

ПРИМЕНЕНИЕ МЕТОДОВ ЗОНДОВОЙ ЭЛЕКТРОМЕТРИИ ДЛЯ НЕРАЗРУШАЮЩЕГО КОНТРОЛЯ ПОВЕРХНОСТЕЙ ПОСЛЕ ВЫСОКОЭНЕРГЕТИЧЕСКОГО ВОЗДЕЙСТВИЯ

А.Л. Жарин, А.К. Тявловский, К.В. Пантелеев
Белорусский национальный технический университет
nilpt@tut.by

Зонд Кельвина, работа выхода, дефекты поверхности, неразрушающий контроль, сканирование

В основу неразрушающего контроля поверхностей после высокоэнергетического воздействия методами зондовой электрометрии положена регистрация вызванных воздействием изменений работы выхода электрона и ее пространственного распределения. Измерения выполняются на основе метода сканирующего зонда Кельвина с последующей визуализацией результатов сканирования и их статистической обработкой. В качестве количественного показателя величины воздействия предлагается использовать смещение центра распределения значений работы выхода электрона до и после воздействия, а в качестве показателя гомогенности поверхности – полуширину гистограммы распределения.

Введение

Работа выхода электрона (РВЭ) является одной из фундаментальных характеристик вещества в конденсированном состоянии. На значение РВЭ оказывают влияние такие факторы, как химический состав поверхности, дефекты кристаллической решетки, адсорбция веществ из окружающей атмосферы и т.д. [1]. Высокая чувствительность данного параметра к состоянию поверхности определяет интерес к использованию РВЭ для характеристики поверхности металла после плазменной обработки. В то же время, большинство методов измерения РВЭ, такие как ультрафиолетовая фотоэлектронная спектроскопия, позволяют получить информацию только о наименьшем значении РВЭ в пределах исследуемой области, что при наличии значительных неоднородностей в распределении РВЭ дает неадекватно заниженную оценку характеристик поверхности. Метод Кельвина-Зисмана, основанный на измерении контактной разности потенциалов (КРП) между электрометрическим зондом (зондом Кельвина) и исследуемой поверхностью характеризуется аппаратным усреднением значений сигнала в пределах исследуемого участка, обеспечивая таким образом более объективную характеристику поверхности. Значения РВЭ, получаемые по методу Кельвина-Зисмана, являются не абсолютными, а относительными, что может затруднить их обработку и интерпретацию. В проведенных экспериментах и научной литературе [2] отмечается различие

результатов измерения РВЭ, полученных с использованием разных зондов или одним зондом, но в разное время, что, в частности, может быть объяснено влиянием адсорбции различных веществ (в частности, паров воды) из воздуха на поверхности как образца, так и самого зонда. В то же время, тренды изменения КРП в процессе воздействия на поверхность образца демонстрируют хорошую корреляцию с электрическими характеристиками поверхности (в частности, поверхностной проводимостью), тогда как значения РВЭ, полученные методом ультрафиолетовой фотоэлектронной спектроскопии такой корреляции не показывают. Таким образом, с практической точки зрения измерения РВЭ по методу Кельвина-Зисмана имеют большую диагностическую ценность, чем прямые измерения РВЭ, однако интерпретация полученных результатов представляет сложную задачу, нерешенность которой до настоящего времени сдерживает применение данного метода.

Методы исследования

Структурная схема измерительного преобразователя, использовавшегося в настоящем исследовании, показана на рисунке 1. Преобразователь реализует метод вибрирующего конденсатора (метод Кельвина-Зисмана). Электрометрический зонд Кельвина и поверхность исследуемого образца разделены небольшим воздушным зазором, формируя две обкладки измерительного конденсатора. Вследствие разности значений РВЭ зонда φ_p и находящегося напротив зонда участка поверхности образца φ_s в условиях термодинамического равновесия, обеспечиваемого обменом электронами через внешнюю электрическую цепь, между обкладками конденсатора установится разность потенциалов, численно равная

$$U_C = \frac{\varphi_p - \varphi_s}{e}, \quad (1)$$

где e – элементарный заряд (заряд электрона).

Данную величину называют контактной разностью потенциалов [3].

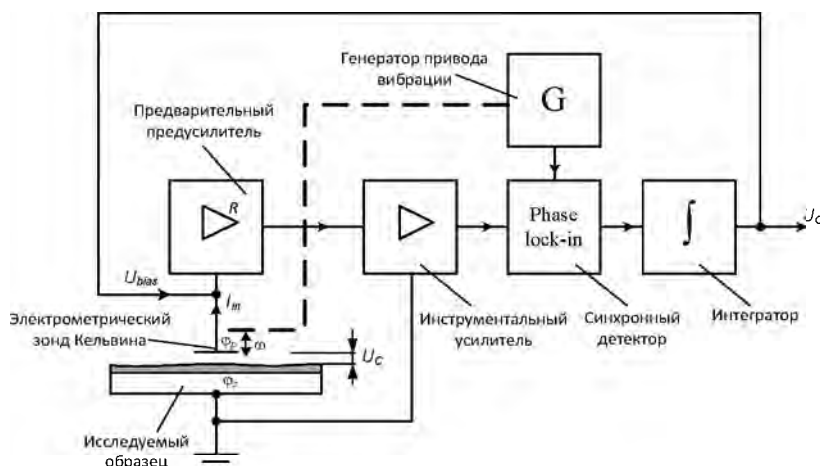


Рисунок 1 – Структурная схема зондового электрометрического преобразователя.

