БИБЛИОТЕКА «ПРИБОРОСТРОЕНИЕ»

ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ ПРИБОРОСТРОЕНИЯ



BAUMANPRESS
ИЗДАТЕЛЬСТВО МГТУ им. Н.Э. БАУМАНА

ПРИОРИТЕТ2030^
ЛИДЕРАМИ СТАНОВЯТСЯ

БИБЛИОТЕКА «ПРИБОРОСТРОЕНИЕ»

Серия основана в 2022 году

Том 11

РЕДАКЦИОННАЯ КОЛЛЕГИЯ

В.А. Шахнов	— главный редактор, д-р техн. наук, профессор, чл.-корр. РАН, зав. кафедрой МГТУ им. Н.Э. Баумана
А.И. Власов	— зам. главного редактора, канд. техн. наук, доцент МГТУ им. Н.Э. Баумана
М.Ф. Булатов	— д-р физ.-мат. наук, профессор, гл. научный сотрудник факультета космических исследований МГУ им. М.В. Ломоносова
В.А. Быков	— д-р техн. наук, профессор, президент Нанотехнологического общества России
Дун Гэ	— профессор Университета Цинхуа (КНР)
А.Н. Козырев	— начальник производства ООО «Резонит»
А.С. Комшин	— д-р техн. наук, профессор МГТУ им. Н.Э. Баумана
И.Г. Мироненко	— д-р техн. наук, профессор СПбГЭТУ «ЛЭТИ»
С.Б. Нестеров	— д-р техн. наук, профессор, президент Российского научно-технического вакуумного общества имени С.А. Векшинского
В.В. Одиноков	— заместитель генерального директора по науке Акционерного общества «Научно-исследовательский институт точного машиностроения»
И.А. Покровский	— Генеральный директор Информационно-аналитического центра современной электроники
Ю.С. Сахаров	— д-р техн. наук, профессор Университета «Дубна»
А.Л. Стемпковский	— д-р техн. наук, профессор, академик РАН, научный руководитель Института проблем проектирования в микроэлектронике РАН
В.Б. Стешенко	— канд. техн. наук, доцент, заместитель генерального конструктора по электронной компонентной базе АО «Российские космические системы»

Федеральное государственное бюджетное
образовательное учреждение высшего образования
«Московский государственный технический университет имени Н.Э. Баумана
(национальный исследовательский университет)»

А.И. Власов, В.П. Жалнин, К.В. Селиванов

Физико-химические основы приборостроения

Допущено Федеральным учебно-методическим объединением в системе высшего образования по укрупненной группе специальностей и направлений подготовки высшего образования 09.00.00 «Информатика и вычислительная техника» в качестве учебного пособия

BAUMANPRESS
Москва
ИЗДАТЕЛЬСТВО
МГТУ им. Н.Э. Баумана
2024

УДК 361.3.06;621.382
ББК 32.85
В58

Издание доступно в электронном виде по адресу
https:// press.bmstu.ru/catalog/item/8211

Издание учебно-методического комплекса по укрупненным группам специальностей и направлений «Информатика и вычислительная техника», «Электроника, фотоника, приборостроение и связь» подготовлено в рамках реализации программы развития передовой инженерной школы «Системная инженерия ракетно-космической техники» МГТУ им. Н. Э. Баумана

Рецензенты:
д-р техн. наук, профессор *Н.К. Юрков*, заведующий кафедрой «Конструирование и производство радиоаппаратуры» Пензенского государственного университета, заслуженный деятель науки РФ;
д-р техн. наук, профессор кафедры «Конструирование радиоэлектронных и микропроцессорных систем» Тамбовского государственного технического университета *Д.Ю. Муромцев*

Власов, А. И.

В58 Физико-химические основы приборостроения : учебное пособие / А. И. Власов, В. П. Жалнин, К. В. Селиванов. — Москва : Издательство МГТУ им. Н. Э. Баумана, 2024. — 531, [1] с. : ил. (Библиотека «Приборостроение». Т. 11).

ISBN 978-5-7038-6098-4
ISBN 978-5-7038-6324-4 (т. 11)

Учебное пособие по дисциплине «Физико-химические основы приборостроения» содержит нормативную базу дисциплины, рекомендации по организации и проведению лекций, практических занятий, семинаров, лабораторных работ и деловых игр, перечень учебных видео- и аудиоматериалов, слайдов, типовых плакатов и другие дидактические материалы для работы профессорско-преподавательского состава и студентов по данной дисциплине.

Соответствует стандартам WorldSkills по компетенции «Производство и инженерные технологии», а также содержанию и уровню подготовки студентов по укрупненным группам специальностей и направлений «Информатика и вычислительная техника», «Электроника, фотоника, приборостроение и связь». Может представлять интерес для преподавателей, студентов, а также специалистов, занимающихся вопросами приборостроения и созданием цифровых систем.

Материалы учебного пособия имеют свободный доступ — их можно читать, загружать, копировать, распространять, печатать и ссылаться на их полные или частичные тексты с указанием авторства без каких-либо ограничений. Тип лицензии CC: Attribution 4.0 International (CC BY 4.0).

УДК 361.3.06;621.382
ББК 32.85

Уважаемые читатели! Пожелания, предложения, а также сообщения о замеченных опечатках и неточностях Издательство просит направлять по электронной почте: press@bmstu.ru

© Власов А.И., Жалнин В.П., Селиванов К.В., 2024
© Оформление. Издательство МГТУ им. Н.Э. Баумана, 2024

ISBN 978-5-7038-6324-4 (т. 11)
ISBN 978-5-7038-6098-4

ПРЕДИСЛОВИЕ

Учебно-методические комплексы (УМК) дисциплин по направлению «Приборостроение» разработаны в рамках адаптации образовательных программ высшего образования к требованиям Перечня специальностей и укрупненных направлений подготовки высшего образования — бакалавриата и магистратуры (Приказ Министерства образования и науки РФ от 12 сентября 2013 г. № 1061 «Об утверждении перечней специальностей и направлений подготовки высшего образования» (с изменениями и дополнениями)). Они направлены на изучение и освоение компетенции Future Skills в рамках актуализированных образовательных программ высшего образования в соответствии с запросом цифровой трансформации промышленности.

В настоящее время во всех отраслях промышленности, медицины, сельского хозяйства, оборонной техники, быта и т. д. широко применяются приборы различных классов, назначения, функциональной сложности. Это микроэлектронная элементная база, сенсорная техника, приборы для научных исследований, радиоэлектронные и электронно-вычислительные приборы и устройства, системы управления разного уровня, бытовая электроника.

Основная особенность предметной области «Приборостроение» заключается в ее междисциплинарном характере, что требует особых методических приемов и подбора соответствующего научного и учебного материала. Современные образовательные программы должны обеспечивать приобретение студентами профессиональных навыков и компетенций, необходимых для эффективной и самостоятельной работы в индустрии приборостроения. В связи с этим актуальной задачей является разработка и издание УМК, которые обеспечат учебно-методическую поддержку подготовки бакалавров и магистров по основным образовательным программам высшего профессионального образования по тематическому направлению «Приборостроение» образовательными учреждениями высшего профессионального образования на территории РФ.

