

УДК 620.16

Анализ дефектов поверхности исходных подложек алюминия и его сплавов методом сканирующего зонда Кельвина

Тявловский А.К.¹, Жарин А.Л.¹, Гусев О.К.¹, Воробей Р.И.¹, Мухуров Н.И.², Шаронов Г.В.³, Пантелеев К.В.¹

¹Белорусский национальный технический университет,
пр. Независимости, 65, г. Минск 220013, Беларусь

²Государственное научно-производственное объединение «Оптика, оптоэлектроника и лазерная техника»,
пр. Независимости, 68, г. Минск 220072, Беларусь

³Институт физики им. Б.И. Степанова НАН Беларуси,
пр. Независимости, 68, г. Минск 220072, Беларусь

Поступила 12.01.2016

Принята к печати 14.02.2017

В настоящее время использование методов зондовой электрометрии в неразрушающем контроле сдерживается сложностью интерпретации результатов измерений, что связано с многофакторностью измерительного сигнала, зависящего от большого количества параметров физико-химического состояния поверхности: отклонений химического состава, механических напряжений, дислокаций, кристаллографической ориентации поверхности и др. Целью исследования являлось применение методов зондовой электрометрии для неразрушающего контроля и анализа дефектов прецизионных металлических поверхностей, полученных различными видами обработки.

Методика экспериментальных исследований включала в себя построение визуализированного изображения пространственного распределения контактной разности потенциалов (КРП) по поверхности образцов методом сканирующего зонда Кельвина, построение гистограммы распределения значений КРП и определение статистических характеристик распределения, таких как математическое ожидание значений КРП и полуширина гистограммы распределения (для каждой моды при многомодальном распределении).

Исследовано пространственное распределение КРП исходных подложек из алюминия А99 и сплава АМГ-2 после обработки поверхностей электрохимической полировкой и алмазным наноточением, а также после формирования на подготовленной поверхности слоя специфического наноструктурированного оксида алюминия толщиной 30 мкм. Более высоким качеством обладают поверхности, характеризующиеся меньшей полушириной гистограммы распределения. Наибольшей механической прочностью и в целом лучшими механическими свойствами при прочих равных условиях обладают поверхности с наиболее низкими значениями контактной разности потенциалов, что соответствует наибольшим значениями работы выхода электрона и поверхностной энергии. Наличие второй моды в гистограмме распределения значений контактной разности потенциалов указывает на наличие значимых по площади дефектных областей на соответствующей поверхности образца.

Экспериментально показано, что анализ визуализированных изображений пространственного распределения КРП с использованием данных критериев позволяет выявлять и характеризовать такие дефекты, как места концентрации остаточных механических напряжений, участки с пониженной микротвердостью поверхности, загрязнения, коррозионные дефекты. Тем самым обеспечивается возможность оперативного неразрушающего контроля и диагностики функциональных характеристик прецизионных поверхностей металлов, в частности, исходных подложек для изготовления чувствительных элементов устройств сенсорики.

Ключевые слова: поверхность, дефект, алюминий, зонд Кельвина, контактная разность потенциалов.

DOI: 10.21122/2220-9506-2017-8-1-61-72

Адрес для переписки:

Тявловский А.К.
Белорусский национальный технический университет,
пр. Независимости, 65, г. Минск 220013, Беларусь
e-mail: tyavlovsky@bntu.by

Address for correspondence:

Tyavlovsky A.K.
Belarusian National Technical University,
Nezavisimosty Ave., 65, Minsk 220013, Belarus
e-mail: tyavlovsky@bntu.by

Для цитирования:

Тявловский А.К., Жарин А.Л., Гусев О.К., Воробей Р.И., Мухуров Н.И., Шаронов Г.В., Пантелеев К.В.

Анализ дефектов поверхности исходных подложек алюминия и его сплавов методом сканирующего зонда Кельвина.

Приборы и методы измерений.

2017. – Т. 8, № 1. – С. 61–72.

DOI: 10.21122/2220-9506-2017-8-1-61-72

For citation:

Tyavlovsky A.K., Zharin A.L., Gusev O.K., Varabei R.I., Muhurov N.I., Sharonov G.V., Pantsialeu K.U.

[Analysis of surface defects of aluminum and its alloys with a scanning Kelvin probe].

Pribory i metody izmerenii [Devices and Methods of Measurements].

2017, vol. 8, no. 1, pp. 61–72 (in Russian).

DOI: 10.21122/2220-9506-2017-8-1-61-72

Analysis of surface defects of aluminum and its alloys with a scanning Kelvin probe

Tyavlovsky A.K.¹, Zharin A.L.¹, Gusev O.K.¹, Varabei R.I.¹, Muhurov N.I.², Sharonov G.V.³, Pantsialeu K.U.¹

¹Belarusian National Technical University,
Nezavisimosty Ave., 65, Minsk 220013, Belarus

²State Scientific and Production Amalgamation «Optics, Optoelectronics and Laser Technology»,
Nezavisimosty Ave., 68, Minsk 220072, Belarus

³Institute of Physics of the National Academy of Science of Belarus,
Nezavisimosty Ave., 68, Minsk 220072, Belarus

Received 12.01.2016

Accepted for publication 14.02.2017

Abstract

Currently, the use of probe electrometry in non-destructive testing is constrained by the complexity of measurement results interpretation. An output signal of electrometric probe depends on a number of physical and chemical parameters of surface including chemical composition variations, stresses, dislocations, crystallographic orientation of a surface, etc. The study aims to the use of probe electrometry methods for non-destructive testing and analysis of precision metal surfaces' defects after different treatment or processing.

Control of surface defects of aluminum and its alloys was performed with a scanning Kelvin probe technique. The results of scanning were plotted in a form of contact potential difference (CPD) distribution map. Additionally, a histogram of CPD values distribution and statistical characteristics including the expectation of CPD mean value and histogram half-width were calculated either for the whole distribution or for each individual mode in a case of multimodal distribution.

The spatial CPD distribution of A99 aluminum and AMG-2 alloy surfaces after electrochemical polishing and diamond finishing was studied. An additional study was held for AMG-2 surface after the formation of 30 microns thick specific nanostructured alumina oxide surface layer. Higher quality surfaces have characterized as more homogeneous distribution of the physical properties (at half-width distribution histogram). Surfaces with higher mechanical strength and overall better mechanical properties found to have lower CPD values that correspond to higher electron work function and surface energy. The presence of the second mode in the CPD distribution histogram indicates the significant proportion of defect areas on the sample surface.

Analysis of visualized CPD distribution maps using defined criteria allows detecting and characterizing such defects as residual stress areas, areas with reduced microhardness, surface contamination spots, corrosion defects. This provides the possibility of rapid nondestructive testing and diagnostic of precision metal surfaces, in particular the starting substrates for sensitive elements and sensory devices manufacture.

Keywords: surface, defect, aluminum, Kelvin probe, contact potential difference.