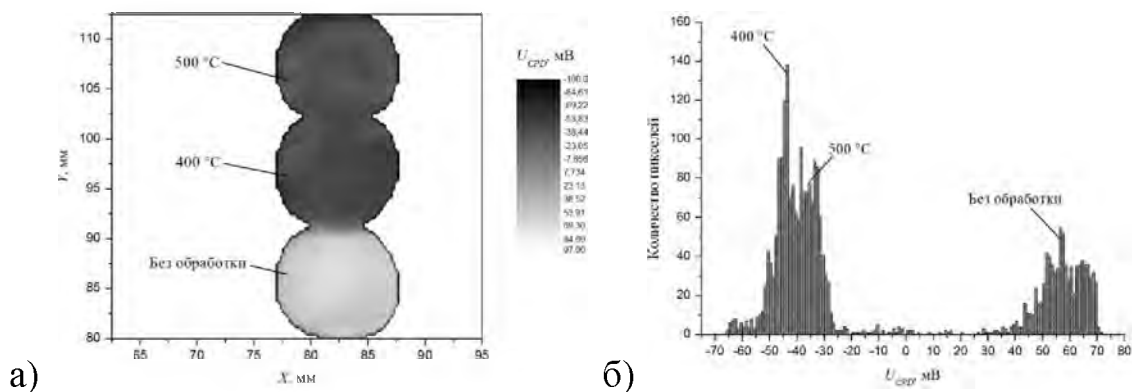
Электрометрический зонд вибрирует с частотой ω , что приводит к модуляции емкости измерительного конденсатора и возникновению в цепи зонда переменного тока i_{in} . Преобразователь реализует компенсационную схему измерения, при которой за счет работы показанной на схеме цепи отрицательной обратной связи на вибрирующий зонд подается компенсирующее напряжение смещения U_{bias} . Нулевое значение амплитуды переменного тока в цепи зонда, детектируемой синхронным детектором, достигается при условии $U_{bias} = -U_C$, таким образом, выходной сигнал измерительного преобразователя U_O непосредственно определяется значением РВЭ контролируемого участка поверхности образца ϕ_s . При этом, в соответствии с выражением (1), увеличению КРП U_C соответствует уменьшение РВЭ ϕ_s и наоборот, что необходимо учитывать при интерпретации результатов измерений [4].

Как правило, модифицированные высокоэнергетическим воздействием поверхности металлов состоят из набора областей с различной кристаллографической ориентацией, кроме того, на поверхности могут присутствовать различные дефекты. Это снижает воспроизводимость результатов измерений, выполняемых в отдельных точках образца. Для уменьшения связанной с этим случайной погрешности измерений разработанная методика [5] предусматривает сканирование всей поверхности образца электрометрическим зондом сравнительно малых размеров (в данном исследовании использовался зонд диаметром 0,8 мм) с последующей визуализацией распределения РВЭ по поверхности образца и расчетом его статистических характеристик. Для оценки статистических характеристик распределения РВЭ использовались гистограммы распределения значений РВЭ на визуализированном изображении, по которым определялись центр и полуширина распределения, а также среднее квадратическое отклонение результатов измерений.

Результаты и обсуждение

С учетом неопределенности значений РВЭ зонда ϕ_p , наиболее целесообразным является анализ откликов выходного сигнала преобразователя на манипуляции, производимые над образцом, для чего измерения РВЭ должны выполняться дважды: до и после модифицирующего воздействия. Показателем интенсивности и однородности воздействия при этом служат изменения статистических характеристик распределения РВЭ поверхности, а именно математического ожидания (центра распределения) и полуширины распределения результатов измерений по всей анализируемой площади поверхности. Поскольку смещение центра распределения результатов измерений возможно не только за счет изменения свойств самой модифицированной поверхности, но и при изменении параметров

