

Глава 23. МЕТОДЫ ЗОНДОВОЙ ЭЛЕКТРОМЕТРИИ ДЛЯ РАЗРАБОТКИ И ИССЛЕДОВАНИИ СВОЙСТВ ПЕРСПЕКТИВНЫХ МАТЕРИАЛОВ

Жарин А.Л., Пантелеев К.В., Тявловский А.К.

Белорусский национальный технический университет,
г. Минск, Беларусь, anatoly.zharin@gmail.com

ELECTROMETRIC PROBES FOR ADVANCE MATERIALS RESEARCH AND DEVELOPMENT.

A. Zharin, K. Pantsialeyeu, A. Tyavlovsky

Belarussian National Technical University

Аннотация

Модификации методов зондовой электрометрии (метод Кельвина, метод не вибрирующего конденсатора и ионизационный метод) использованы при анализе и контроле поверхностей перспективных материалов. Визуализация потенциального рельефа позволяет находить «артефакты» на поверхности, не разрешаемые прочими методами, включая оптические. Методы зондовой электрометрии имеют относительно простое практическое воплощение, что позволяет их использование в процессе различных воздействий на поверхность (механических, электромагнитных, световых, зарядовых и т.п.). Приведены примеры их использования для исследования кинетики процессов трения и износа.

Ключевые слова: работа выхода электрона, контактная разность потенциалов, зонд Кельвина, визуализация потенциального рельефа, трение, износ, фрикционная усталость.

Abstract

Electrometric probes (Kelvin probe, Non-vibrating CPD probe and Ionization Probe) adopted for advance materials research and development. The current paper focused on surface mapping and inspection as well as for continuous non-destructive monitoring of changes in the electron work function of a rubbing surface.

Key words: Electron work function, contact potential difference, Kelvin probe, surface mapping, friction, wear, friction fatigue, *IN SITU* Kelvin Probe

Введение

При разработке перспективных материалов встают задачи как технологического характера, так и задачи определения уникальных свойств полученных материалов. Поэтому разработка новых методов и приборов определения свойств материалов является актуальным вопросом современного материаловедения. Учитывая, что в большинстве случаев работает не объем материала, а его поверхность, к состоянию поверхности материалов предъявляются повышенные требования и для улучшения свойств поверхности используются различные технологии.

Современные технологии в точной механике, электронике, оптике связаны с формированием контролируемых участков поверхностей деталей с заданными физико-химическими характеристиками. Зачастую требуется получить различные физико-химические свойства на различных участках поверхности одной и той же детали. Существует широкий арсенал методов модификации поверхностей, причем некоторые из них практически не вносят видимых (регистрируемых) изменений, а перекрытие участков поверхности, подвергнутым различным методам модификации может привести к не предсказуемым последствиям. В ряде случаев модификация приводит к не гомогенности распределения свойств поверхности детали. В этой связи встает задача определения границ модифицированного участка поверхности, а также определения равномерности распределения свойств поверхности в пределах участка подвергнутого модификации.

Поэтому методы контроля состояния поверхности материалов имеют большое практическое значение.

Поверхностный электростатический потенциал является универсальным параметром, содержащим информацию о химических, структурных, механических, электронных и прочих свойствах поверхностей материалов, а также границ раздела

материалов с диэлектрическими и проводящими покрытиями. В случае металлов и полупроводников основной вклад в формирование потенциального рельефа поверхности вносит такая фундаментальная величина, как работа выхода электрона (РВЭ).

Наиболее перспективными методами контроля состояния прецизионных поверхностей являются методы, основанные на регистрации изменений РВЭ (электрического потенциала поверхности, для диэлектриков), измеряемой через контактную разность потенциалов (КРП).

Интерес системам, основанным на регистрации КРП, начал в последнее время возрастать. В западных журналах появилось значительное число публикаций по сканирующим зондам Кельвина (Scanning Kelvin Probe (SKP)), а также по построению различных сенсоров, основанных на регистрации КРП. С появлением атомно-силовой микроскопии (AFM), а точнее ее бесконтактной модификации, появилась возможность реализации зонда Кельвина на наноуровне (Scanning Kelvin Probe Force Microscopy (SKPFM)). Большинство современных серийных AFM позволяют получать потенциальное изображение в дополнение к силовому (геометрическому), т.е. имеют режим SKPFM. На постсоветском пространстве систематических исследований в области зондовых зарядочувствительных методов практически не проводится.

В настоящей работе показаны возможности методов зондовой электрометрии для создания новых методов, приборов и сенсоров диагностики и анализа прецизионных поверхностей металлов, сплавов и полупроводников.

В основе наших исследований лежит регистрация таких параметров, как РВЭ и/или собственный или приобретенный в результате внешних воздействий потенциал поверхности. Разработаны методы и приборы для визуализации потенциального рельефа прецизионных поверхностей, где использован классический зонд Кельвина, ионизационный зонд, а также предложенный автором метод не вибрирующего конденсатора. На этой базе разработан метод непрерывного неразрушающего контроля трущейся поверхности по РВЭ, который не имеет аналогов в мировой научной практике.

Следует отметить, что такой параметр, как РВЭ, имеет физический смысл только для металлов и полупроводников, однако рассматриваемые методы работоспособны и в случае диэлектриков, при этом регистрируется такая величина, как потенциал поверхности. Визуализация потенциального рельефа позволяет находить «артефакты» на поверхности, не разрешаемые прочими методами, включая оптические.

Кроме материаловедческого применения рассматриваемые методы применимы для исследования биологических и медицинских объектов, включая исследования «*in-vitro*».

Методы зондовой электрометрии имеют относительно простое практическое воплощение, что позволяет их использование в процессе различных воздействий на поверхность (механических, электромагнитных, световых, зарядовых и т.п.). Например, они применяются в совокупности с зондирующими воздействиями светом и коронным разрядом при контроле полупроводниковых пластин, обеспечивая получение важной информации для совершенствования современных полупроводниковых технологий.

Предпосылки использования электрометрических методов для анализа поверхностей.

РВЭ является чувствительным показателем процессов, протекающих обычно на поверхностях металлов, сплавов и полупроводников. В нее вносят существенный вклад пластическая и упругая деформации, изменение дефектной структуры, изменение химического и фазового состава, адсорбция и десорбция газов и т.д.

Вопросы влияния деформирования на РВЭ интенсивно исследовались ранее [1; 2; 3]. В общем случае имеет место следующее поведение РВЭ при деформировании (рис. 1а) - она незначительно возрастает в упругой области и резко понижается при достижении площадки текучести. С дальнейшим повышением нагрузки скорость

изменения РВЭ уменьшается и при достижении стадии динамического возврата не зависит от дальнейшего повышения нагрузки. Резкий перегиб изменений РВЭ наблюдался как при растяжении пластичных, так и хрупких материалов, не имеющих площадки текучести. В случае поверхностного нагружения (рис. 1b) перегиб изменений РВЭ для контактной поверхности (Y_{surf}) возникает при значительно меньших нагрузках, чем для боковой поверхности образца (Y_{vol}), т.е. регистрируется начало пластических процессов с учетом шероховатостей поверхности.