Целью создания данного комплекта УМК является повышение эффективности междисциплинарной подготовки бакалавров и магистров путем распространения передового опыта среди вузов, осуществляющих подготовку по тематическому направлению «Приборостроение», и внедрения компонентов вариативного маршрутного обучения на базе адаптированного сетевого УМК дисциплин.

Трансформация подготовки инженерных кадров для технологического суверенитета страны предполагает переход к командной проектной подготовке. Необходимость перемен в обучении обусловлена потребностью в реверс-инжиниринге, разработке и эксплуатации в РФ принципиально новых технологий.

Образование будущего предусматривает переход от рутинного обучения инженеров к подготовке членов инженерных команд, способных конфигурироваться для решения конкретных практических задач, для чего предусматривается глубокая интеграция образования с промышленностью, наукой и органами власти.

Создание комплекта учебно-методических комплексов «Библиотека “Приборостроение”» направлено на развитие образовательных технологий, базирующихся на основе проектного опыта, что позволит выпускникам работать над практическими проектами, спрос на которые создает «технологическая суверенизация» РФ.

Современное инженерное образование призвано сформировать компетенции для работы на всех уровнях готовности технологий — от исследования до реализации продуктовых решений.

Авторы выражают благодарность рецензентам Д.Ю. Муромцеву — научному руководителю кафедры «Конструирование радиоэлектронных и микропроцессорных систем» Тамбовского государственного технического университета и Н.К. Юркову — заведующему кафедрой «Конструирование и производство радиоаппаратуры» Пензенского государственного университета, замечания которых позволили улучшить содержание УМК.

Разработанные учебно-методические пособия обеспечат подготовку по основным образовательным программам высшего профессионального образования по направлениям 09.03.01 «Информатика и вычислительная техника» (уровень бакалавриата) и 12.03.01 «Приборостроение» (уровень бакалавриата) образовательными учреждениями высшего профессионального образования на территории РФ.

Сетевые версии УМК дисциплин на основе web-версии, соответствующие стандарту SCORM 2004, 3rd edition, размещены на портале «Электронная образовательная система МГТУ им. Н.Э. Баумана» (e-learning.bmstu.ru).

Авторы будут признательны читателям за все замечания по содержанию УМК, которые следует направлять по адресу: 105005, Москва, 2-я Бауманская ул., ИУ-4, МГТУ им. Н.Э. Баумана.

В.А. Шахнов

СПИСОК СОКРАЩЕНИЙ

АСМ — атомно-силовая микроскопия
БИС — большая интегральная схема
БНК — базовая несущая конструкция
БК ССМ — бесконтактная ССМ
БОМ — ближнепольный оптический микроскоп
ВЧ — высокочастотный
ГИС — гибридная интегральная схема
ДНК — дезоксирибонуклеиновая кислота
ЗУ — запоминающее устройство
ЗЭМ — зеркальный электронный микроскоп
ИМС — интегральная микросхема
ИС — интегральная схема
КАСМ — контактная сканирующая атомно-силовая микроскопия
КС — коммутационная структура
КЕМ — контактная емкостная микроскопия
КНИ — кремний-на-изоляторе
КП — контактная площадка
ЛВБ — локальная высота барьера
ЛПС — локальная плотность состояний
МЛЭ — молекулярно-лучевая эпитаксия
МОП — металл-оксид-полупроводник
МПВ — метод постоянной высоты
МПП — многослойная печатная плата
МПТ — метод постоянного тока
МСМ — магнитно-силовая микроскопия
МЭМС — микроэлектромеханическая система
НПМ — нанопористый материал
НСП — неисключенная систематическая погрешность
НРС — наноразмерная структура
НЭМС — наноэлектромеханическая система
ОПФ — оптическая передаточная функция
ОС — обратная связь
ПАВ — поверхностно активное вещество
ПК — персональный компьютер
ПП — печатная плата
ПСП — переключатель состояния поляризации
ПЭМ — просвечивающая электронная микроскопия
РСМА — рентгеноспектральный микроанализ

РЭМ — растровая электронная микроскопия, растровый электронный микроскоп
СБИС — сверхбольшая интегральная схема
СБОМ — сканирующая ближнепольная оптическая микроскопия
СВД — спектрометр волновой дисперсии
СВЧ — сверхвысокая частота
СЗМ — сканирующая зондовая микроскопия
СОЖ — смазочно-охлаждающая жидкость
СПФ — сухой пленочный фоторезист
ССМ — сканирующая силовая микроскопия, сканирующий силовой микроскоп
СМСМ — статическая магнитно-силовая микроскопия
СТМ — сканирующая туннельная микроскопия, сканирующий туннельный микроскоп
СЭМ — сканирующая электронная микроскопия, сканирующий электронный микроскоп
ТП — технологический процесс
ТПК — тонкопленочный конденсатор
ТЭМ — трансмиссионный электронный микроскоп
УТИ — устройство травления игл
УФ — ультрафиолет
ХДП — химико-динамическая полировка
ЦМД — цилиндрический магнитный домен
ЧПУ – числовое программное управление
ЧКХ — частотно-контрастная характеристика
ЧЭ – чувствительный элемент
ЭЛО – электронно-лучевая обработка
ЭЛТ — электронно-лучевая трубка
ЭРЭ — электрорадиоэлемент
ЭСМ – электростатическая силовая микроскопия
ЭДС — энергетический дисперсионный спектрометр
ЭХП – электрохимическое полирование

ТЕРМИНЫ И ОПРЕДЕЛЕНИЯ

Адсорбция — (лат. *ad* — на, при, в; *sorbeo* — поглощаю) — увеличение концентрации растворенного вещества у поверхности раздела двух фаз (твердая фаза — жидкость, конденсированная фаза — газ) вследствие нескомпенсированности сил межмолекулярного взаимодействия на разделе фаз

Адгезия — (от лат. *adhaesio* — прилипание) в физике — сцепление поверхностей разнородных твердых и/или жидких тел. Адгезия обусловлена межмолекулярными взаимодействиями силами Ван-дер-Ваальса, полярными, иногда — химическими или взаимной диффузией) в поверхностном слое и характеризуется удельной работой, необходимой для разделения поверхностей

Абсорбция — (поглощение, растворение) газов жидкостями или твердыми телами

Актиничность — актиничность фотографическая (др.-греч. *aktis*, родительный падеж др.-греч. *aktinos* — луч) — способность излучения оказывать фотографическое действие на светочувствительный материал

Актиночувствительным — называется слой, который изменяет свои свойства (растворимость, химическую стойкость) под действием актиничного излучения (например, ультрафиолетового света или потока электронов)

Воздушная среда — характеризуется запыленностью, температурой, относительной влажностью, скоростью воздушного потока и его ламинарностью, избыточным давлением, уровнем вибрации и шума, напряженностью электромагнитного поля, уровнем электростатического заряда, что обусловливает необходимость создания технологического микроклимата

Диффу́зия — процесс взаимного проникновения молекул или атомов одного вещества между молекулами или атомами другого, приводящий к самопроизвольному выравниванию их концентраций по всему занимаемому объему

Литография — процесс формирования в актиночувствительном слое, нанесенном на поверхность подложек, рельефного рисунка, повторяющего топологию интегральной микросхемы или печатной платы, и последующего переноса этого рисунка на подложки