DOI: 10.21122/2220-9506-2017-8-1-61-72

Адрес для переписки:

Тявловский А.К.
Белорусский национальный технический университет,
пр. Независимости, 65, г. Минск 220013, Беларусь
e-mail: tyavlovsky@bntu.by

Address for correspondence:

Tyavlovsky A.K.
Belarusian National Technical University,
Nezavisimosty Ave., 65, Minsk 220013, Belarus
e-mail: tyavlovsky@bntu.by

Для цитирования:

Тявловский А.К., Жарин А.Л., Гусев О.К., Воробей Р.И., Мухуров Н.И., Шаронов Г.В., Пантелеев К.В.

Анализ дефектов поверхности исходных подложек алюминия и его сплавов методом сканирующего зонда Кельвина

Приборы и методы измерений.

2017. – Т. 8, № 1. – С. 61–72.

DOI: 10.21122/2220-9506-2017-8-1-61-72

For citation:

Tyavlovsky A.K., Zharin A.L., Gusev O.K., Varabei R.I., Muhurov N.I., Sharonov G.V., Pantsialeu K.U.

[Analysis of surface defects of aluminum and its alloys with a scanning Kelvin probe].

Pribory i metody izmerenii [Devices and Methods of Measurements].

2017, vol. 8, no. 1, pp. 61–72 (in Russian).

DOI: 10.21122/2220-9506-2017-8-1-61-72

Введение

Развитие технологий обработки поверхностей, связанное, в частности, с разработкой новых методов поверхностного упрочнения (ионно-лучевое азотирование и др.), формирования наноструктурированных покрытий и других способов придания поверхности заданных функциональных свойств, требует создания и внедрения новых методов неразрушающего контроля, отличающихся высокой чувствительностью и нетребовательностью к условиям окружающей среды. Данным требованиям хорошо соответствуют методы зондовой электрометрии, основанные на измерении контактной разности потенциалов (КРП) поверхности с помощью бесконтактного зонда Кельвина [1]. Толщина слоя материала, в пределах которого происходит формирование измерительного сигнала зонда Кельвина, определяется Дебаевской длиной экранирования, составляющей для металлов несколько атомных слоев. Это обеспечивает возможность контроля поверхностных слоев наноразмерной толщины независимо от параметров основного материала. В то же время наличие на поверхности тонкого диэлектрического слоя (в виде защитного покрытия или естественного окисла) не сказывается на результатах измерений вследствие большой, много больше толщины покрытия, Дебаевской длины экранирования для диэлектриков. Измерения методом Кельвина–Зисмана могут производиться как в вакуумной камере, так и при нормальных условиях, при этом в обоих случаях физический контакт зонда с поверхностью образца и какие-либо энергетические воздействия на поверхность отсутствуют, что гарантирует сохранность последней.

В настоящее время использование методов зондовой электрометрии в неразрушающем контроле сдерживается сложностью интерпретации результатов измерений. Измеряемой величиной для зонда Кельвина является КРП, определяемая разностью значений работы выхода электрона (РВЭ) поверхностей образца и зонда и зависящая от целого ряда факторов физико-химического состояния поверхности: отклонений химического состава, механических напряжений, дислокаций, кристаллографической ориентации поверхности и др. При этом во многих случаях качество поверхности элементов и изделий, относящихся к прецизионным (чувствительных элементов сенсорных устройств, оптических поверхностей,

изделий прецизионной механики и микромеханики) в общем виде можно свести к характеристикам чистоты и однородности распределения электрофизических свойств по поверхности. Исследование однородности распределения электрофизических свойств может быть осуществлено за счет использования сканирующего режима зонда Кельвина, при этом в качестве эталона для калибровки чувствительного элемента используется сама исследуемая поверхность образца, что устраняет проблему отсутствия априорной информации о значении РВЭ поверхности зонда.

Объектом настоящего исследования являлись прецизионные поверхности исходных подложек из алюминия А99 и сплава АМГ-2, применяемых для изготовления чувствительных элементов сенсорных устройств. Высокая чистота и чувствительность поверхности, предназначенной для последующего формирования наноструктурированного покрытия, исключает применение контактных методов контроля. В то же время для оптимизации технологических режимов обработки в соответствии с функциональными назначениями формируемых приборов и устройств большое значение имеет выявление и распознавание дефектов поверхности, создаваемых на каждом этапе технологической обработки.

Целью исследования являлось применение методов зондовой электрометрии для неразрушающего контроля и анализа дефектов прецизионных металлических поверхностей, полученных различными видами обработки. Задачи исследования включали обоснование критериев классификации дефектов, выполнение экспериментальных исследований пространственного распределения электрофизических свойств прецизионных металлических поверхностей на разных стадиях технологической обработки и сопоставительный анализ результатов визуализации распределения электрофизических свойств с учетом априорной информации о возможности присутствия дефектов определенного типа.

Методика исследований

Ранние теоретические модели влияния деформированного состояния металла на РВЭ поверхности рассматривали изменения данных параметров как следствие изменения длины и угла межатомных связей вследствие изменения объема и плотности атомных кластеров под нагрузкой [2]. Согласно этим моделям, РВЭ ф поверхности

металла может рассматриваться как сумма двух слагаемых:

$$\varphi = -(\mu + e\psi_s), \quad (1)$$

где μ – электрохимический потенциал; e – элементарный заряд (заряд электрона); ψ_s – поверхностный потенциал.

Электрохимический потенциал электронов в напряженной зоне понижается, вследствие чего электроны из окрестности перемещаются в данную область под действием градиента потенциалов. Таким образом, для одновалентного металла знак потенциала (изменения РВЭ, регистрируемого по изменению КРП) напряженной зоны должен оказаться отрицательным, а величина изменения КРП может составлять до 0,8 В при относительной деформации 10 % [2]. Данная величина для реальных металлов находится в области пластических деформаций. Для области упругих деформаций кристаллической структуры металла подобные расчеты были выполнены на основе самосогласующегося метода Кона-Шама [3, 4]. Согласно приводимым в литературе данным теоретического моделирования, изменение потенциала в области упругих деформаций для чистого алюминия в кристаллографической плоскости (111) достигает минус 0,1 В при растяжении и 0,1 В при сжатии [3]. Изменения электрического потенциала поверхности при упругих деформациях следует отнести на счет изменения второго слагаемого в базовом выражении (1), вызванного изменением длины межатомных связей, тогда как изменение положения уровня Ферми, как показали результаты моделирования, при деформациях незначительно.

В современной научной литературе приводятся также результаты экспериментальных измерений РВЭ поверхности металлов и ее изменений, вызванных механическими напряжениями [4–6]. В частности, показано, что знакопеременное нагружение образцов из алюминия и титана приводит к понижению значений РВЭ в области концентрации напряжений. Минимум значений РВЭ достигается непосредственно перед разрушением образца. Характерно, что уменьшение значений РВЭ наблюдалось также на стороне образца, противоположной той, на которой формировалась первичная трещина. Можно высказать предположение, что наблюдаемые изменения РВЭ связаны как с увеличением количества дислокаций, так и с формированием новых поверхностей в процессе разрушения об-

разца, связанного с развитием трещины. В случае упругих и пластических деформаций доступные экспериментальные данные подтверждают небольшое изменение величины РВЭ с поверхности алюминия при его нагружении, составляющее приблизительно 0,08 эВ при относительном удлинении 6 % (область пластической деформации), что в рамках существующих моделей может быть объяснено формированием дефектов и вакансий внутри зерен металла [5]. Различными исследователями независимо показано, что упругие деформации растяжения приводят к уменьшению регистрируемых значений РВЭ, тогда как упругие деформации сжатия – напротив, к ее росту [6]. С другой стороны, в области пластической деформации имеет место уменьшение значений РВЭ как при растяжении, так и при сжатии, причем величина уменьшения находится в пределах 0,18–0,2 эВ, что соответствует увеличению регистрируемых значений КРП на 180–200 мВ [6].