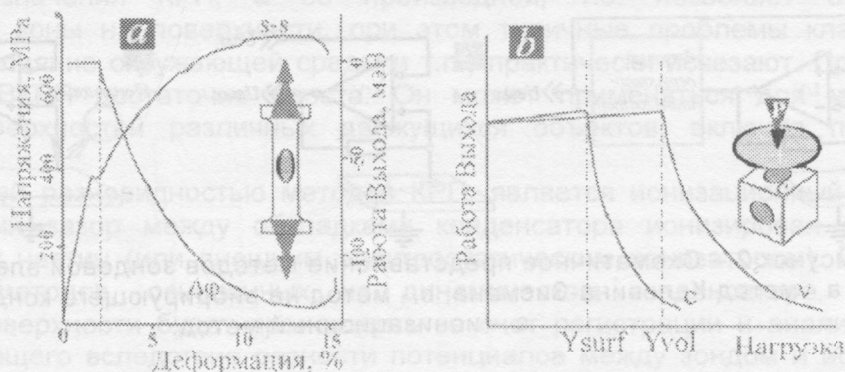


Рисунок 1 – Изменения РВЭ Ст.45 при объемном и поверхностном нагружении.

Анализ показал, что наиболее существенный вклад в РВЭ при трении будут вносить деформационные эффекты, а точнее изменение концентрации мест выхода дислокаций на поверхность, поверхностных точечных дефектов, а также атомарная шероховатость. Кроме того, значительный вклад в РВЭ будет вносить адсорбция молекул смазки и окружающих узлов трения газов. Однако влияние адсорбционных процессов может быть минимизировано созданием постоянных условий смазки и окружающей газовой среды при проведении длительных экспериментов [4].

Комбинация контактного и бесконтактного режимов АСМ позволяет исследовать процессы трения на нано уровне с регистрацией РВЭ. Бушан и соавторы показали [5], что изменения потенциала проявляются при значительно меньших фрикционных нагрузках поверхности, чем геометрические изменения. И для описания этого ими было введено понятие «прекурсоры износа», т.е. изменения в поверхностных слоях без регистрируемых (по крайней мере, методами АСМ) изменений геометрии поверхности.

Высокая чувствительность РВЭ к состоянию поверхностей вообще и поверхностей трения в частности сдерживает применение методов, основанных на ее измерении, вследствие сложности разграничения факторов, вносящих вклад в конечные результаты. Поэтому наилучшей схемой экспериментов при использовании РВЭ в качестве регистрируемого параметра является схема «черного ящика», т.е. схема типа воздействие-отклик. Для случая исследования трения и износа эта схема реализуется при непрерывной регистрации РВЭ в процессе трения. А при визуализации РВЭ поверхностей схема «черного ящика» реализуется априори.

Методы зондовой электрометрии

РВЭ может быть определена прямыми и косвенными методами. В основе прямых методов лежит эмиссия электронов из металла под воздействием энергии, получаемой извне. К косвенным относятся методы определения РВЭ по поведению пучка заряженных частиц на поверхности, адсорбционным или десорбционным характеристикам поверхности и по КРП. Методы определения РВЭ по КРП являются бесконтактными, не требуют каких-либо специфических вакуумных, температурных или других условий и поэтому они наиболее удобны с точки зрения контроля поверхностей.

Существование КРП впервые было показано Александром Вольта в 1800г. В 1898 году Лорд Кельвин разработал общий подход к измерениям КРП, именно поэтому в англоязычной литературе устройства для измерения КРП называют зондом Кельвина (Kelvin probe).

Измерения потенциала поверхности является не тривиальной задачей потому, что потенциал поверхности является внутренним свойством объекта измерений, а не внешним потенциалом. Он не может быть измерен простым подключением вольтметра и, более того, создание любого контакта для прямых измерений поверхностного потенциала необратимо изменяет свойства поверхности и, соответственно, измеряемую величину. Поэтому для определения потенциала поверхности используются бесконтактные методы, представленные на рис. 2.

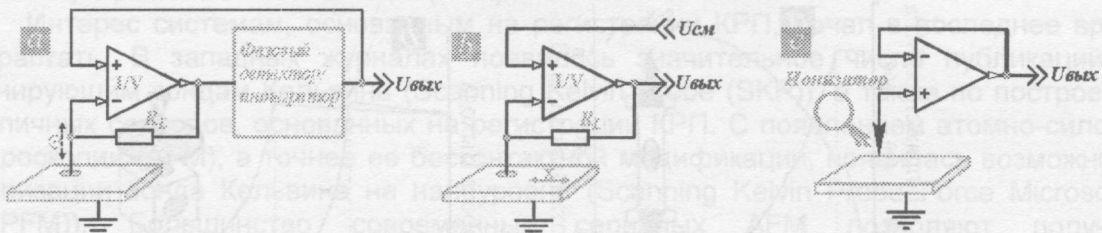


Рисунок 2 – Схематичное представление методов зондовой электростатики:
а - метод Кельвина-Зисмана; б - метод не вибрирующего конденсатора;
с - ионизационный метод.

Наиболее широко применяется метод Кельвина, модифицированный Зисманом (рис. 2а). В нем измеряемый и эталонный образцы формируют плоский конденсатор емкостью C_{12} , одна из пластин которого вибрирует под действием электромеханического вибратора. Вследствие различия РВЭ материалов пластин конденсатора он будет иметь заряд:

$$Q = C_{12} \frac{\Phi_1 - \Phi_2}{e} = C_{12} U_{CFD} \quad (1)$$

где: Φ_1 и Φ_2 – РВЭ исследуемой и эталонной поверхностей, соответственно; e – заряд электрона; U_{CFD} - КРП.

Емкость конденсатора C_{12} при периодическом изменении расстояния между эталонным и измеряемым образцами также периодически изменяется со временем. При достаточно большом сопротивлении резистора R_1 заряд не будет успевать стекать с обкладок конденсатора за период изменения емкости, что вызовет появление на входе предусилителя переменного сигнала. С помощью внешнего источника на конденсатор подается напряжение компенсации U_{comp} такой величины, чтобы переменный сигнал стал нулевым, т. е. чтобы оно скомпенсировало КРП. При этом $U_{comp} = U_{CFD}$. В современных измерителях КРП напряжение компенсации вырабатывается автоматически с помощью соответствующих электронных схем (фазовый детектор и интегратор), и она постоянно отслеживает значение КРП.

Общее уравнение, описывающее ток в конденсаторе Кельвина, имеет вид:

$$i = \frac{dQ}{dt} = \frac{d(C_{12} U_{CFD})}{dt} = U_{CFD} \frac{dC_{12}}{dt} + C_{12} \frac{dU_{CFD}}{dt} \quad (2)$$

В методе Кельвина-Зисмана полагается, что КРП не изменяется за период колебаний эталонного образца, т.е. второй член уравнения 2 полагается равным нулю, а сигнал формируется только за счет изменения емкости, вызванной колебаниями пластины (первый член уравнения 2).