окружающей среды, адсорбции / десорбции различных веществ из воздуха на поверхности чувствительного элемента и др., для уменьшения неоднозначности в интерпретации результатов измерений необходимо минимизировать временной интервал между двумя процедурами контроля, т.е. выполнять исследования непосредственно перед и непосредственно после модифицирующего воздействия. Фактически, как показали экспериментальные исследования, результаты измерений РВЭ поверхности по методу Кельвина-Зисмана, полученные в течение интервала времени не более 8 часов, являются сопоставимыми (смещение центра распределения результатов измерений находится в пределах допустимой погрешности измерений). Более удобным для последующего анализа является использование контрольных (не подвергавшихся модифицирующему воздействию) образцов в одном сканировании с образцами после такого воздействия. В этом случае в процессе сканирования происходит «самоэталонирование» измерительного преобразователя, выражающееся в наличии на гистограмме распределения РВЭ двух центров распределения, соответствующих модифицированной и немодифицированной поверхности. Расстояние между центрами распределения составляет величину изменения РВЭ, внесенного модифицирующим воздействием. В качестве иллюстрации данного подхода на рисунке 2 (а) показаны результаты визуализации пространственного распределения РВЭ трех образцов из стали X18H10T, два из которых были подвергнуты воздействию плазмой с температурой 400 °С и 500 °С, а третий оставлен в качестве контрольного. Из приведенной на рисунке 2(б) гистограммы распределения видно, что воздействие плазмой с температурой 400 °С вызывает смещение центра распределения результатов измерений приблизительно на минус 100 мВ, т.е. увеличение РВЭ на 100 мВ, что составляет значительную величину для металлов. Увеличение температуры плазмы до 500 °С привело не к дальнейшему увеличению, а к некоторому снижению значений РВЭ. При этом полуширина гистограммы распределения существенно не изменилась, что позволяет говорить о равной степени дефектности поверхности до и после воздействия. Аналогичные исследования образцов и хромистых сталей 40Х и 40Х13 также показали значительный рост РВЭ после воздействия низкотемпературной плазмой без существенного увеличения степени дефектности, однако в этом случае повышение температуры плазмы до 500 °С сопровождалось увеличением РВЭ на 10...15 мВ. Данные, полученные в экспериментах с материалами после различных методов упрочнения, демонстрируют наличие корреляции между величиной упрочнения поверхности и изменением РВЭ [6]. Благодаря простоте реализации и наглядности результатов контроля, методы зондовой электрометрии могут использоваться для оптимизации параметров воздействия по критерию достижения максимальных значений РВЭ.



- а) визуализированное изображение пространственного распределения РВЭ;
 б) гистограмма распределения.

Рисунок 2 – Результаты контроля изменений РВЭ стали X18H10T при воздействии низкотемпературной плазмой.

Выводы

Методы зондовой электрометрии, в частности, метод Кельвина-Зисмана, реализуемый в сканирующем режиме, могут применяться для контроля изменений работы выхода электрона поверхности после модифицирующего воздействия низкотемпературной плазмой. Данные методы являются неразрушающими и не требуют непосредственного контакта электрометрического зонда с поверхностью образца. Условия окружающей среды за время сканирования поверхности образца, как правило, не успевают существенно измениться, что позволяет считать РВЭ зонда Кельвина константой для данного конкретного сканирования, хотя ее истинная величина и неизвестна. Результаты сканирования могут использоваться для анализа топологии распределения РВЭ по поверхности образца и выявления локальных неоднородностей РВЭ, а результаты статистической обработки пространственного распределения значений РВЭ – использоваться для количественного сопоставления характеристик поверхности после различных этапов обработки, в том числе в целях оптимизации параметров воздействия.

Литература

1. Henrich, V.E. The surface science of metal oxides / V.E. Henrich, P.A. Cox. – Cambridge Univ. Press: Cambridge, 1994. – 464 p.
2. Kim, J. S. Kelvin probe and ultraviolet photoemission measurements of indium tin oxide work function: a comparison / J.S. Kim [et al.] // Synthetic Metals. – 2000. – № 111-112. – P. 311-314.
3. Surplice, N.A. A critique of the Kelvin method of measuring work functions / N.A. Surplice, R.J. D'Arcy // Journal of Physics E: Scientific Instruments. – 1970. – Vol. 3. – P. 477-482.
4. Тявловский, А.К. Моделирование метрологических характеристик емкостных первичных преобразователей средств зондовой

- электрометрии / А.К. Тявловский, О.К. Гусев, А.Л. Жарин // Приборы и методы измерений. – 2011. – № 1(2). – С. 122-127.
5. Tyavlovsky, A.K. System for the potential map of metal and semiconductor surfaces monitoring / A.K. Tyavlovsky, A.L. Zharin // Pomiary, Automatyka, Komputery w gospodarce i ochronie srodowiska. – 2010. – № 1. – p. 24-27.
 6. Tyavlovsky, A.K. Change in electronic work function of iron-carbon alloys under their exposure to periodic pulse magnetic field / A.K. Tyavlovsky, A.L. Zharin, L.V. Bislyuk, A.G. Anisovich, V.V. Azharonok // 6th International conference on materials science and condensed matter physics (September 11-14, 2012). Abstracts. – Chisinau, 2012. – P. 227.