Изменения КРП могут быть также связаны с переносом вещества на поверхность металла. Адсорбция атомов или молекул на поверхности сопровождается переносом заряда между адсорбатом и субстратом, что приводит к модификации поверхностного двойного слоя. Следствием этого является изменение поверхностного потенциала на некоторую величину $\Delta\psi_s$ и соответствующее изменение внешней РВЭ. В первом приближении модель поверхностного двойного слоя можно представить моделью плоского конденсатора. В этом случае изменение поверхностного потенциала $\Delta\psi_s$ может быть выражено через характеристики поверхностного двойного слоя как [2]:

$$\Delta\psi_s = \frac{n_{ad}}{\epsilon_0 \epsilon_r} \cdot p \cdot n, \quad (2)$$

где n_{ad} – поверхностная плотность адсорбированных молекул; p – дипольный момент; n – единичный нормальный вектор, перпендикулярный поверхности; ϵ_0 – диэлектрическая постоянная; ϵ_r – удельная диэлектрическая проницаемость вакуума, равная 1.

Дипольный момент определяется как:

$$\vec{p} = \delta q \cdot \vec{r}, \quad (3)$$

где δq – частичный заряд, соответствующий количественной величине переноса заряда между адсорбатом и субстратом; $\vec{r}$ – вектор, определяющий ориентацию и длину связи между адсорбатом и атомом субстрата.

Из (1) следует, что изменение КРП численно равно изменению РВЭ, взятому с обратным знаком:

$$\Delta\varphi = -\Delta\psi_s. \quad (4)$$

Величина и знак $\Delta\varphi$ зависят от значения электроотрицательности χ адсорбируемых молекул и от ориентации поверхностных диполей. Если электроотрицательность адсорбата χ_{ad} выше, чем электроотрицательность субстрата χ_{sub} , последний будет притягивать электроны, что приведет к понижению поверхностного потенциала и, соответственно, увеличению РВЭ ($\Delta\varphi > 0$). При обратном соотношении ($\chi_{ad} < \chi_{sub}$) поверхностный потенциал будет возрастать, что приведет к уменьшению РВЭ ($\Delta\varphi < 0$). Соотношение значений электроотрицательности χ_{ad} и χ_{sub} определяет величину участвующего в обмене частичного заряда δq .

Таким образом, изменение физико-химических и механических параметров поверхности металлов отражается в соответствующем изменении РВЭ. Регистрация данных изменений в настоящем исследовании осуществлялась с помощью измерительного преобразователя (зонда Кельвина), реализующего сканирующий режим измерения. В основу работы преобразователя положен метод измерения КРП, известный как метод Кельвина–Зисмана.

Для измерительного преобразователя, реализующего метод Кельвина–Зисмана, КРП определяется разностью значений РВЭ контролируемого участка поверхности φ_1 и зонда φ_2 :

$$U_{CPD} = \frac{\varphi_2 - \varphi_1}{e}, \quad (5)$$

где e – элементарный заряд (заряд электрона).

С учетом того, что РВЭ зонда φ_2 при измерениях является величиной постоянной, пространственное распределение КРП U_{CPD} по поверхности образца соответствует распределению значений РВЭ поверхности образца φ_1 , отражающему неоднородность физико-химических свойств поверхности и распределение ее дефектов. При измерениях по методу Кельвина–Зисмана полностью отсутствуют воздействия на объект исследования.

Методика экспериментальных исследований включала в себя построение визуализированного изображения пространственного распределения КРП по поверхности образцов на основании результатов сканирования, построение гистограмм

мы распределения значений КРП и определение статистических характеристик распределения, таких как математическое ожидание значений КРП и полуширина гистограммы распределения (для каждой моды при многомодальном распределении).

Результаты и обсуждение

На рисунках 1а и б приведены результаты визуализации пространственного распределения КРП верхней и нижней поверхности исходной пластины из алюминия А99, не подвергавшейся какой-либо обработке. На визуализированном изображении хорошо прослеживаются многочисленные дефектные области, ассоциируемые как со следами загрязнений поверхности (участки с повышенными значениями КРП), так и с неоднородностью механических свойств поверхности, в частности шероховатости. Качество верхней поверхности исследованного образца значительно ниже, чем качество нижней, что наглядно видно в том числе и по разной ширине гистограмм распределения значений КРП, приведенных на рисунках 1с и d соответственно.

Электрохимическая полировка поверхности обеспечила повышение качества обеих (верхней и нижней) поверхностей исходной пластины А99 по параметрам однородности распределения электрофизических свойств поверхности, что наглядно видно из рисунка 2. Вместе с тем карты распределения КРП показывают определенную неравномерность процесса электрохимической полировки, о чем свидетельствует плавное изменение значений КРП от верхнего к нижнему краю пластины на рисунках 2а и б. Помимо этого, на картах распределения КРП наблюдаются и отдельные точечные дефекты электрохимической обработки.

На рисунке 3 приведены карты распределения КРП верхней и нижней поверхности исходной пластины из сплава АМГ-2. Можно видеть, что обе поверхности исходного образца также характеризуются многочисленными дефектами, однако характер их распределения иной, чем у образца из чистого алюминия А99. Обращают на себя внимание резко повышенные (на 100 мВ и более по сравнению с математическим ожиданием для центральных областей пластины) значения КРП кромки образца, что, очевидно, может быть отнесено на счет остаточных механических напряжений от технологических операций, связанных с первичным формообразованием образца.