Пластина	—	полупроводниковая пластина (подложка), вырезанная из монокристаллического цилиндрического слитка полупроводникового материала, предназначенная для изготовления в ее приповерхностном слое полупроводниковых приборов
Технологический микроклимат	—	искусственно создаваемые условия воздушной и газовой среды в помещениях и на рабочих местах для защиты изделий от неблагоприятных внешних воздействий (ГОСТ Р 50116–92)
Топологическая норма	—	минимальный размер в топологии рисунка цифровой схемы, который строго контролируется на каждом шаге литографии в целях оптимизации характеристик устройства
Фотолитография	—	метод получения рисунка на тонкой пленке светочувствительного материала. Для получения рисунка используется свет определенной длины волны. Минимальный размер деталей рисунка — половина длины волны (определяется дифракционным пределом)
Фоторезисты	—	светочувствительная полимерная пленка, которая под воздействием света изменяет свои физико-химические свойства и обладает устойчивостью к химическому или механическому воздействию
Фотошаблон	—	пластина, прозрачная для видимого света, с рисунком, выполненным непрозрачным красителем
Хемосорбция	—	адсорбция, сопровождающаяся химическим взаимодействием поглощаемого вещества с материалом поглощающего тела
Чистое помещение	—	помещение, в том числе и производственное, характеризуемое по степени запыленности классом чистоты, в котором конструктивно-строительным решением и применением специальных технических средств обеспечиваются заданные параметры технологического микроклимата
Экспонирование	—	процесс облучения светом фоточувствительного материала. Для процесса применяется свет от рентгеновского диапазона до инфракрасного
Электронная гигиена	—	комплекс обязательных требований, норм, средств и мероприятий, направленных на обеспечение заданных параметров технологического микроклимата в целях защиты изделий от неблагоприятных внешних воздействий в процессе производства (ГОСТ Р 50116–92)

1. Конспект лекций

Цель курса — изучение физико-химических основ приборостроения.

Программа разработана в соответствии с основной профессиональной образовательной программой (ОПОП) и учебным планом МГТУ им. Н.Э. Баумана, составленными на основе самостоятельно устанавливаемого образовательного стандарта (СУОС) по направлению подготовки 12.03.01 «Приборостроение».

Задачи курса:

– формирование теоретических и практических навыков в области физико-химических основ приборостроения;

– изучение физико-химических явлений, сопровождающих операции технологического процесса;

– освоение методик выполнения базовых технологических процессов;

– изучение особенностей устройства и применения технологического оборудования;

– освоение методик контроля технологических параметров и параметров формируемых структур.

При освоении курса планируется формирование компетенций, предусмотренных ОПОП на основе СУОС по направлению подготовки 12.03.01 «Приборостроение» (уровень бакалавриата).

В конце каждой лекции приведены тесты для контроля знаний студентов, состоящие из вопросов и ответов на них, из которых следует выбрать один правильный.

Методологически дисциплина построена на основе наиболее приемлемого соотношения теоретических и прикладных вопросов с обязательным участием студентов в самостоятельном исследовании в виде практических или лабораторных работ.

Теоретические основы изложены таким образом, чтобы показать общие принципы основных технологических методов, их особенности, достоинства и недостатки. Содержание соответствующих тем разделов направлено на усиление роли фундаментальных знаний в теоретической и профессиональной подготовке будущего инженера, что способствует формированию у студента фундаментальных системных знаний и развивает у него творческие способности.

1.1. КЛАССИФИКАЦИЯ, ФОРМИРОВАНИЕ И ИССЛЕДОВАНИЕ ФУНКЦИОНАЛЬНЫХ СТРУКТУР В ПРИБОРОСТРОЕНИИ

Цель лекции — ознакомление с курсом, изучение видов функциональных структур в приборостроении.

1.1.1. Общие сведения об изделиях приборостроения

Развитие приборостроения, основанное на электронной элементной базе, можно подразделить на ряд исторических этапов (рис. 1.1).

Начальный этап развития электроники начался с 1904 г., когда английский ученый Флеминг сконструировал электровакуумный диод для детектирования высокочастотных колебаний. В 1907 г. был разработан вакуумный триод, что позволило не только детектировать, но и усиливать электрические сигналы.

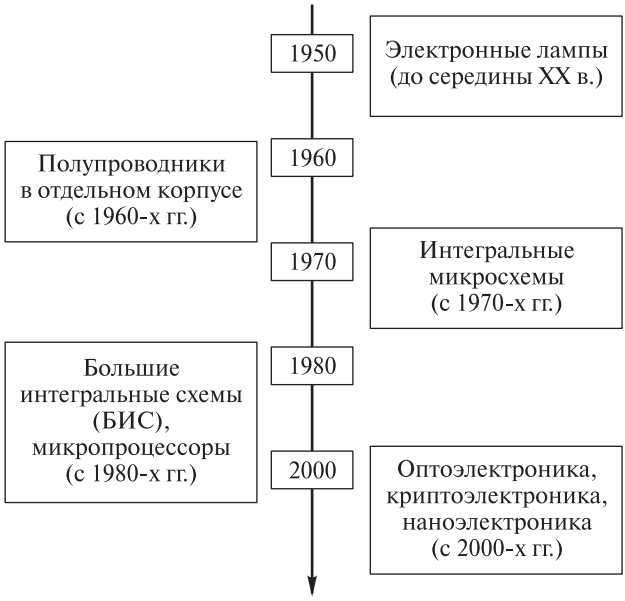


Рис. 1.1. Классификация поколений элементной базы приборостроения с 1950-х по 2000-е годы

Первым поколением элементной базы электроники считаются электровакуумные лампы, применявшиеся в качестве активных элементов приборостроения. Вторым поколением элементной базы приборостроения являются дискретные полупроводниковые приборы (диоды, транзисторы и пр.).

В 1948 г. американские ученые У. Шокли, Дж. Бардин и У. Браттейн изобрели биполярный транзистор. Это стало знаменательной вехой в истории развития электроники и приборостроения, поскольку применение полупроводниковых приборов резко снизило энергопотребление и массогабаритные характеристики электронных устройств.

Третьим поколением элементной базы приборостроения являются интегральные микросхемы (ИМС), предложенные в 1958 г. Р. Нойсом и Дж. Килби. Интегральными микросхемами стали называться микроэлектронные устройства, рассматриваемые как единое изделие, имеющее высокую плотность расположения элементов, эквивалентных элементам обычной электронной схемы. В промышленности они стали широко применяться с 1970-х годов.

Четвертым поколением элементной базы приборостроения являются большие интегральные схемы (БИС), представляющие собой интегральные схемы с большой степенью интеграции. Их широкое применение началось в 1980-х годах.

Следует отметить принципиальный технологический момент: групповой (интегральный) способ производства микросхем обеспечил микроэлектронике преимущество перед другими областями электронной техники. Микроэлектроника и в настоящее время формирует практически всю элементную базу современного приборостроения.

Начало XXI в. совпало с рождением нано-, опто- и криоэлектроники. Это событие считается началом пятого поколения элементной базы приборостроения. Все возрастающая степень интеграции изделий микроэлектроники привела к тому, что размеры отдельных элементов электронных приборов лежат в диапазоне 100...10 нм и даже меньше. При таких малых линейных размерах элементов приборов физические принципы, явления и привычные теоретические модели теряют силу и начинают проявляться в полной мере квантовые эффекты. По всей видимости, в недалеком будущем инженеры создадут квантовые интегральные схемы, основными элементами которых станут квантовые точки, квантовые проводники, квантовые ямы, транзисторные структуры на основе квантовых размерных эффектов и устройств с управляемой интерференцией электронов.