Для исследования топологии распределения РВЭ по поверхности был разработан, так называемый, не вибрирующий зонд (НВКРП) [6], т.е. разновидность метода Кельвина, в котором отсутствуют механические колебания пластины конденсатора (рис. 2б).

В НВКРП эталонный образец и исследуемая поверхность также формируют плоский конденсатор, однако эталонный образец не вибрирует, а перемещается относительно исследуемой поверхности. Если поверхность не имеет значительных геометрических особенностей, тогда членом $\frac{dC_{12}}{dt}$ в уравнении (2) можно пренебречь, а член $\frac{dU_{CFD}}{dt}$ вносит основной вклад в выходной сигнал. Выходной

сигнал возникает при прохождении зонда над участками поверхности с геометрическими неоднородностями (в соответствии с первым членом уравнения 2), а также над участками поверхности с электропотенциальной неоднородностью (второй член уравнения 2). Разделение геометрических и электропотенциальных вкладов, а также уменьшение шумов решается путем компьютерной обработки сигнала при многократном прохождении зонда над одним и тем же участком поверхности и подачей на зонд регулируемого постоянного потенциала. НВКРП обеспечивает получение не абсолютного значения КРП, а ее производной, т.е. позволяет отслеживать «аномальные» зоны на поверхности, при этом типичные проблемы классического метода КРП (влияние окружающей среды и т.п.) практически исчезают. Практическая реализация НВКРП достаточно проста. Он может применяться для мониторинга состояния поверхностей различных движущихся объектов, включая поверхности трения.

Еще одной разновидностью методов КРП, является ионизационный зонд (рис. 2с). Воздушный зазор между обкладками конденсатора ионизирован источником радиоактивных частиц (или внешним электростатическим ионизатором). При этом в отличие от методов, основанных на динамическом конденсаторе, измерения потенциала поверхности будет происходить за счет регистрации и анализа ионного тока, возникающего вследствие разности потенциалов между зондом и исследуемой поверхностью. В отличие от методов, использующих динамический конденсатор, размер зонда здесь не критичен и, в пределах, может использоваться игла, как и в атомно-силовом микроскопе. Несмотря на простоту схемы измерения, реализация метода затруднена как из-за высоких требований к входным параметрам усилителя, так и из-за требований безопасности работы с источниками ионизации. В настоящее время нами ведется разработка ионизационных зондов КРП с предельно малыми безопасными источниками излучения (менее 1 мкКюри) и с электростатическими внешними ионизаторами [7].

Описанные методы характеризуются различными совокупностями метрологических параметров и функциональных возможностей: разрешающей способностью, чувствительностью (достигающей 0,1-1 мэВ), скоростью измерения и т.д., что позволяет оптимизировать выбор конкретного метода в зависимости от объекта исследования. Например, возможна визуализация электрического потенциала с пространственным разрешением единицы - десятки микрометров, или визуализация с высокой точностью электрического потенциала, но худшим пространственным разрешением, или визуализация с меньшей статической чувствительностью, но малым временем измерения и т.д.

Методы могут применяться для мониторинга процессов трения и для визуализации электро-потенциального рельефа поверхностей как на макро/микроуровнях, так и на нано уровне. Это особенно важно для прецизионных приложений, например, трение в магнитных носителях информации [8; 9]. Появление на рынке в последние годы аналоговых микросхем с фемтоамперными входными токами в совокупности с развитием компьютерных методов обработки данных стимулирует разработку все новых вариаций методов измерения КРП.

Мониторинг процессов трения

Современные методы исследования в области трибологии имеют одну общую тенденцию - обеспечение возможности прямого изучения явлений на фрикционном контакте, т.е. тенденцию оснащения машины трения (или реального узла трения) каким-либо физическим измерительным прибором, обеспечивающим непрерывный мониторинг изменений регистрируемого параметра в процессе трения. К сожалению, круг физических методов, принципиально позволяющих регистрировать физические свойства поверхности в процессе трения, весьма ограничен.

В этой связи, весьма привлекательным является использование РВЭ для исследования поверхностей трения [10; 11; 12]. Существующие методы регистрации РВЭ допускают модификации, позволяющие проводить мониторинг трущейся поверхности непосредственно в процессе трения.

На рис. 3 показана типовая схема установки для мониторинга РВЭ трущейся поверхности методом Кельвина. Следует отметить, что метод может быть реализован для различных машин и узлов трения с неполным перекрытием поверхностей [4; 13].

Возможны две схемы эксперимента при использовании методов: регистрация РВЭ с малым временем интегрирования сигнала и ее синхронизация с положения образца, что позволяет исследовать эволюцию топологии распределения РВЭ со временем трения; регистрация РВЭ со временем интегрирования, значительно большим периода вращения образца пары трения, что позволяет исследовать кинетику изменений интегрального значения РВЭ всей трущейся поверхности.

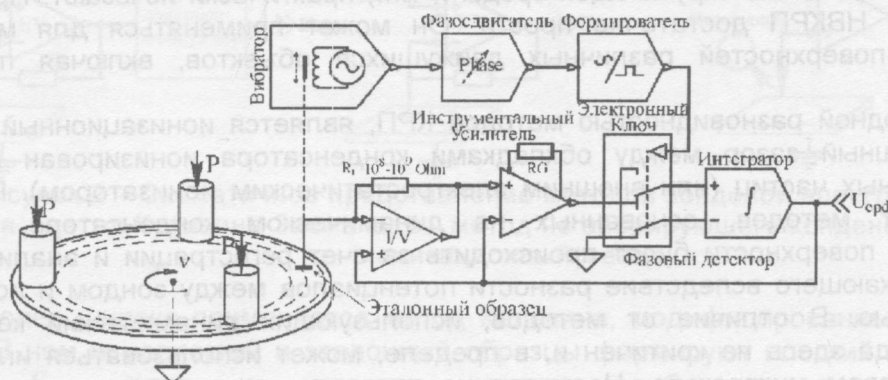


Рисунок 3 – Схема установки для мониторинга процессов трения зондом Кельвина. Измерительный конденсатор образован дорожкой трения (M1) и вибрирующим эталонным образцом (M2) [14].

На рис. 4 показаны типичные результаты исследований топологии распределения РВЭ по дорожке трения со временем трения. Рис. 4а получен методом КРП и, поэтому, вместе с изменением топологии распределения РВЭ наблюдается ее сдвиг по абсолютной величине. Результаты, представленные на рис. 4б, получены НВКРП, при этом контрастируются топологические изменения РВЭ без учета сдвига по абсолютному значению, т.е. регистрируется производная от РВЭ по поверхности. По топологии распределения РВЭ можно проследить возникновение, миграцию и залечивание «горячих» зон на поверхности в процессе трения, а при мониторинге, возникновение зон деградации трущейся поверхности на ранних стадиях развития.