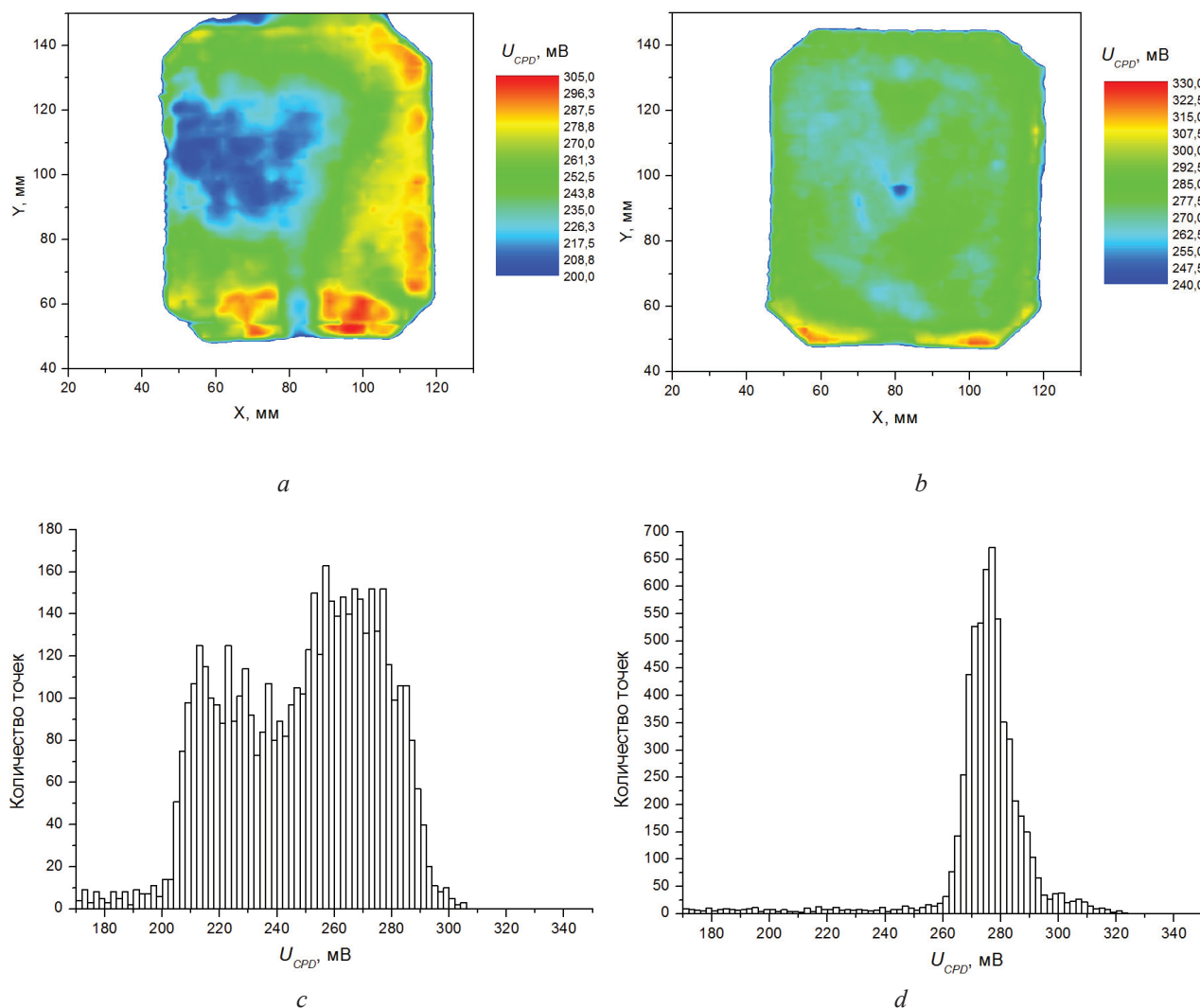
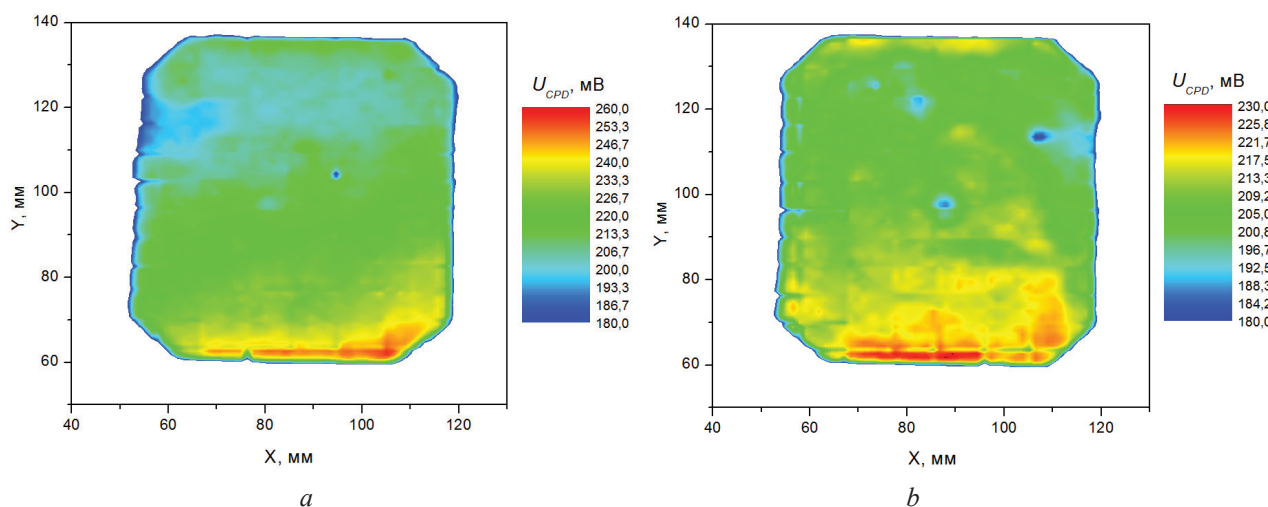


Рисунок 1 – Карты распределения контактной разности потенциалов (*a* – верхней поверхности; *b* – нижней поверхности) и гистограммы распределения значений контактной разности потенциалов (*c* – верхней поверхности; *d* – нижней поверхности) исходной пластины А99 без обработки

Figure 1 – Contact potential difference distribution maps (*a* – upper surface; *b* – lower surface) and contact potential difference distribution histograms (*c* – upper surface; *d* – lower surface) of A99 starting plate without treatment



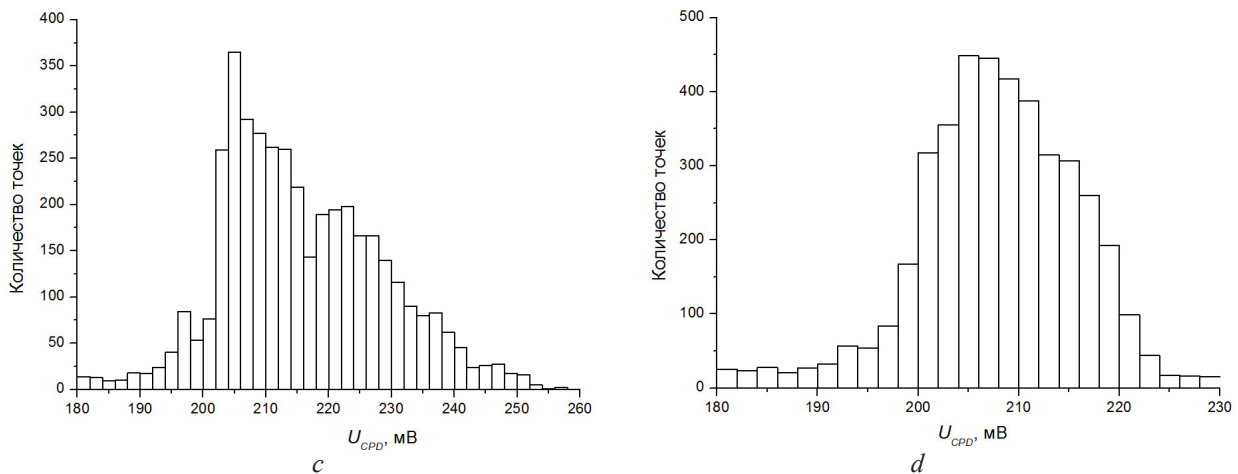


Рисунок 2 – Карты распределения контактной разности потенциалов (*a* – верхней поверхности; *b* – нижней поверхности) и гистограммы распределения значений КРП (*c* – верхней поверхности; *d* – нижней поверхности) исходной пластины А99 после электрохимической полировки поверхности