Производство изделий приборостроения является одним из самых технологически сложных процессов, в котором используется большинство известных методов получения, обработки и модификации материалов. Эти технологические процессы можно классифицировать по физико-химическим основам: механический, термический, химический, полевой; по виду процесса: удаление, нанесение, модифицирование; по характеру протекания процессов: всеобщий, локальный, селективный, избирательный, анизотропный; по способу активации: термический, магнитный, электромагнитный, акустический, химический, электрохимический, оптический.

Одним из базовых и ответственных процессов, влияющих на параметры готового изделия, является получение исходного материала, например полупроводника.

Полученный материал сначала доводится специальными приемами до требуемой чистоты, а затем из этого сверхчистого материала формируется монокристаллическая структура в виде цилиндра. Далее этот цилиндр режут на тонкие пластины, которые подвергают сначала механической обработке, затем химической или электрохимической до получения заготовки с необходимыми исходными параметрами.

Практически после каждого технологического этапа осуществляют процесс очистки поверхности заготовки, применяя для этого механические, ультразвуковые, химические методы.

После получения заготовки (полупроводниковой пластины) с необходимыми параметрами на ней методами фотолитографии, эпитаксии, диффузии, вакуумного напыления, ионного травления и т. п. формируют полупроводниковые структуры.

Далее осуществляется разделение пластин на отдельные кристаллы с последующей их установкой в корпусы полупроводниковых приборов (диодов, транзисторов, микросхем и т. п.). Каждому поколению элементной базы свойственно появление новых технологий. Так, для изготовления транзистора требуется технология получения сверхчистых веществ в виде монокристаллической структуры с последующим ее легированием.

Для производства микросхем необходимо было разработать технологии вакуумного напыления, фотолитографии, эпитаксии и др.

1.1.2. Общие сведения о функциональных структурах и материалах

В настоящее время в приборостроении применяются различные функциональные структуры и материалы.

Предметом изучения функциональных структур является изучение различных *структурных материалов*, структурных *объектов* (*макро-*, *микро-* и т. п.), способов их совмещения, а также исследование свойств полученных функциональных структур в различных условиях.

В качестве материалов функциональных структур могут выступать различные функциональные материалы (рис. 1.2).

Композиционными называются материалы, состоящие из нескольких слоев: наполнителя, матрицы и основы. Сочетание в одном материале слоев с разными свойствами позволяет получить новый продукт с качествами, отличными от характеристик каждого слоя в отдельности [1–3].

Под материалами (кристаллическими, композиционными, фазными, волокнистыми, пористыми и т. д. [2–8] принято понимать материалы, основные структурные элементы (кристаллиты, волокна, слои, поры) которых не превышают так называемой *технологической границы* – 100 нм (1 нм = 10^{-9} м),

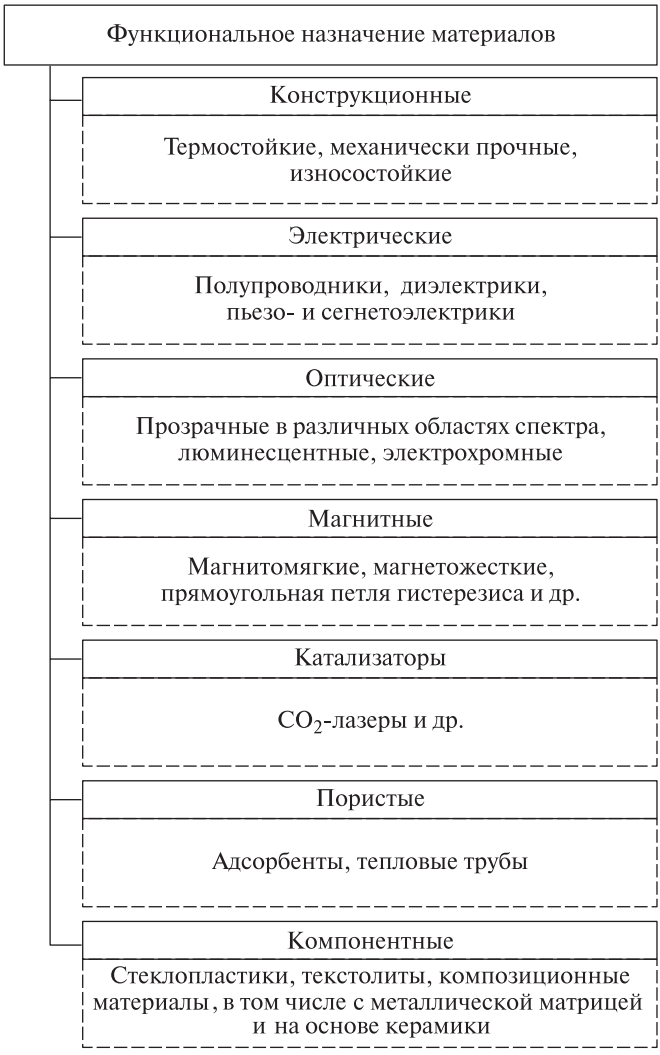


Рис. 1.2. Классификация функциональных материалов

по крайней мере в одном направлении*. Ряд исследователей высказывает мнение, что верхний предел (максимальный размер элементов) для структур должен быть связан с неким критическим характерным параметром: длиной свободного пробега носителей в явлениях переноса, размерами доменов/доменных стенок, диаметром петли Франка — Рида для скольжения

* Здесь не рассматриваются традиционные материалы (например, дисперсно-упрочненные или обычно деформируемые), в структуре которых мелкие элементы занимают незначительный (не более 10 %) объем.

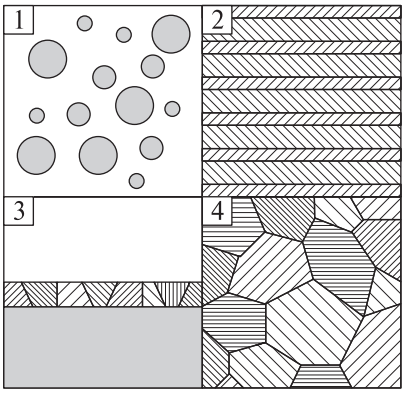


Рис. 1.3. Функциональные структуры размерности 0 – 3

дислокаций, длиной волны де Бройля и т. п. В задачу исследований входит установление многообразных связей между свойствами и структурой материалов с выявлением оптимальных структур, что осуществляется во взаимосвязи с технологией изготовления и последующей эксплуатацией структурных материалов.