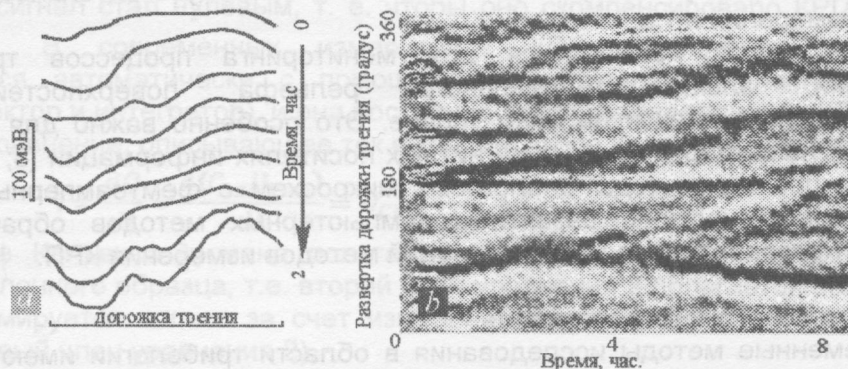


Рисунок 4 – Эволюция топологии распределения РВЭ по дорожке трения со временем работы (получены методом: а – КРП; б – НВКРП).

На рис. 5 и 6 показаны типичные результаты использования метода КРП с интегрированием РВЭ по дорожке трения. Исследования показали, что для широкого ряда металлов и сплавов при сухом и граничном трении вид зависимостей «РВЭ трущейся поверхности - нормальная нагрузка» подобен и имеет три характерных участка (рис. 5). На участке I наблюдается рост работы выхода электрона с повышением нормальной нагрузки. Затем происходит изменение хода кривой и на участке II РВЭ трущейся поверхности понижается. При дальнейшем увеличении

нагрузки, на участке III, значение работы выхода электрона перестает понижаться с повышением нагрузки или даже, в некоторых случаях возрастает, и характеризуется повышенным разбросом значений. При схватывании резко возрастает момент трения и объёмная температура, значение работы выхода электрона при этом резко уменьшается. Таким образом, по РВЭ могут быть выявлены критические точки, т.е. границы разделов описанных характерных участков, что не выявляется по поведению таких внешних параметров процесса трения, как момент и объёмная температура.

На рис. 6 показаны зависимости интегрального значения РВЭ от времени сухого трения некоторых материалов. В нулевой момент времени образцы пары трения приводились в контакт, до этого момента записаны начальные значения РВЭ материалов. Общим для приведенных кривых является резкое понижение работы выхода в начальные моменты трения относительно исходного значения. Это, по всей вероятности, объясняется удалением с поверхности исходного окисного слоя. Далее РВЭ монотонно повышается до установившегося значения. Отсюда можно точно определить момент перехода от этапа приработки к установившемуся режиму трения.

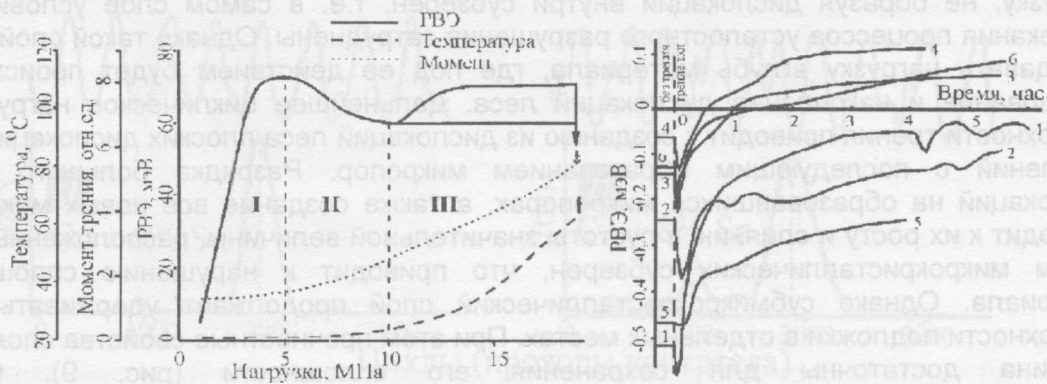


Рисунок 5 – Зависимости РВЭ трущейся поверхности, объёмной температуры и момента трения от нормальной нагрузки.

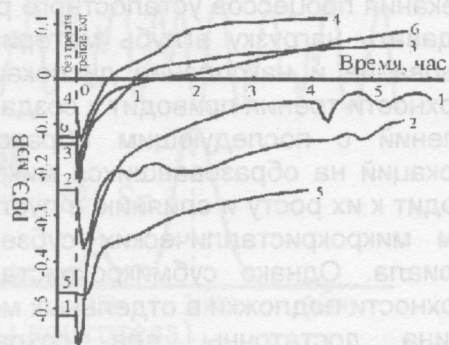
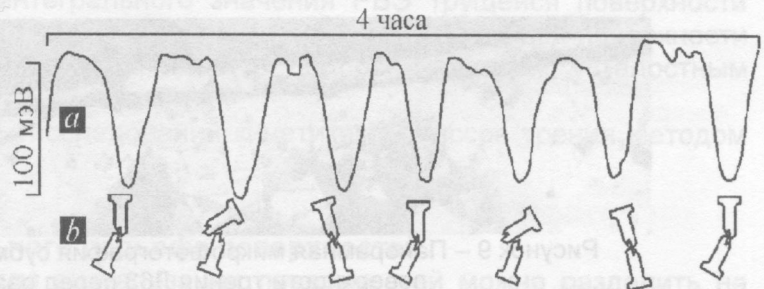


Рисунок 6 – Зависимости РВЭ от времени сухого трения образцов из: 1 – Л63; 2 – Бр.АЖ9-4; 3 – Бр.ОФ6,5-0,15; 4 – М3; 5 – 12Х18Н10Т.

С использованием метода непрерывного неразрушающего контроля РВЭ трущейся поверхности были экспериментально обнаружены периодические изменения РВЭ трущейся поверхности [15]. Было установлено, что за один период изменения РВЭ поверхности трения проходит полный цикл усталостного разрушения.

Рисунок 7 – Периодические изменения РВЭ трущейся поверхности (а) и схематичное сравнение периодических изменений РВЭ трущейся поверхности с испытаниями на объёмную усталость (b).



Циклическое нагружение поверхности, обусловленное периодическими проходами контртела по поверхности образца, приводит к созданию дефектов (дислокаций) в поверхностных слоях материала. Со временем скользящая плотность дислокаций повышается, что подтверждается увеличением наклепа подповерхностных слоев материала. При достижении плотностью дислокаций некоторой критической величины дислокации одного знака могут собираться в стенки, что энергетически более выгодно. Далее на поверхности трения образуется слой материала в микрокристаллическом субзернистом состоянии.