Figure 2 – Contact potential difference distribution maps (*a* – upper surface; *b* – lower surface) and contact potential difference distribution histograms (*c* – upper surface; *d* – lower surface) of A99 starting plate after electrochemical polishing

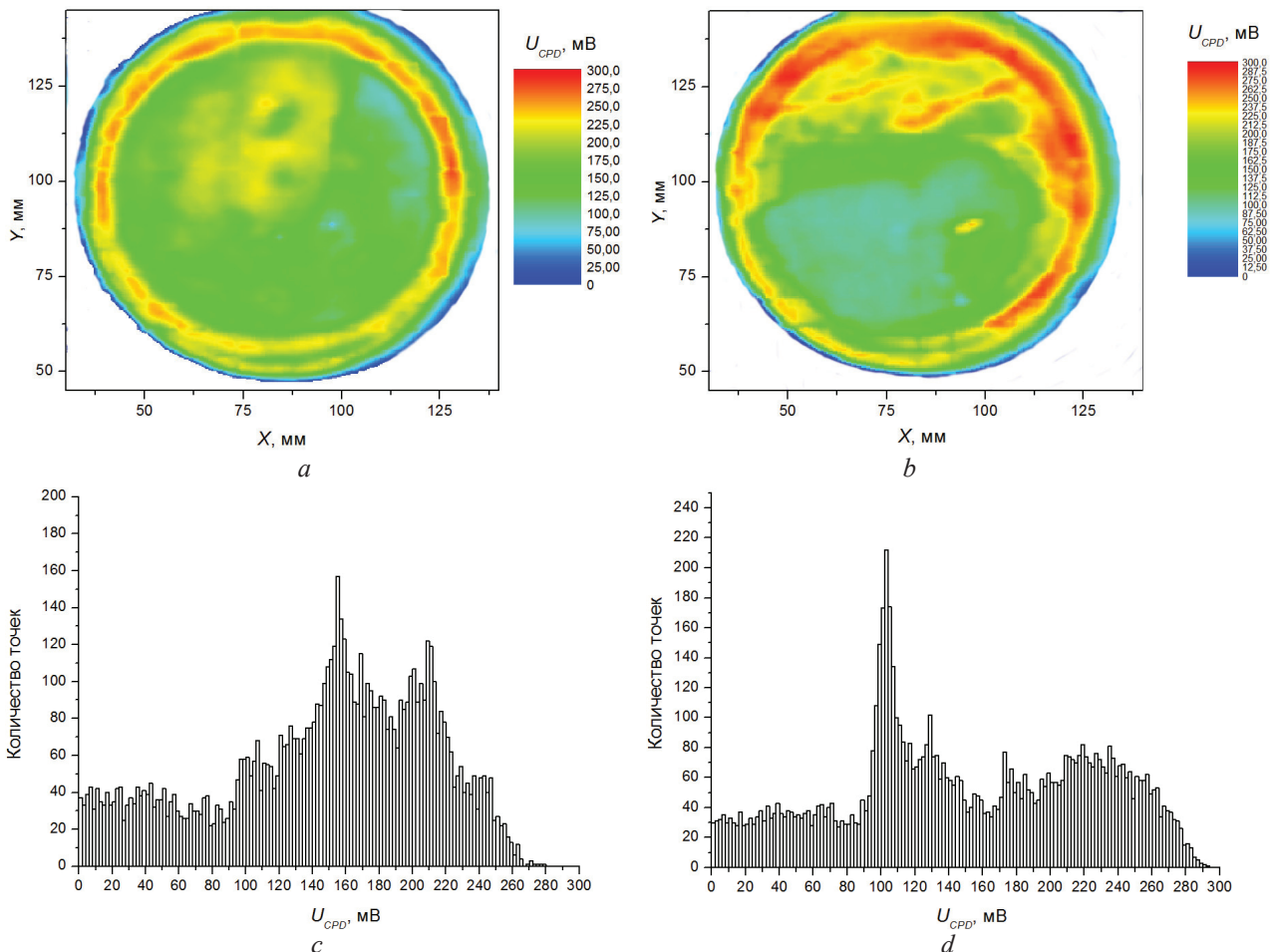


Рисунок 3 – Карты распределения контактной разности потенциалов (*a* – верхней поверхности; *b* – нижней поверхности) и гистограммы распределения значений КРП (*c* – верхней поверхности; *d* – нижней поверхности) исходной пластины АМГ-2 без обработки

Figure 3 – Contact potential difference distribution maps (*a* – upper surface; *b* – lower surface) and contact potential difference distribution histograms (*c* – upper surface; *d* – lower surface) of AMG-2 starting plate without treatment

Чистовая обработка алмазным наноточением, включающая полное удаление нарушенного предыдущими операциями поверхностного слоя материала, приводит к резкому повышению качества поверхности по параметру однородности распределения ее электрофизических свойств. Карты распределения КРП для образца, подвергнутого такой обработке, показаны на рисунке 4. Видно, что поверхность в целом не содержит значительных дефектов, в том числе отсутствуют локальные точечные дефекты, характерные для электрохимической полировки. Вместе с тем краевые области пластины имеют повышенные (на

25–30 мВ для верхней и на 15–25 мВ для нижней поверхности) значения КРП. С наибольшей долей вероятности это может быть объяснено неполным удалением наклепанного слоя, глубина которого превышала глубину обработки алмазным наноточением, либо небольшим вторичным наклепом, связанным с особенностями закрепления образца при обработке. Независимо от причин формирования степень дефектности краев пластины оценивается как значительно более низкая, чем для необработанного образца, исходя из сопоставления величин отклонения КРП этих областей поверхности.

