izdelij (GPS). Struktura poverkhnosti. Profil'nyj metod. Terminy, opredeleniya i parametry struktury poverkhnosti* [Russian State Standard ISO 4287-2014 Geometrical Product Specifications (GPS). Surface texture. Profile method. Terms, definitions and surface texture parameters]. Moscow, Standartinform Publ., 2014. 20 p. (In Russian).
8. Dvorkovich V.P., Dvorkovich A.V. *Okonnnye funktsii dlya garmonicheskogo analiza signalov* [Window functions for harmonic signal analysis]. Moscow, Tekhnosfera Publ., 2014. 112 p. (In Russian).
9. Ivchenko G.I., Medvedev Yu.I. *Vvedenie v matematicheskuyu statistiku* [Introduction to mathematical statistics]. Moscow: LKI Publ., 2017. 600 p. (In Russian).
10. Wentzel E.S. *Teoriya veroyatnostej* [Probability theory]. Moscow, Vysshaya Shkola Publ., 2006. 575 p. (In Russian).
11. Khrushchev I.V., Shcherbakov V.I., Levanov D.S. *Osnovy matematicheskoy statistiki i teorii sluchajnykh protsessov* [Fundamentals of mathematical statistics and theory of random processes]. Saint Petersburg, Lan' Publ., 2021. 336 p. (In Russian).
12. Chernov N.N., Morozov A.P. *Signaly: formirovanie, obnaruzhenie i obrabotka: uchebno-metodicheskoe posobie* [Signals: formation, detection and processing: study guide]. Taganrog: SFedU Publ., 2016. 51 p. (In Russian).

Original paper

CORRELATION-SPECTRAL ANALYSIS OF THE TOPOGRAPHY OF ENGINEERING SURFACES AT THE NANOSCALE LEVEL

V.V. Izmailov, M.V. Novoselova

Tver State Technical University, Tver, Russia

DOI: 10.26456/pcascnn/2021.13.457

Abstract: The nanotopography of some typical technical surfaces is investigated and the characteristics of the nanoroughness profile as a random process are experimentally determined – the autocorrelation function and spectral density. It is shown that for the investigated surfaces, their profilograms can be considered as realizations of a random stationary normal ergodic process. A visual check of the process normality was carried out by comparing the experimental values of the profile ordinates with theoretical values obeying the normal distribution, as well as by comparing the frequency polygon with the theoretical probability density function of the normal distribution. Quantitative confirmation of the process normality was carried out using the Kolmogorov goodness-of-fit test. It is shown that at the significance level $p=0,05$, the hypothesis about the normality of a random process (surface nanoroughness profile) does not contradict the experimental results. The correlation intervals of the considered processes are determined. The form of the autocorrelation functions and the values of the correlation intervals indicate the random nature of the surface profile: in the interval equal to one or two average values of the step of the irregularities of the profile, its ordinates become practically uncorrelated. Spectral density plots indicate that the surface profile can be considered as a wide-band random noise with a predominance of low-frequency components.

Keywords: *surface, nanotopography, profile method, random process, normal distribution, autocorrelation function, spectral density, correlation interval.*

Измайлов Владимир Васильевич – д.т.н., профессор кафедры прикладной физики ФГБОУ ВО «Тверской государственный технический университет»

Новоселова Марина Вячеславовна – к.т.н., доцент кафедры прикладной физики ФГБОУ ВО «Тверской государственный технический университет»

Vladimir V. Izmailov – Dr. Sc., Professor, Department of Applied Physics, Tver State Technical University
Marina V. Novoselova – Ph. D., Docent, Department of Applied Physics, Tver State Technical University

Поступила в редакцию/received: 15.06.2021; после рецензирования/revised: 01.07.2021; принята/accepted 13.07.2021.