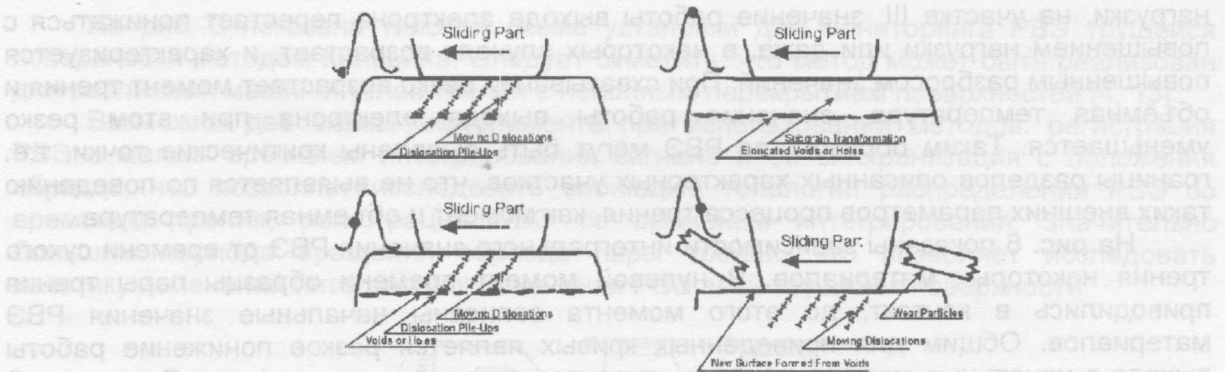


Рисунок 8 – Схематичное представление процесса фрикционного усталостного разрушения (процессы в четырех характерных точках периода изменения РВЭ).

Сформировавшийся на поверхности трения субзеренный слой может передавать нагрузку, не образуя дислокаций внутри субзерен, т.е. в самом слое условия для протекания процессов усталостного разрушения затруднены. Однако такой слой будет передавать нагрузку вглубь материала, где под ее действием будет происходить образование и накопление дислокаций леса. Дальнейшее циклическое нагружение поверхности трения приводит к созданию из дислокаций леса плоских дислокационных скоплений с последующим образованием микропор. Разрядка большого числа дислокаций на образовавшихся микропорах, а также создание все новых микропор, приводит к их росту и слиянию в пустоты значительной величины, расположенные под слоем микрокристаллических субзерен, что приводит к нарушению сплошности материала. Однако субмикрокристаллический слой продолжает удерживаться на поверхности подложки в отдельных местах. При этом прочностные свойства слоя и его толщина достаточны для сохранения его сплошности (рис. 9). Отрыв сформировавшегося сравнительно толстого слоя материала от подложки в некоторых местах не приводит к немедленному отделению частицы износа, т.е. создаются неравновесные условия, когда еще работает сравнительно толстый слой материала, уже оторванный от подложки, но сохраняющий свою сплошность. Разрушение одного или нескольких слабых звеньев такого слоя приводит к увеличению нагрузки на остальные его участки и дальнейший процесс разрушения протекает лавинно, что синхронизирует разрушение на большей части поверхности трения. Описанный выше механизм схематично показан на рис. 8 и подтверждается результатами исследований независимыми методами (оптической и растровой электронной микроскопии, микротвердости и др.).

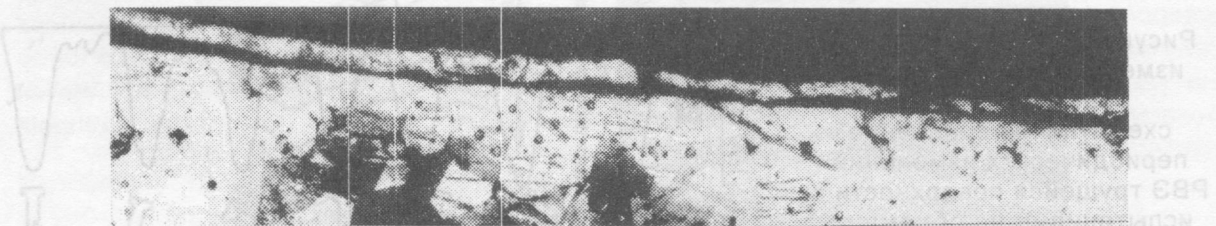


Рисунок 9 – Панорамная микрофотография субмикрокристаллического слоя на поверхности трения Л63 перед разрушением.

Таким образом, исследования показали, что периодические изменения РВЭ являются следствием усталостных процессов, протекающих в относительно толстых (20-100мкм) подповерхностных слоях материалов при трении, т.е., по сути, позволили обнаружить новый вид изнашивания материалов при тяжелых режимах трения. Проведенный анализ периодических изменений РВЭ поверхности трения показал, что они являются воспроизводимыми и незатухающими, следовательно, могут применяться для анализа протекания процессов усталостного разрушения при трении.

Один цикл периодических изменений РВЭ трущейся поверхности соответствует сломанному образцу при классических усталостных испытаниях, а с учетом того, что регистрация РВЭ производится интегрально по дорожке трения, то один цикл периодических изменений соответствует статистически обработанной серии результатов классических испытаний на усталость. Из вышесказанного следует, что поиск корреляции между результатами испытаний на объемную усталость и установленными периодическими изменениями РВЭ при трении может привести к созданию ряда экспрессных методов испытания материалов на объемную усталость [16].

Исследования спектрального состава периодических изменений РВЭ трущейся поверхности (рис.10) позволяет анализировать особенности протекания усталостных процессов в материалах со сложным фазовым составом, что ранее не обеспечивалось при исследованиях как фрикционной, так и объемной усталости. Такой подход может стать принципиально новым направлением в исследованиях усталостного разрушения материалов [17].

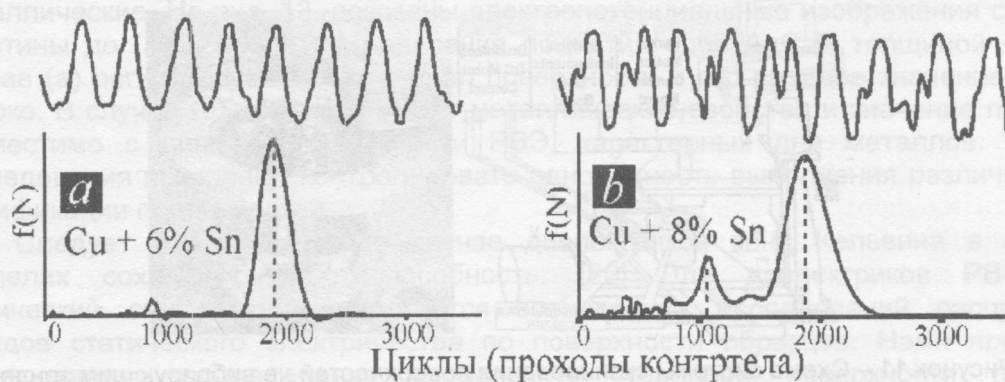


Рисунок 10 – Периодические изменения РВЭ трущейся поверхности и их спектры для однофазной (а) и двухфазной (b) бронзы. В случае двухфазной бронзы наблюдается дополнительный пик, свидетельствующий о работе дополнительного механизма усталостного разрушения.

Таким образом, использование мониторинга РВЭ трущейся поверхности позволило получить ряд новых результатов:

- Исследования РВЭ трущейся поверхности в зависимости от приложенной нагрузки, позволили выявить наличие критических точек, характеризующих переходы от одного вида фрикционного взаимодействия к другому [2; 18].