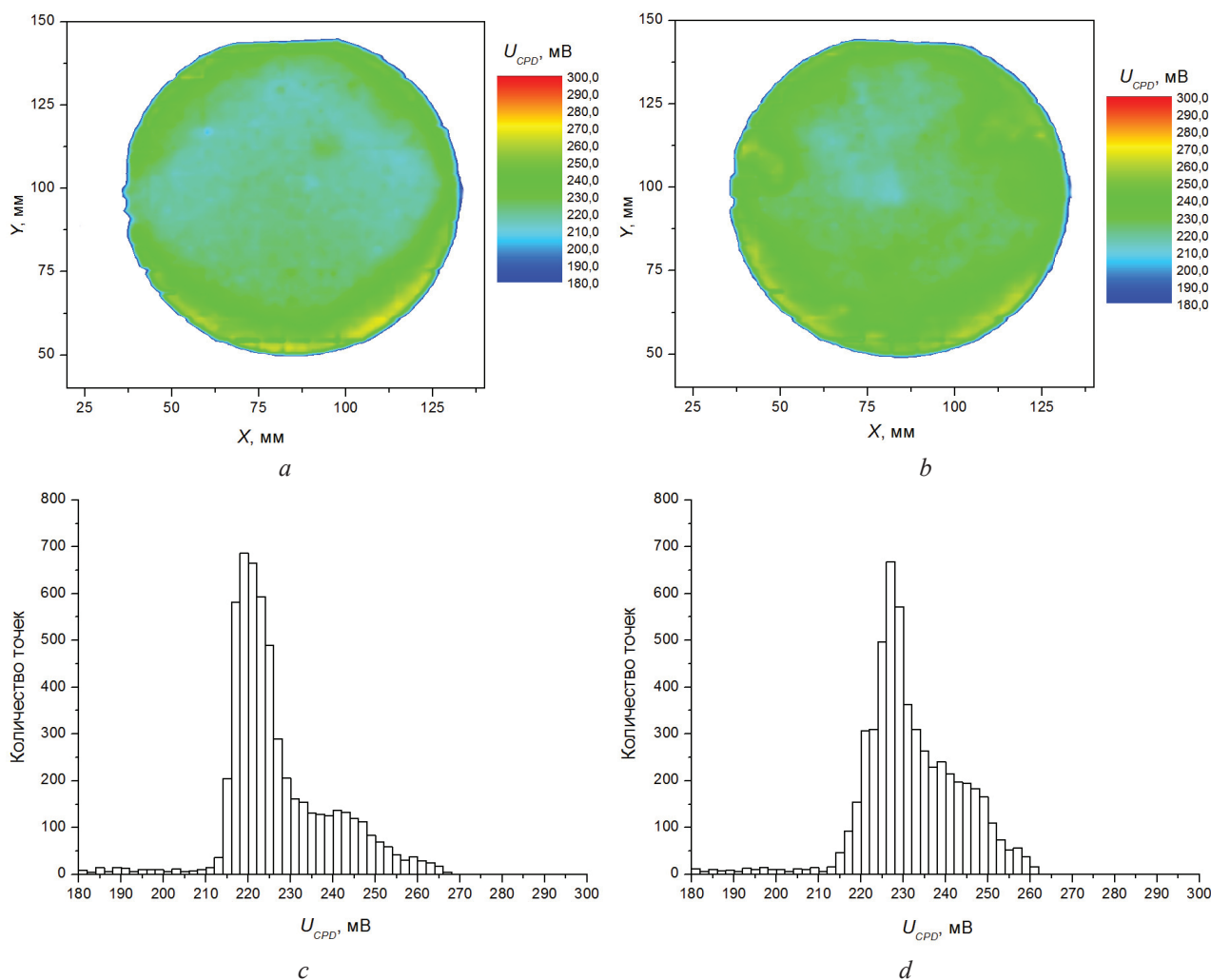


Рисунок 4 – Карты распределения контактной разности потенциалов (*a* – верхней поверхности; *b* – нижней поверхности) и гистограммы распределения значений КРП (*c* – верхней поверхности; *d* – нижней поверхности) пластины АМГ-2 с обработанными алмазным наноточением поверхностями

Figure 4 – Contact potential difference distribution maps (*a* – upper surface; *b* – lower surface) and contact potential difference distribution histograms (*c* – upper surface; *d* – lower surface) of AMG-2 starting plate after diamond finishing

После обработки алмазным наноточением на обеих поверхностях пластины АМГ-2 было сформировано покрытие из специфического наноструктурированного оксида алюминия толщи-

ной до 30 мкм, при этом реальная толщина покрытия верхней и нижней поверхностей вследствие отклонения параметров технологического процесса оказалась различной. Результаты визу-

ализации пространственного распределения КРП верхней и нижней поверхности пластины АМГ-2 после формирования наноструктурированного покрытия приведены на рисунках 5а и б соответственно.

Нанесение покрытия привело к значительному (на 220–320 мВ) понижению значений КРП поверхности пластины АМГ-2, что соответствует росту эффективных значений РВЭ на аналогичную величину (220–320 мВ). КРП верхней и нижней поверхности отличаются на 125 мВ, при том что разность математического ожидания КРП верхней и нижней поверхности после алмазного наноточения (до нанесения покрытия) состав-

ляла только 16 мВ (рисунок 4). Очевидно, такая разность связана с различной толщиной покрытия, но может также указывать на различие механических свойств (конкретно, микротвердости) покрытия верхней и нижней стороны пластины, следующего из их разнотолщинности. КРП покрытия нижней поверхности мало отличается от КРП стального держателя (рисунок 5б), что затрудняет выделение контуров образца на визуализированном изображении. В то же время это позволяет предполагать близость механических свойств данной наноструктурированной поверхности к свойствам легированной стали, из которой изготовлен держатель.