Общепринятым подходом к определению малоразмерных объектов является положение о том, что к ним относятся такие объекты, размеры которых хотя бы в одном из пространственных направлений составляют примерно 0,1...100 нм [3] — это так называемые малоразмерные объекты. Следует отметить, что объекты, имеющие малые (менее 100 нм) размеры, могут быть подразделены на *нульмерные*/квазинульмерные (квантовые точки, сфероидные частицы), *одномерные*/квазиодномерные (квантовые проводники, трубки), *двухмерные*/квазидвухмерные (тонкие пленки, поверхности разделов) и *трехмерные*/квазитрехмерные (многослойные структуры с размерными дислокациями, сверхрешетки, кластеры) по количеству направлений, в которых линейные размеры $L >> 100$ нм. Также особое место занимают структуры с дробной размерностью D (фракталы) $1 < D < 2$ или $2 < D < 3$ (гетероструктуры, квазирешетки из квантовых точек и квантовых ям) [3]. Соответствующий подход применим и к структурам, только в этом случае речь идет о структурных элементах (рис. 1.3). Размерные характеристики некоторых современных систем представлены в табл. 1.1 [1–25].

Таблица 1.1

Пространственные масштабы современных систем

Объект	Параметр объекта	Величина параметра	Дополнения и комментарии
> 1 мм (макро)		мм	
Чипы, интегральные микросхемы	Характерный размер	0,1–1	Интеграция макро-, микро- и технологий электроники
Сердце взрослого человека	Характерный размер	100	Интеграция макро-, микро- и технологий миокарда
Мобильные компьютеры, мобильные телефоны и т. д.	Характерный размер	100	Интеграция макро-, микро- и технологий электроники
$1–10^3$ мкм (микро)		мкм	
Топологические элементы интегральных схем	Характерный размер	0,1–1,0	Технологии

Продолжение табл. 1.1

Объект	Параметр объекта	Величина параметра	Дополнения и комментарии
Клетки крови	Характерный размер	7	Внутрисосудистые — и микророботы
Клетки сердца	Характерный размер	50	Визуализация трансмембранного потенциала на клеточном уровне
Микромеханический акселерометр	Характерный размер	500	Интеграция микромеханических и механических технологий электроники
$1–10^3$ нм		нм	
Атомы	Диаметр атомов: Si Ge	 0,236 0,246	Разрешение просвечивающей электронной микроскопии < 0,2 нм
Кристаллическая решетка	Постоянные решетки: Si GaAs Ge	 0,543 0,565 0,566	Электронная микроскопия полупроводниковых гетероструктур
Фуллерен	Размер	0,714	Электронная микроскопия углеродных материалов
Нуклеотиды	Размеры: цитозин фосфат (аминокислота ДНК) гуанин фосфат (аминокислота ДНК)	 0,81 0,86	
Сканирующий туннельный микроскоп	Расстояние между зондом и поверхностью материала	~1	
Углеродные трубки однослойные	Диаметр	1–5	Элементы электроники
Зондовая литография	Ширина линии	5–15	Элементы электроники
Пористые полупроводники	Размеры кристаллов	10–100	Нелинейные оптические преобразователи
Квантовые точки	Размеры	1–10	Элементы электроники
Квантовые проволоки	Сечение	< 10×10	Элементы электроники

Окончание табл. 1.1

Объект	Параметр объекта	Величина параметра	Дополнения и комментарии
Квантовые ямы	Размеры	10–100	Элементы электроники
Фотонные кристаллы	Период изменения показателя преломления	100–500	Элементы интегральных оптических волноводов
Одномерные волноводные структуры с фотонными запрещенными зонами (брэгговские решетки)	Период изменения показателя преломления	100–500	Волоконно-оптические сенсоры, компоненты волоконно-оптических линий связи со спектральным уплотнением, оптические линии задержки
Периодические доменные структуры в сегнетоэлектрических кристаллах	Период изменения спонтанной поляризации	500–3000	Нелинейно-оптические устройства преобразования частоты света
Переход Джозефсона	Ширина барьера: высокотемпературные сверхпроводники, низкотемпературные сверхпроводники	~1 30–70	Элементы электроники
Сверхпроводники	Длина когерентности куперовских пар электронов: высокотемпературные сверхпроводники, низкотемпературные сверхпроводники	0,1–1,5 3–800	
Сверхпроводниковый элемент	Толщина активной области на монокристаллической подложке	100	Элементы электроники
Датчики перемещений	Чувствительность	5–100	Элементы механики
Клеточная мембрана	Толщина	7	Трансмембранный потенциал

Изучение структур и материалов как направление технологических изысканий базируется на нескольких фундаментальных и прикладных науках, а также на исследовательских методиках, иерархия которых дана на рис. 1.4. Основой являются такие фундаментальные науки, как физика, химия и биология, на стыке которых находятся несколько интегративных направлений: квантовая теория (описывающая способы поведения и взаимодействия элементов структур в масштабе атомов и субатомных частиц), физическое материаловедение (точнее, его часть, изучающая свойства материалов), физика и химия вероятности (поскольку законы поведения материи приобретают не детерминированный, а вероятностный характер), химический синтез, биохимия и молекулярная биология (описывающие структуры биологического происхождения и химические процессы синтеза структур и протекающие в самих структурах). Современная методология экспериментальных исследований предполагает также наличие моделей (в идеале адекватных компьютерным) исследуемых структур, а также методов получения информации о свойствах и структуре моделируемых объектов.

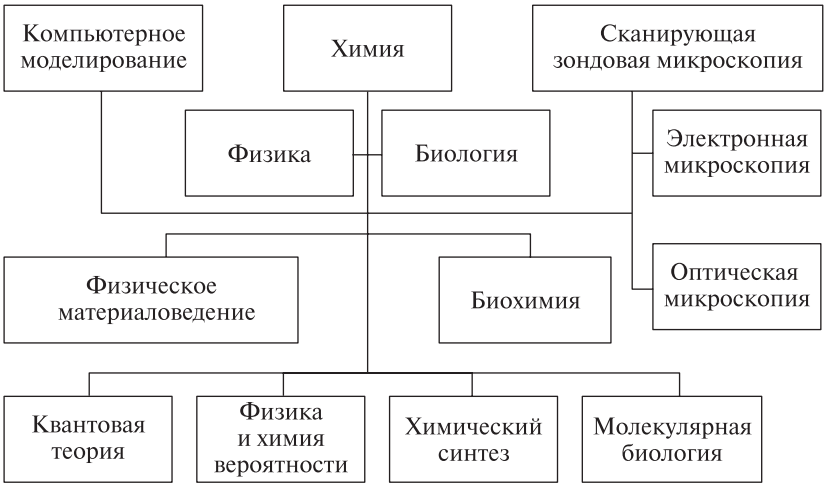


Рис. 1.4. Научный базис приборостроения

В ряде изданий, монографий и статей [1, 9–24] изложены сведения о технологии, структуре, свойствах и применении материалов и структур, однако здесь приведено лишь описание отдельных представителей классов и не отражены в полной мере особенности современного структурного направления технологии в целом (см. рис. 1.4). Чем же обусловливается современный интерес к технологии вообще и к исследованию структур в частности?

С одной стороны, современные технологии позволяют получать принципиально новые устройства и материалы с характеристиками, значительно

превышающими их современный уровень. Это первостепенно важно для создания новой элементной базы для выпуска устройств будущего, независимо от физических принципов их функционирования.

С другой стороны, технология является весьма широким междисциплинарным направлением, объединяющим специалистов в области физики, химии, материаловедения, биологии, технологии, направлений в области интеллектуальных/самоорганизующихся систем, высокотехнологичной компьютерной техники и т. д.