- Исследования кинетики интегрального значения РВЭ трущейся поверхности позволили выявить наличие периодических изменений свойств трущейся поверхности в установившемся режиме трения и их связь с подповерхностным усталостным разрушением [19].

Более подробно результаты исследований кинетики процессов трения методом КРП описаны в [4].

Визуализации потенциального рельефа поверхностей

Классические зонды КРП для визуализации поверхностей можно разделить на микроскопические (размер зонда менее 1000 мкм) и макроскопические (размер зонда более 1 мм). Они обычно работают по автокомпенсационной схеме. Зонды КРП для нано уровня, т. е. на базе АФМ, обычно основаны на регистрации малых механических отклонений зонда, вызванных электростатическими силами вызванными КРП. Следует отметить, что такая схема измерений была предложена для макро-зондов КРП задолго до появления АФМ.

Дизайн макро-зонда, в общем случае, подобен применяемому для мониторинга поверхности трения (рис.3.). Достаточно легко сделать вибрирующий зонд Кельвина с диаметрами зонда выше 1 мм, потому что емкость измерительного конденсатора

получается достаточно большой и отношения сигнал/шум высоко. Кроме того, пространственное разрешение макро-зонда достаточно для решения широкого круга задач (анализ гомогенности прецизионных поверхностей и покрытий, исследования коррозии и катализа, медико-биологических исследований и т.д.). В случае микро-зонда емкость конденсатора Кельвина намного меньше и сильно зависит от изменений величины зазора при сканировании. Чтобы избежать этого, применяется автоматическая подстройка величины зазора в процессе сканирования, т.е. системы с микро-зондом значительно сложнее.

Для визуализации поверхностей классическим зондом Кельвина и ионизационным зондом применяются трех-координатные механические сканирующие системы, размеры которых определяются экспериментальными требованиями. При этом процесс сканирования может происходить десятки – сотни минут. Для ускорения сканирования разработан НВКРП, который также позволяет применять потоковую первичную компьютерную обработку данных, улучшающую соотношение сигнал/шум.

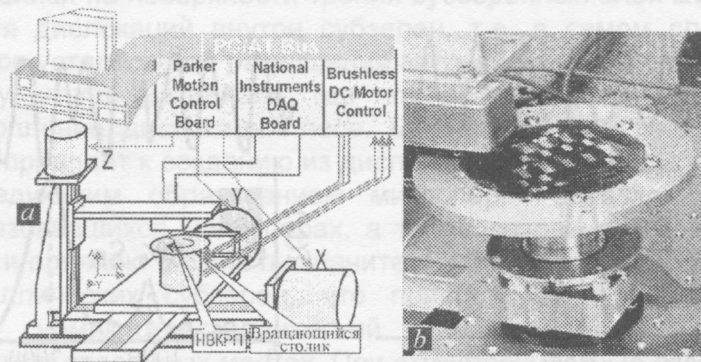


Рисунок 11 – Схема системы сканирования поверхностей не вибрирующим зондом (НВКРП) (а) и фотография зонда и вращающегося столика (b).

При сканировании поверхности не вибрирующим зондом трудно обеспечить достаточно высокую скорость линейного перемещения, поэтому для НВКРП была разработана система перемещения с вращением (рис. 11). Это обеспечило высокую скорость сканирования, например, время сканирования полупроводниковой пластины диаметром 300 мм сократилось до 30 сек.

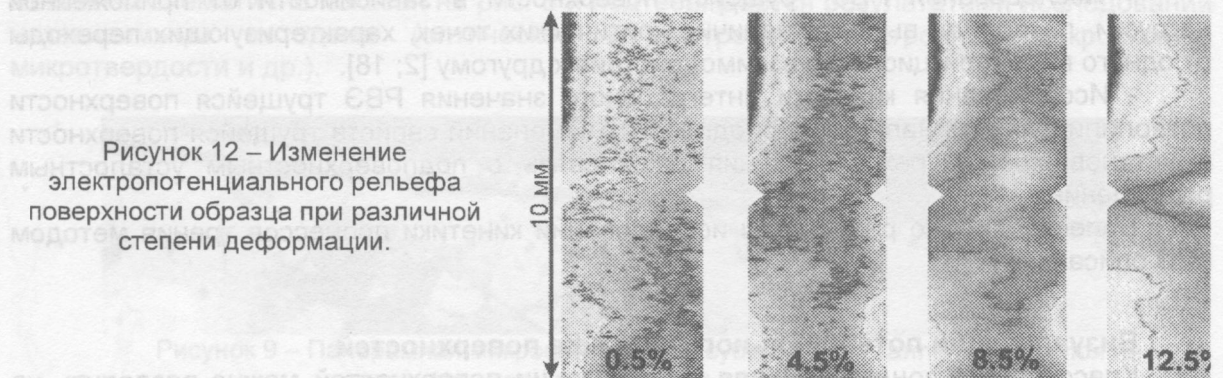


Рисунок 12 – Изменение электростатического рельефа поверхности образца при различной степени деформации.

В дополнение к исследованиям влияния деформации на РВЭ при простых случаях нагружения (рис.1), было проведено сканирование РВЭ боковой поверхности образца при испытаниях на растяжение (рис.12). Из рисунка прослеживается развитие локализации пластической деформации задолго до начала текучести материала и появления трещины.

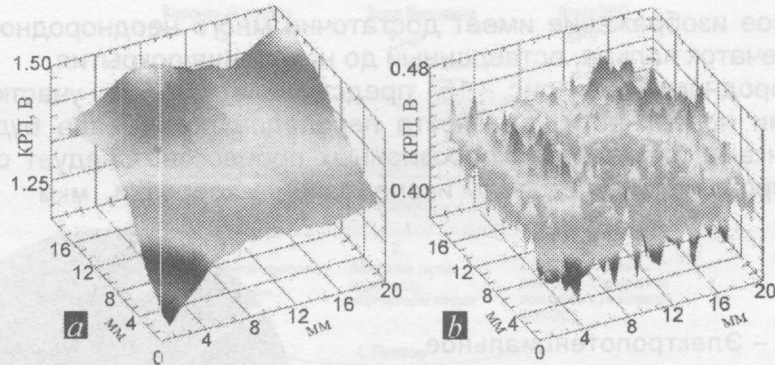


Рисунок 13 – Элеktропотенциальные изображения стеклянной пластины до (a) и после (b) нанесения покрытия, полученные методом КРП.

Сканирующий зонд Кельвина является чувствительным инструментом для изучения однородности прецизионной обработки поверхностей, включая не металлические. На рис. 13, показаны электропотенциальные изображения стеклянной пластины до (a) и после (b) нанесения покрытия слоя AgCaF толщиной ~30 нм. В случае (a) регистрируемый потенциал поверхности и его среднее значение довольно высоко. В случае (b) покрытие имеет металлические свойства и значение потенциала совместимо с диапазоном разности РВЭ, характерных для металлов. Подобные исследования позволяют контролировать однородность выполнения различных видов модификации поверхностей.