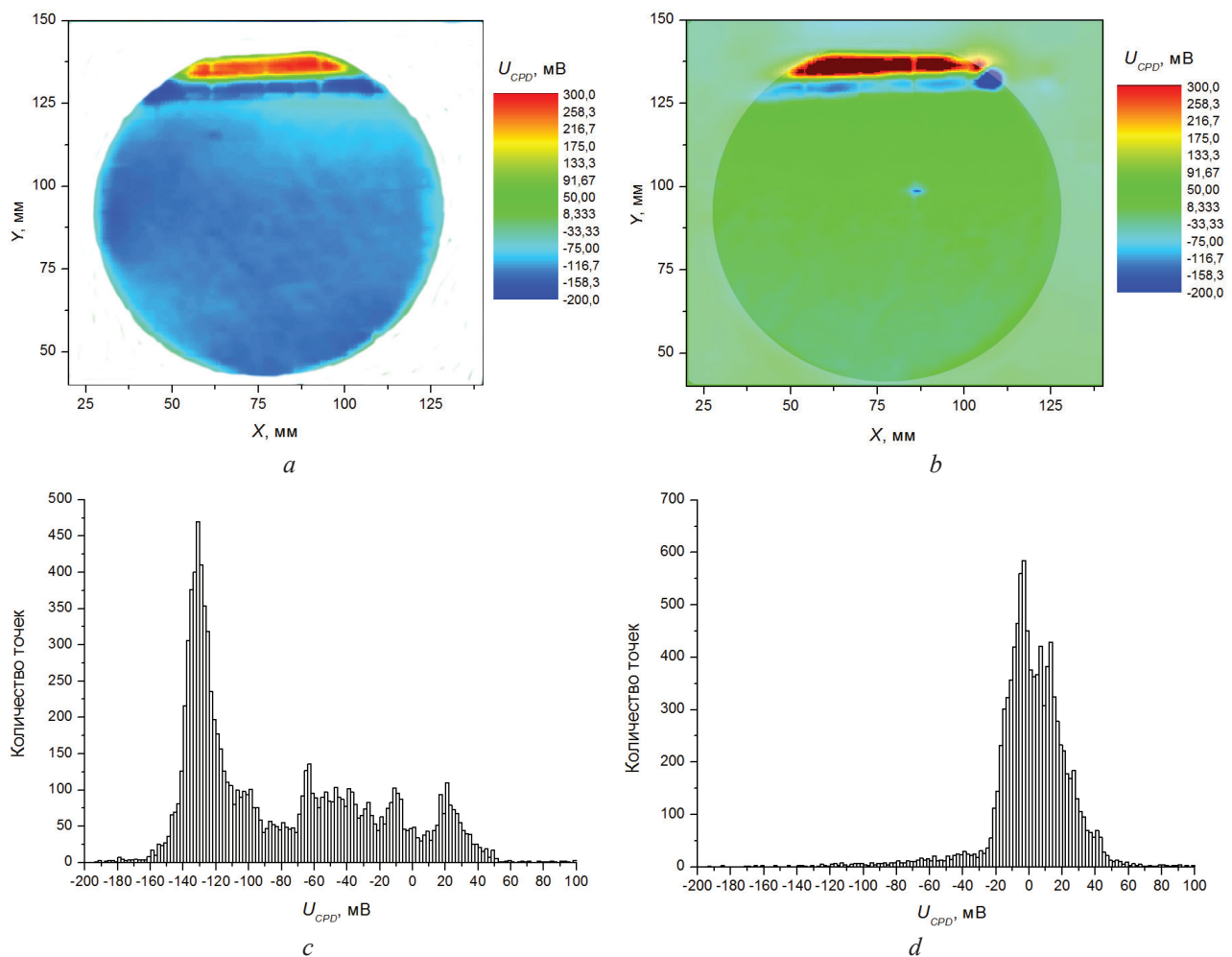


Рисунок 5 – Карты распределения контактной разности потенциалов (а – верхней поверхности; б – нижней поверхности) и гистограммы распределения значений КРП (с – верхней поверхности; д – нижней поверхности) пластины АМГ-2 после формирования наноструктурированного покрытия

Figure 5 – Contact potential difference distribution maps (а – upper surface; б – lower surface) and contact potential difference distribution histograms (с – upper surface; д – lower surface) of AMG-2 starting plate after nanostructured layer formation

Резкое отклонение значений РВЭ вблизи среза пластины АМГ-2, наблюдаемое на визуализированном изображении (рисунок 5), вызвано тем,

что небольшой участок у края пластины вследствие особенностей технологии остался свободным от покрытия (рисунок 6). Обращают на себя

внимание наблюдаемые на визуализированном изображении нижней поверхности (рисунок 5а) слабовыраженные параллельные наклонные линии, отражающие периодические отклонения значений КРП на ± 1 мВ от математического ожидания для данной поверхности. Данные линии соответствуют направлению линий шероховатости, визуально наблюдаемым на поверхности образца при увеличении. Поскольку расстояние зонд-образец, составлявшее в процессе сканирования 0,3 мм, на несколько порядков превышало высоту профиля шероховатости, наблюдаемые отклонения КРП могут быть отнесены только на счет перераспределения механических напряжений между вершинами и впадинами профиля, что подтверждает исключительно высокую чувствительность метода Кельвина–Зисмана к такого рода дефектам. Следует отметить, что на-

блюдаемые отклонения (± 1 мВ) составляют величину меньше нормируемой случайной погрешности измерения используемого зонда Кельвина (± 2 мВ). Выявление столь малых отклонений оказалось возможным за счет реализации сканирующего режима измерений, при котором визуализированное изображение формируется как результат большого количества (в данном случае около 105 для каждого изображения) единичных измерений, что приводит к соответствующему уменьшению погрешности среднего значения результатов многократных измерений. В остальном, в отличие от исходной поверхности, электрофизические свойства покрытия распределены достаточно равномерно, без повышения КРП у краев; вблизи центра нижней поверхности наблюдается точечный дефект малых (порядка диаметра зонда или менее) размеров.

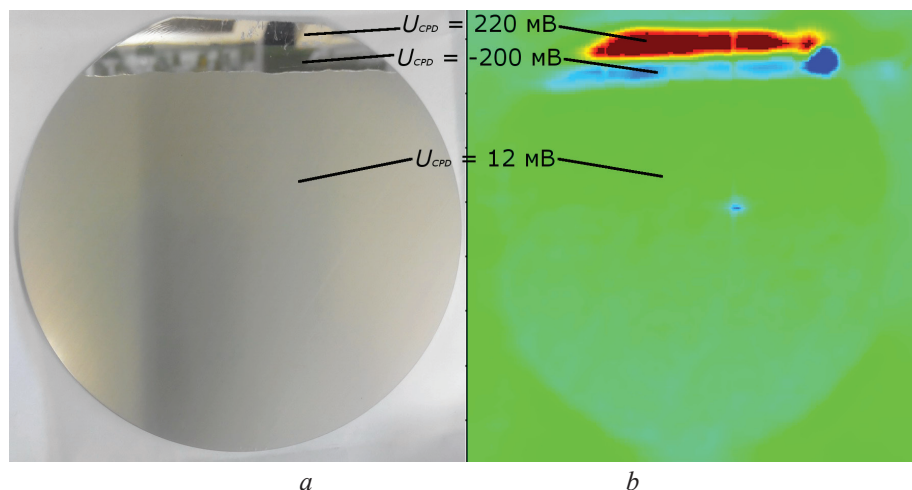


Рисунок 6 – Внешний вид поверхности с наноструктурированным покрытием (а) и визуализированная карта распределения КРП поверхности (b)

Figure 6 – Appearance (a) and visualized contact potential difference distribution map (b) of a plate with nanostructured surface layer

Сформулированные на основании приведенного теоретического анализа и сопоставления экспериментально полученных результатов исследования пространственного распределения электрофизических свойств прецизионных поверхностей с данными других методов исследования (измерений поверхностной микротвердости, износостойкости, металлографического исследования и др.) [7–8] критерии анализа получаемых визуализированных изображений сводятся к следующему:

1. Более высоким качеством обладают поверхности, характеризующиеся большей однородностью распределения электрофизических свойств (меньшей полушириной гистограммы

распределения). Из приведенных примеров наибольшим качеством характеризуется верхняя поверхность пластины АМГ-2 после алмазного наноточения (полуширина гистограммы распределения 5 мВ), а наименьшим – верхняя поверхность исходной пластины А99 (полуширина гистограммы распределения 41 мВ).

2. Наибольшей механической прочностью и в целом лучшими механическими свойствами при прочих равных условиях обладают поверхности с наиболее низкими значениями контактной разности потенциалов, что соответствует наибольшим значениями работы выхода электрона и поверхностной энергии. В данном случае наибольшую микротвердость поверхности демонстрирует

верхняя поверхность пластины АМГ-2 после формирования наноструктурированного покрытия, характеризующаяся средним значением КРП нижней поверхности минус 128 мВ.

3. Наличие второй моды в гистограмме распределения значений контактной разности потенциалов указывает на наличие значимых по площади дефектных областей на соответствующей поверхности образца.