Наконец, решение проблем технологий, в первую очередь исследовательских, выявило множество пробелов как в фундаментальных, так и в технологических знаниях. Все перечисленное выше способствует концентрации внимания научно-инженерного сообщества в этом направлении.

Некоторые исследователи [14, 25] выделяют несколько основных разновидностей материалов:

– консолидированные материалы;
– полупроводники;
– полимеры;
– биоматериалы;
– фуллерены и трубки;
– частицы и порошки;
– пористые материалы;
– супрамолекулярные структуры.

Консолидированные материалы — компакты, пленки и покрытия из металлов, сплавов и соединений, получаемые методами, например, порошковой технологии, интенсивной пластической деформации, контролируемой кристаллизации из аморфного состояния и разнообразными приемами нанесения пленок и покрытий.

Полупроводники, *полимеры* и *биоматериалы* могут быть в изолированном и, частично, в смешанном (консолидированном) состоянии.

Фуллерены и *трубки* стали объектами изучения с момента открытия (Н. Крото, Р. Керлу, Р. Смолли, 1985 г.) новой аллотропной формы углерода — кластеров C_{60} и C_{70}, названных фуллеренами. Более пристальное внимание новые формы углерода привлекли к себе, когда были обнаружены углеродные трубки в продуктах электродугового испарения графита (С. Ишима, 1991 г.).

Частицы и *порошки* представляют собой квазинульмерные структуры различного состава, размеры которых не превышают в общем случае технологической границы. Различие состоит в том, что частицы имеют возможный изолированный характер, тогда как порошки — обязательно совокупный. Похожим образом *пористые материалы* характеризуются размером пор, как правило, менее 100 нм.

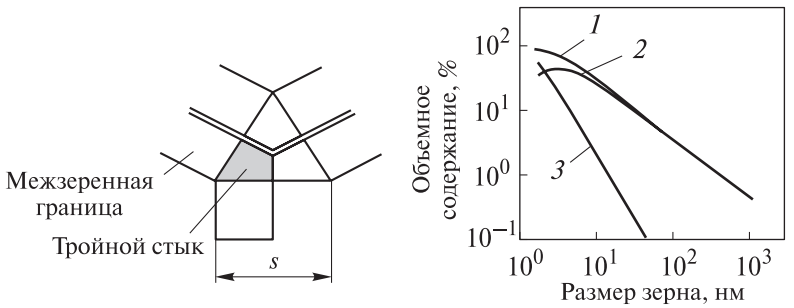
Супрамолекулярные структуры — это структуры, получаемые в результате так называемого нековалентного синтеза с образованием слабых (ван-дерваальсовых, водородных и др.) связей между молекулами и их ансамблями.

Таким образом, различные материалы и структуры разительно различаются как по технологии изготовления, так и по функциональным признакам.

Их объединяет характерный малый размер элементов (частиц, зерен, трубок, пор), определяющий структуру и свойства.

Если говорить о материалах в целом, то одной из важных особенностей их структуры является обилие поверхностей раздела (межзеренных границ и тройных стыков — линий встречи трех зерен).

Схема тройного стыка, образованного зернами в виде тетраэдрических додекаэдров, приведена на рис. 1.5, *а*; зависимость общей доли поверхностей раздела, а также доли собственно межзеренных границ и доли тройных стыков от размера зерен — на рис. 1.5, *б*.



а *б*

Рис. 1.5. Схема тройного стыка (*а*) и влияние размера зерна (*б*) на общую долю поверхностей раздела (*1*), долю межзеренных границ (*2*) и тройных стыков (*3*) при $s = 1$ нм [26]

Общая доля поверхностей раздела

$$V_{\text{п.р}} = 1 - \left[\frac{(L-s)}{L}\right]^3 \sim \frac{3s}{L}; \tag{1.1}$$

доля собственно межзеренных границ

$$V_{\text{м.г}} = \frac{\left[3s(L-s)^2\right]}{L^3}; \tag{1.2}$$

доля тройных стыков

$$V_{\text{т.с}} = V_{\text{п.р}} - V_{\text{м.г}}, \tag{1.3}$$

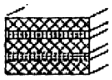
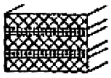
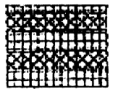
где L — размер зерна; s — ширина границы (приграничной зоны).

Одной из наиболее распространенных классификаций для основных типов структур неполимерных материалов является известная классификация Г. Глейтера [6]. По химическому составу и распределению фаз выделяют четыре типа структуры (табл. 1.2): однофазные, статические многофазные с идентичными и неидентичными поверхностями раздела и матричные многофазные. Также можно выделить три типа структуры по форме: пластинчатую,

столбчатую и содержащую равноосные включения. Здесь учитываются также возможности сегрегации на межкристаллитных границах. Наиболее распространены одно- и многофазные матричные и статические объекты, столбчатые и многослойные структуры (в большинстве случаев для пленок).

Таблица 1.2

Классификация консолидированных материалов

Форма	Однофазный	Многофазный химический состав		
		Статистическое распределение		Матричное
		Идентичные границы	Неидентичные границы	
Пластинчатая				
Столбчатая				
Равноосная				

Используется также двухбазисная классификация наноразмерных структур (НРС), представленная на рис. 1.6.

Здесь одно направление классификации (по базису) отражает различие происхождения структур, другое (по топологии) разделяет структуры по непрерывности. Подробно эти направления представлены ниже.

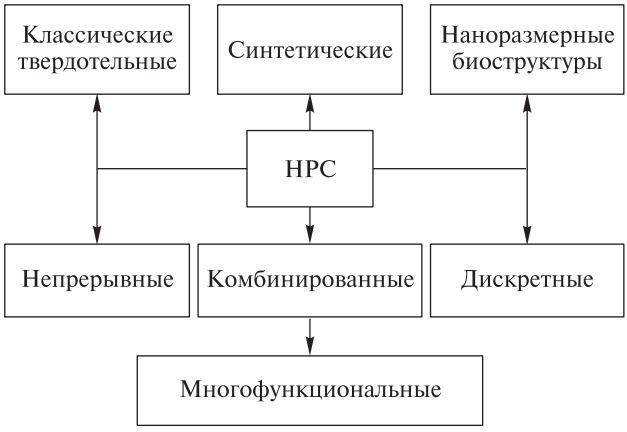


Рис. 1.6. Классификация размерных функциональных структур

Классификация функциональных структур по базису:

классические твердотельные НРС:

– частицы;
– трубки;
– металлы, полупроводники, диэлектрические тонкие пленки;
– квазиодномерные проводники;
– квазинульмерные металлы, полупроводники, диэлектрические объекты;
– кристаллы и т. д.;

синтетические НРС:

– полимер;
– синтетические волокна;
– синтетические тонкие пленки;
– коллоиды;
– кристаллы;
– каучук, кевлар, тефлон и т. п.;

размерные биоструктуры:

– биомолекулярные комплексы;
– модифицированные вирусы;
– органические структуры.

Классификация функциональных структур по топологии:

непрерывные, квазинепрерывные НРС:

– квазитрехмерные (многослойные, с размерными дислокациями, сверхрешетки, кластеры);
– квазидвухмерные (тонкопленочные);
– квазиодномерные (проводники, трубки);

дискретные, квазинульмерные НРС:

– частицы;
– квантовые точки;
– квантовые ямы;
– размерные точечные дефекты;
– элементы периодических структур;

комбинированные НРС:

– гетерогенные структуры;
– периодические многокомпонентные структуры;
– многообъектные сложные структуры (фрактальные).