Следует отметить, что в случае диэлектриков зонд Кельвина в некоторых пределах сохраняет работоспособность. [20] Для диэлектриков РВЭ теряет физический смысл, однако остается возможность исследований распределение зарядов статического электричества по поверхности образцов. Нами проводились исследования распределения зарядов на торцевой поверхности прутка из фторопласта-4 [21], были обнаружены «сидячие» заряды, соответствующие круговой механической обработке торца прутка (рис. 14). Кипячение образца в деионизованной воде снимало общий уровень заряженности, однако характерные круговые распределения зарядов остались без изменений.

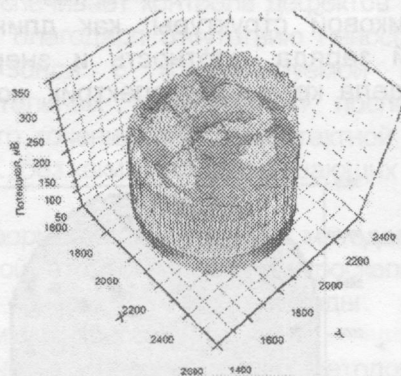


Рисунок 14 – Элеktропотенциальное изображение точеной торцевой поверхности образца из фторопласта-4.

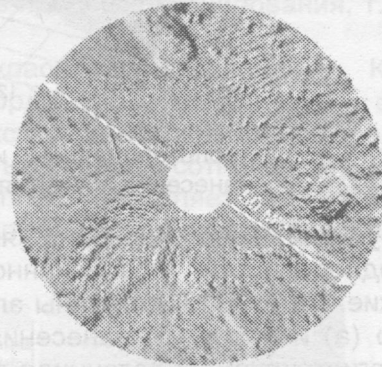
Методы зондовой электрометрии позволили также получить интересные результаты при исследованиях клеевых соединений. На поверхности разрушения клеевых соединений образуется значительный поверхностный потенциал. Чем больше прочность металлополимерного адгезионного соединения, тем выше поверхностный потенциал при его разрушении [22].

Как пример визуализации поверхности с использованием метода не вибрирующего конденсатора (НВКРП) на рис. 15 показан электропотенциальный рельеф полированной, оптически однородной поверхности металлического образца с алмазоподобным покрытием. Несмотря на высокое качество обработки поверхности,

потенциальное изображение имеет достаточно много неоднородностей. В частности, выявлен отпечаток пальца, оставленный до нанесения покрытия.

Неоднородности на рис. 15 представляют собой участки с различными потенциалами поверхности, т.е. места перепадов потенциала будут в дальнейшем являться точками зарождения коррозионных процессов. Следует отметить, что зонд Кельвина широко используется при исследованиях коррозии. мкм

Рисунок 15 – Электропотенциальное изображение оптически однородного полированного образца с нанесенным алмазоподобным покрытием, полученное методом невибрирующего конденсатора (НВКРП). В качестве зонда использовалась швейная игла, диаметром ~ 7 мкм



Благодаря высокой чувствительности к дефектам кристаллической решетки (дислокациям, включениям инородных атомов, механическим напряжениям и др.), сканирующий зонд Кельвина может эффективно применяться для выявления дефектов полупроводниковых пластин, в том числе недоступных другим неразрушающим методам контроля. Визуализация электропотенциального рельефа выполнялась для полупроводниковых пластин диаметром от 10 см до 20 см, взятых на разных стадиях технологического процесса (рис. 16). При этом наличие на поверхности полупроводника диэлектрического слоя не препятствует выполнению контроля, а измерения выполняются при нормальных условиях без какой-либо предварительной подготовки образца [23]. После контроля пластина может быть возвращена в технологический процесс. Использование дополнительных внешних воздействий (оптическим излучением различных длин волн, коронным разрядом, нагревом полупроводниковой пластины) в сочетании с бесконтактными измерениями потенциала поверхности зондом Кельвина обеспечивает количественное определение таких параметров полупроводниковой структуры, как длина диффузии и время жизни неравновесных носителей заряда, плотность и энергетический спектр заряда на ловушках на границе раздела кремний-диэлектрик, концентрация примеси железа в кремнии (рис.17).

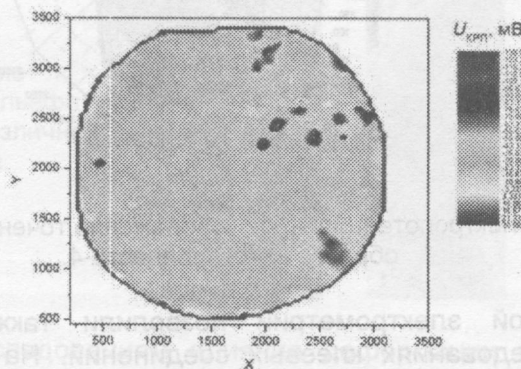


Рисунок 16 – Электропотенциальное изображение полупроводниковой пластины диаметром 15 см со структурой кремний-диэлектрик. Хорошо видны области локализации дефектов.

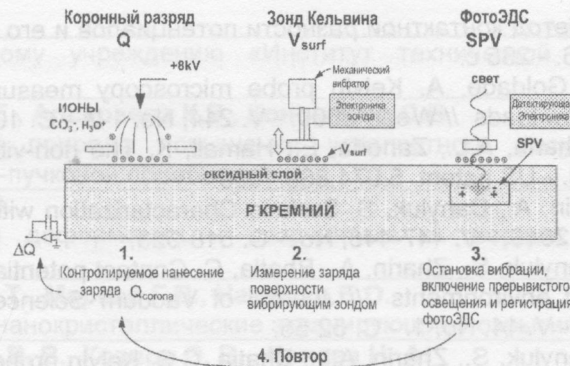


Рисунок 17 – Схема разработанной установки для контроля полупроводниковых пластин зондом Кельвина с возбуждающими воздействиями коронным разрядом и светом.

Заключение

В настоящей работе представлены только фрагментарные сведения о проводимых исследованиях, более подробно результаты изложены в [4; 10; 24]. Кроме анализа поверхностей, зарядочувствительные методы применяются также и для построения сенсоров газовых и жидких сред [25; 26].

Повышение качества обработки поверхности изделий приборостроения, сенсорной техники, машиностроения, микроэлектроники требует разработки и внедрения соответствующих методов неразрушающего контроля и диагностики прецизионных поверхностей, основными критериями качества которых в настоящее время являются высокая выявляемость дефектов, производительность, точность, возможность автоматизации. Пространственная разрешающая способность традиционных методов не обеспечивает контроль микродефектов поверхности после прецизионных операций чистовой обработки и модификации, при которых характерные размеры дефектов составляют менее 1 мкм (порядка длины волны оптического излучения видимого диапазона и менее). Как показали проведенные исследования, использование для контроля дефектов прецизионных поверхностей зондовых электрметрических методов, основанных на выявлении локальных изменений потенциала, имеет ряд существенных преимуществ. Использование зондовых электрметрических методов обеспечивает контроль дефектов как поверхностей металлов, так и неметаллов, в том числе, благодаря отсутствию непосредственного механического контакта электрметрического зонда с контролируемой поверхностью, обеспечена возможность контроля чувствительных поверхностей после операций прецизионной обработки, в частности, алмазного точения, электроконтактной обработки, технологических процессов микроэлектроники и др., без каких-либо разрушающих воздействий на поверхность в процессе исследований.