Классификация выявленных на визуализированной карте дефектов осуществлялась с учетом следующих общих принципов:

- участки с пониженными значениями КРП, прослеживаемые на обеих (верхней и нижней) поверхностях образца, классифицируются как места концентрации остаточных механических напряжений и/или пластических деформаций в материале образца. Участки с повышенными значениями КРП, прослеживаемые на обеих (верхней и нижней) поверхностях образца, классифицируются как прочие внутренние дефекты (микротрещины, инородные включения и др.). При классификации следует учитывать, что области концентрации механических напряжений, как правило, характеризуются вытянутой, часто линейной, формой [8, 9];

- участки с пониженными значениями КРП, прослеживаемые только на одной поверхности металлического образца, классифицируются как локальные дефекты поверхности, связанные с понижением механических свойств (микротвердости, поверхностной прочности) [10];

- участки с повышенными значениями КРП, прослеживаемые только на одной поверхности металлического образца, классифицируются как места загрязнения поверхности адсорбированными инородными атомами или молекулами;

- участки металлических поверхностей с наибольшими градиентами КРП классифицируются как коррозионные дефекты либо области с пониженной коррозионной стойкостью. К настоящему времени подтверждена возможность выявления по локальным градиентам КРП мест будущей коррозии на самых ранних стадиях ее развития [10].

Заключение

Результаты выполненных исследований позволили сформулировать базовые критерии классификации визуализируемых методами зондовой электрометрии дефектов, основанные на анализе особенностей пространственного распределения

РВЭ или КРП поверхности, градиента и знака их отклонений от среднего для данной поверхности значения.

Экспериментально показано, что анализ визуализированных изображений пространственного распределения КРП с использованием данных критериев позволяет выявлять и характеризовать такие дефекты, как места концентрации остаточных механических напряжений, участки с пониженной микротвердостью поверхности, загрязнения, коррозионные дефекты. Тем самым обеспечивается возможность оперативного неразрушающего контроля и диагностики функциональных характеристик прецизионных поверхностей металлов, в частности, исходных подложек для изготовления чувствительных элементов устройств сенсорики.

Анализ полученных методами зондовой электрометрии визуализированных изображений пространственного распределения КРП исходных подложек на различных стадиях обработки позволил установить, что операции алмазного наноточения, связанные с механическим удалением нарушенного поверхностного слоя, обеспечивают более высокое качество обработанной поверхности, чем операции электрохимической полировки.

Список использованных источников

1. Вудраф, Д. Современные методы исследования поверхности / Д. Вудраф, Т. Делчар. – М. : Мир, 1989. – 564 с.
2. Nazarov, A. Application of EIS and SKP methods for the study of the zinc/polymer interface / A. Nazarov, T. Prosek, D. Thierry // *Electrochimica Acta*. – 2008. – Vol. 53, no. 25. – P. 7531–7538.
3. Kiejna, A. Simple theory of elastically deformed metals: Surface energy, stress, and work function / A. Kiejna, V.V. Pogosov // *Phys. Rev. B*. – 2000. – Vol. 62. – P. 10445–10450.
4. Pogosov, V.V. Effect of Deformation on Surface Characteristics of Finite Metallic Crystals / V.V. Pogosov, O.M. Shtepa // *Ukr. J. Phys.* – 2002. – Vol. 47, no. 11. – P. 1065–1070.
5. Levitin, V.V. Influence of Cyclic Stresses upon the Electronic Work Function for the Metal Surface / V.V. Levitin [et al.] // *Solid State Communications*. – 1994. – Vol. 92, no. 12. – P. 973–976.
6. Лоскутов, С.В. Формирование энергетического рельефа металлических поверхностей в процессах трения и изнашивания / С.В. Лоскутов, В.В. Левитин, В.Н. Гордиенко // *Трение и износ*. – 2002. – Т. 23, № 2. – С. 176–180.

7. Шаронов, Г.В. Контроль металлических поверхностей, обработанных алмазным наноточением, по работе выхода электрона / Г.В. Шаронов, А.Л. Жарин, Н.И. Мухуров, К.В. Пантелеев // Приборы и методы измерений. – 2015. – № 2 (10). – С. 196–203.

8. Zhong, K. Effects of strain on effective work function for Ni/HfO₂ interfaces / K. Zhong, G. Xu, J.-M. Zhang, Z. Huang // J. Appl. Phys. – 2014. – Vol. 116. – P. 063707.

9. Li, W. In situ measurements of simultaneous electronic behavior of Cu and Al induced by mechanical deformation / W. Li, D. Y. Li // J. Appl. Phys. – 2006. – Vol. 99. – P. 073502.

10. Белый, А.В. Работа выхода электрона и физико-механические свойства хромсодержащих ионно-легированных сталей / А.В. Белый, А.Л. Жарин, А.Н. Карпович, А.К. Тявловский // Весці Нацыянальнай акадэміі навук Беларусі. Серыя фізіка-тэхнічных навук. – 2016. – № 1. – С. 21–27.

References

1. Woodruff D., Delchar T. *Sovremennyye metody issledovaniya poverkhnosti* [Modern techniques of surface science]. Moscow, Mir Publ., 1989, 564 p. (in Russian).

2. Nazarov A., Prosek T., Thierry D. Application of EIS and SKP methods for the study of the zinc/polymer interface. *Electrochimica Acta*, 2008, vol. 53, no. 25, pp. 7531–7538. doi: 10.1016/j.electacta.2007.11.053.

3. Kiejna A., Pogosov V.V. Simple theory of elastically deformed metals: Surface energy, stress, and work function. *Phys. Rev. B*, 2000, vol. 62, pp. 10445–10450. doi: 10.1103/PhysRevB.62.10445

4. Pogosov V.V., Shtepa O.M. Effect of Deformation on Surface Characteristics of Finite Metallic Crystals. *Ukr. J. Phys.*, 2002, vol. 47, no. 11, pp. 1065–1070.

5. Levitin V.V., Loskutov S.V., Pravda M.I., Serpetzky B.A. Influence of Cyclic Stresses upon the Electronic Work Function for the Metal Surface. *Solid State Communications*, 1994, vol. 92, no. 12, pp. 973–976.

doi: 10.1016/0038-1098(94)90023-X

6. Loskutov S.V., Levitin V.V., Gordienko V.N. [Formation of metal surfaces energetic relief in the processes of friction and wear]. *Trenie i iznos* [Friction and Wear], 2002, vol. 23, no. 2, pp. 176–180 (in Russian).

7. Sharonov G.V., Zharin A.L., Muhurov N.I., Pansialeyeu K.U. [Control of metal surfaces machined in accordance with the diamond nanomachining technology based on the electron work function]. *Pribory i metody izmerenii* [Devices and Methods of Measurements], 2015, no. 6(2), pp. 196–203 (in Russian).

8. Zhong K., Xu G., Zhang J.-M., Huang Z. Effects of strain on effective work function for Ni/HfO₂ interfaces. *J. Appl. Phys.*, 2014, vol. 116, p. 063707.

doi: 10.1063/1.4892799

9. Li W., Li D.Y. In situ measurements of simultaneous electronic behavior of Cu and Al induced by mechanical deformation. *J. Appl. Phys.*, 2006, vol. 99, p. 073502.

doi: 10.1063/1.2181300

10. Belyi A.V., Zharin A.L., Karpovich A.N., Tyavlovsky A.K. [Electron work function and physical and mechanical properties of the chromium ion-doped steels]. *Vestsi Natsyyanal'nai akademii navuk Belarusi. Seryya fizika-tekhnichnykh navuk* [Proceeding of the National academy of sciences of Belarus, physico-technical series], 2016, no. 1, pp. 21–27 (in Russian).