Отдельную нишу с точки зрения применения в электронике и фотонике занимают такие материалы, как композиционные, керамика, пористые материалы, сверхпроводящие материалы, а также наноэлектромеханические системы (НЭМС/NEMS).

Композиционные материалы определяются наличием четкой границы разделов элементов, объемным сочетанием компонентов, а также тем, что свойства композиции шире, чем свойства совокупности компонентов. По характеру связности структурных элементов композиционные материалы подразделяют на матричные (один компонент — матрица, другие — включения), каркасные (компоненты — взаимопроникающие жесткие монолиты)

и однокомпонентные поликристаллы (структурные элементы — одно вещество с разной ориентацией главных осей анизотропии). По форме структурных элементов композиционные материалы подразделяют на волокнистые, зернистые и слоистые; по объемному расположению структурных материалов — регулярные и стохастические. Некоторые их свойства описаны в работе [27]. В электронике применяются в основном сегнетоэлектрики.

Керамика — поликристаллические материалы, полученные спеканием неметаллических порошков с размером частиц менее 100 нм. Керамику обычно подразделяют на конструкционную (для создания механически прочных конструкций) и функциональную (со специфическими электрическими, магнитными, оптическими и термическими функциями). Перспективность керамики обусловлена сочетанием многообразия свойств, доступностью сырья, экономичностью технологии производства, экологичностью и биосовместимостью. Некоторые разновидности обладают проводящими, полупроводниковыми, магнитными, оптическими, термическими и другими свойствами, которые эффективно используют в элементах приборных устройств. Функциональной с точки зрения совмещения электронных и механических систем является пьезокерамика, способная поляризоваться при упругой деформации и деформироваться под воздействием внешнего электромагнитного поля.

Пористые материалы — с размером пор < 100 нм — представляют интерес как промежуточные структуры в технологическом процессе изготовления электронных изделий: например, как мультикатализаторы, источники энергии и сенсоры.

Сверхпроводники (высокотемпературные) представляют особый интерес, так как делают возможным создание дешевых электронных приборов на основе эффектов Джозефсона и Мейснера [12], возможных только в сверхпроводниках. При этом наилучшие характеристики достигаются при размерах активной зоны менее 10 нм, что связано с малой длиной корреляции носителей в высокотемпературных сверхпроводниках (0,1...1,5 нм). С появлением методов формирования размерных структур стало возможным создание очень экономичных и быстродействующих элементов цифровой электроники, датчиков магнитного поля и аналоговых элементов.

Электромеханические системы — совокупность электронных и механических элементов, выполненных в малоразмерном исполнении на основе групповых методов. Сложные функциональные системы можно строить на основе технологий и материалов. Преимущества наноэлектромеханических систем состоят в сопряжении элементов различного функционального назначения — механических и электронных. Приборы НЭМС могут включать чувствительный элемент (ЧЭ, актуатор), схему преобразования сигнала, системы управления, системы хранения и передачи информации. Наибольший интерес представляет технология *кремний-на-изоляторе* (КНИ), позволяющая не только улучшить основные характеристики систем, но и значительно расширить перспективы приборных реализаций изделий электроники, включая сенсорику и системную технику, например, структуры КНИ и составные структуры позволяют в перспективе разрабатывать схемы с трехмерной интеграцией.

Проводники и *трубки* могут использоваться как отдельные функциональные элементы (T-, Y-образные трубки могут работать как транзисторы), так и в качестве элементов, например, как канал полевого транзистора или элементы памяти (подробнее см. работу [28]).

1.1.3. Особенности свойств функциональных структур в приборостроении

Наиболее общие свойства функциональных структур:

– с уменьшением размера элементов значительно возрастает роль поверхностей раздела (доля приповерхностных атомов увеличивается от долей процента до нескольких десятков процентов);

– свойства поверхностей раздела в микрометровом диапазоне могут сильно отличаться от таковых для крупнокристаллических материалов (краевые эффекты, влияние сил изображения, различия поверхностей раздела в композиционных материалах);

– размер элементов структур соизмерим с характерными размерами некоторых физических явлений (например, с длиной свободного пробега в явлениях переноса).

Размерные эффекты в структурах могут иметь квантовый характер (когда размер области локализации свободных носителей становится соизмерим с длиной волны де Бройля λ_B, рис. 1.7):

$$\lambda_B \approx \frac{\hbar}{\sqrt{2mE}}, \tag{1.4}$$

где $\hbar$ — постоянная Планка; m — эффективная масса электронов; E — энергия носителей.

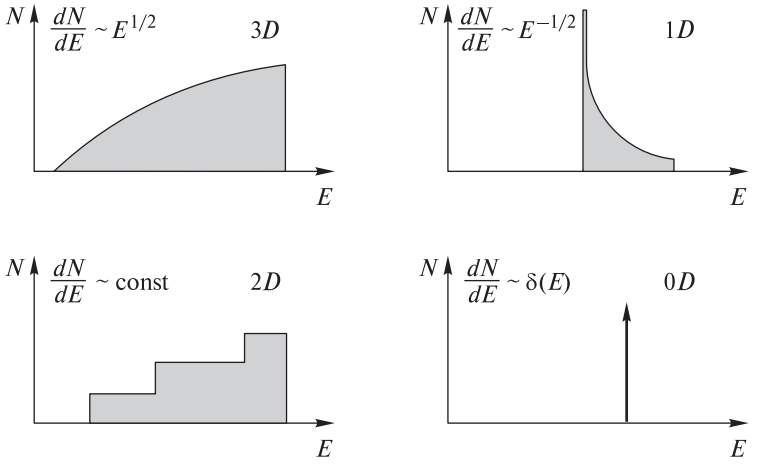


Рис. 1.7. Плотность состояний $N(E)$ для носителей зарядов в структурах с различной размерностью D

Для макроскопических структур характерна квадратичная зависимость плотности электронных состояний $N(E)$ от энергии. Уменьшение областей локализации носителей вплоть до λ_B в одном, двух или трех направлениях, как следует из решения уравнения Шредингера с соответствующими граничными условиями, сопровождается изменением характера зависимостей $N(E)$.

В пределах двух- и одноразмерных структур свободное движение носителей заряда является двухмерным и одномерным соответственно. В квантовых точках энергетический спектр электронов «квантуется» в трех измерениях и представляет собой набор дискретных уровней, разделенных зонами запрещенных состояний.

Дополнительно в структурах при уменьшении размера элементарного структурного элемента наблюдается:

– увеличение ширины запрещенной зоны;

– сдвиг полосы поглощения в область бóльших энергий, согласно теоретической зависимости $E \sim \frac{1}{R}$;

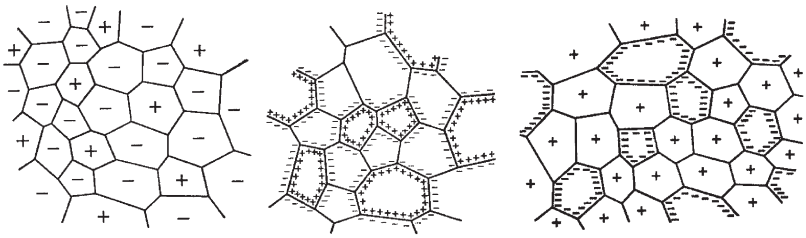
– голубой сдвиг (сдвиг спектров люминесценции в коротковолновую область);

– переход к немонотонной зависимости электрических свойств от размеров.