Следует отметить, что информация, получаемая методами зондовой электрметрии подобна информации, получаемой атомно-силовой микроскопией. Однако, в отличие от атомно-силовой микроскопии, рассмотренные методы применимы к наиболее распространенным в науке и технике макрообъектам.

Еще одной важной особенностью рассмотренных методов, является возможность их использования в качестве встраиваемых сенсоров контроля обработки поверхностей или процессов трения.

Кроме анализа поверхностей, зарядочувствительные методы применяются также и для построения сенсоров газовых и жидких сред [25; 26].

Список литературы:

1. Фоменко, В.С. Эмиссионные свойства материалов. Справочник. - К: Наукова думка., 1970.
2. Жарин, А.Л., Генкин, В.А., Шипица, Н.А. Определение вида контактной деформации по работе выхода электрона. // Трение и износ. - 1990. - Т. 11, № 1. - С. 173 - 175.
3. Жарин, А.Л., Фишбейн, Е.И., Шипица, Н.А. Влияние контактных деформаций на величину работы выхода электрона поверхностей // Трение и износ. - 1995. - Т. 16, № 3. - С. 488 - 504.

4. Жарин, А.Л. Метод контактной разности потенциалов и его применение в трибологии. - Минск: Бестпринт, 1996. - 235 с.
5. Bhushan, B., Goldade, A. Kelvin probe microscopy measurements of surface potential change under wear at low loads // *Wear* -2000. - V. 244, No. 1-2. - С. 104-117.
6. Danyluk, S., Zharin, A.L., Zanoria, E., Hamall, K. The non-vibrating capacitance probe for wear monitoring [Patent]. - US patent 5,974,869.1999.
7. Yang, C., Zharin, A., Danyluk, S. Surface Characterization with an Ionization Probe // *Key Engineering Materials*. - 2010. - V. 447-448, No. - С. 518-523.
8. Zanoria, E., Danyluk, S., Zharin, A., Bhatia, C. Contact potential measurements of hard disk drive surfaces in humid environments // *Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, Films*. - 1996. - V. 14, No. 1. - С. 52-55.
9. Zanoria, E., Danyluk, S., Zharin, A.L., Bhatia, C.S. Kelvin probe measurements of wear of a magnetic hard disk // *Advances in Information Storage Systems*. - 1996. - V. 7, No. - С. 181 - 191.
10. Zharin, A.L. Application Macro- and Micro Kelvin Probe in Tribological Studies. // *Fundamentals of Tribology and Bridging the Gap Between the Macro- and Micro/Nanoscales*. - Netherland: Kluwer Academic Publishers, 2001 - С. 445-466.
11. Жарин, А.Л. Метод непрерывного контроля процессов трения // *Трение и износ*. - 1993. - Т. 14, № 3. - С. 570 - 582.
12. Пантелеев, К.В., Свистун, А.И., Жарин, А.Л. Методы измерений работы выхода электрона для контроля состояния поверхностей в процессе трения // *Приборы и методы измерений*. - 2014. - Т. № 2(9). - С. 107-113.
13. Zharin, A.L., Rigney, D. Application of the Contact Potential Difference Technique for On-Line Rubbing Surface Monitoring (Review) // *Tribology Letters*. - 1998. - V. 4, No. - С. 205 - 213.
14. Жарин, А.Л., Шпенков, Г.П. Устройство для контроля узлов трения. [Patent]: 615379. - А.С. СССР 6153791978.
15. Zharin, A.L., Shpenkov, G.P. Macroscopic effects of delamination wear // *Wear*. - 1979. - V. 56, No. - С. 309 - 313.
16. Zharin, A.L., Shipitsa, N.A. Periodic Surface Destruction under Severe Dry Friction Condition and its Detection by the Kelvin Probe Technique. // *Proc. STLE Annual Meeting -2008*. -Т. №. - С.
17. Жарин, А.Л., Шипица, Н.А., Сарока, Д.И. Определение характеристик усталостного разрушения материалов при трении скольжения. Часть 3. Статистический анализ и физическая интерпретация результатов. // *Трение и износ*. - 2001. - Т. 22, № 6. - С. 638 - 643.
18. Жарин, А.Л. [и др.] Метод экспериментальной оценки работоспособности металлических материалов при трении по работе выхода электрона. // *Рекомендации Р54-312-90*. - МОСКВА: ВНИИНМАШ Госстандарта СССР, 1990 - С. 24.
19. Жарин, А.Л., Генкин, В.А., Роман, О.В. О связи периодических изменений работы выхода электрона трущейся поверхности с усталостным разрушением // *Трение и износ*. - 1986. Т. 7, № 2. - С. 330 - 341.
20. Жарин, А.Л. [и др.] О возможности неразрушающего контроля поверхности диэлектриков методами зондовой электрметрии // *Достижения физики неразрушающего контроля: сб. научн. тр./ под ред. Н.П. Мигуна*. - Т. №. - С. 149-156.
21. Вершина, Г.А., Жарин, А.Л., А.К., Т. Исследование накопления заряда статического электричества на поверхности изделий из фторопласта-4 методом вибрирующего конденсатора // *Наука и техника*. - 2012. - Т. № 1. - С. 26-32.
22. Свириденко, А.И., Жарин, А.Л., Кравцевич, А.В., Тявловский, А.К. Влияние высокодисперсного наполнителя на адгезионные и фрикционные свойства сополимера этилена с винилацетатом // *Трение и износ*. - 2014. -Т. 35, № 4. - С. 401-411.
23. Воробей, Р.И. [и др.] Контроль дефектов структуры кремний-диэлектрик на основе анализа пространственного распределения потенциала по поверхности полу-проводниковых пластин // *Приборы и методы измерений*. - 2013. Т. 7. № 2. - С. 67-72.
24. Zharin, A.L. Contact Potential Difference Techniques As Probing Tools in Tribology and Surface Mapping; ред. B. Bhushan. // *Scanning Probe Microscopy in Nanoscience and Nanotechnology*. - Heidelberg: Springer-Verlag, 2010 - С. 687-720.
25. Danyluk, S., Mess, F., Tereshka, S., Zharin, A.L. Method and Apparatus for Measuring Properties of Weak Electrolytic, Organic Fluids Such as Hydrocarbon-Based Fluids. [Patent]. - US patent 20090026090.
26. Zharin, A.L., Mess, F., Tereshka, S., Danyluk, S. Measurement of Electrical DC response Between Dissimilar Metals Immersed in Lubricating Oils. // *Proc. STLE Annual Meeting*. - 2008. - Т. №. - С.