Отсюда очевидной становится возможность модификации электронных свойств структур по сравнению с полупроводниковыми структурами.

Многообразные связи между особенностями структуры и электронным строением и свойствами выявлены для углеродных и других трубчатых структур. Для однослойных трубок выявлена зависимость типа проводимости от хиральности: зигзагообразные трубки обладают металлическим типом проводимости, хиральные — полупроводники, причем ширина запрещенной зоны коррелирует с радиусом трубок (для узкощелевых полупроводников $\Delta E_g \sim R^{-2}$, для широкощелевых — $\Delta E_g \sim R^{-1}$).

Схемы композиционных материалов, состоящих из различно заряженных кристаллитов, показаны на рис. 1.8. Приложение внешнего электромагнитного поля изменяет заряды поверхностей раздела.



а *б* *в*

Рис. 1.8. Схемы структуры композиционных материалов, содержащих фазы различного заряда [29]:

а — в структуре *p*- (дырочные полупроводники) и *n*-кристаллиты (электронные полупроводники); *б* — фазы с различной энергией Ферми; *в* — металлы и полупроводники

Термодинамические свойства. Если говорить об особенностях термодинамических свойств и фазовых равновесных состояний, то на этот счет определенного однозначного толкования нет. Есть мнение [30], что для частиц размером более 10 нм традиционные понятия о поверхностной энергии более-менее применимы. В случае размеров 1...10 нм свойства требуют отдельного уточнения, а при размерах менее 1 нм вся частица приобретает свойства поверхностного слоя и требуется специальный подход. В первом приближении эти соображения применимы для термодинамики консолидированных материалов. Также имеются следующие термодинамические особенности, характерные для структур:

– некоторые термодинамические соотношения могут не выполняться, так как появляется дополнительная степень свободы, обусловленная наличием тождественных и независимых малых частиц (систем);

– флуктуации термодинамических переменных становятся соизмеримы со средними значениями самих свойств;

– проявляются значительные тепловые эффекты ΔH;

– точки фазового равновесия имеют тенденцию к сдвигу в область более низких температур;

– изменяются температуры фазовых превращений;

– некоторые термодинамические свойства (например, свободная энергия Гиббса G) могут терять монотонность.

Из общих соображений следует, что наличие большого числа приповерхностных атомов должно оказывать значительное влияние на фононный спектр и связанные с ним термические свойства (теплоемкость, тепловое расширение, температуру плавления, решеточные составляющие теплопроводности и др.). Отмечено, что в фононных спектрах структур появляются дополнительные низко- и высокочастотные моды. Теплоемкость практически во всех случаях повышается (при $T < 1$K — немонотонно). Изменяются характеристическая температура (убывает) и фактор, отражающий атомные смещения (Дебая — Уоллера — возрастает). Уменьшается температура плавления.

Свойства проводимости. Известно, что электрическое сопротивление металлических твердых тел определяется в основном рассеянием электронов на фононах, дефектах структуры и примесях. Значительное повышение удельного электрического сопротивления ρ с уменьшением размера структурного элемента отмечено для многих металлоподобных материалов (Cu, Pd, Fe, Ni, Ni-P, Fe-Cu-Si-B, NiAl, нитридов и боридов переходных металлов и др.). Это обусловлено повышением роли дефектов, а также особенностями фононного спектра. Практически для всех металлоподобных материалов характерно большое остаточное электрическое сопротивление при $T \approx 1...10$ K и малое значение температурного коэффициента электрического сопротивления (ТКЭ). Заметное изменение электрического сопротивления возникает при $L \leq 100$ нм. Оценки показывают, что удельное электросопротивление на межзеренной границе составляет $\rho_{м.г} \sim 3 \cdot 10^{-12}$ Ом·см и является практически одинаковым и для крупнокристаллических материалов [31].

Таким образом, электрическое сопротивление материала можно рассчитать по формуле

$$\rho_{\Sigma} = \rho_0 + \rho_{\text{м.г}}\left(\frac{S}{V}\right), \tag{1.5}$$

где ρ_0 — электрическое сопротивление монокристаллического материала с заданным содержанием примесей и дефектов; S — площадь межзеренных границ; V — объем.

При определении электрического сопротивления также следует учесть пористость, содержание примесей и другие факторы.

Электрическое сопротивление тонких пленок зависит от рассеяния электронов внешними поверхностями, топографии, особенностей структуры. Важную роль играют толщина пленки и размер структурного элемента, нормированные на длину свободного пробега.

При исследовании сверхпроводимости материалов на примере тугоплавких соединений (NbN, VN, TiN, NbCN) было установлено существенное влияние размера частиц на критическое магнитное поле [32], понижение температуры перехода в сверхпроводящее состояние.

В полупроводниках, как отмечалось ранее, уменьшение размера частиц приводит к увеличению ширины запрещенной зоны до уровня диэлектриков (например, для GaAs). Также на свойства полупроводников влияют многие факторы (природа и повышение числа сегрегаций на поверхностях раздела, изменение отклонения от стехиометрии, совершенство межзеренных границ и др.). Поэтому зависимость электрического сопротивления и диэлектрической проницаемости от размера структурного элемента может быть неоднозначной.

Применительно к свойствам гибридных композиций, например для непроводящей матрицы с металлическими частицами, наблюдается резкое повышение проводимости при определенном процентном содержании проводящего компонента, что обусловлено либо барьерным переходом, либо преимущественно туннелированием (прыжковым переходом).

Для термоэлектрических материалов характерно повышение добротности.

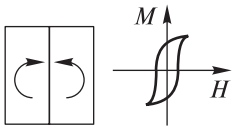
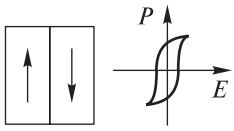
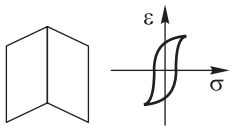
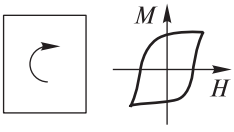
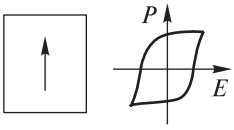
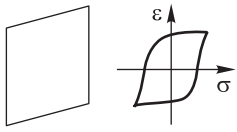
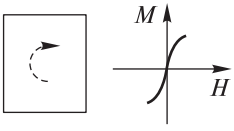
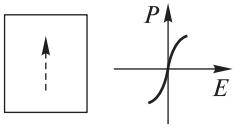
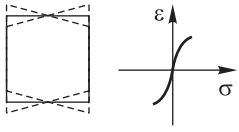
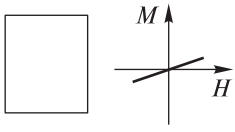
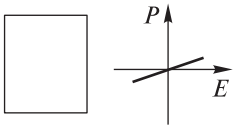
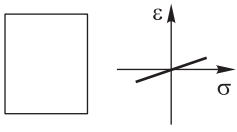
Учет нарастающего влияния квантовых эффектов (осцилляции и др.) на проводимость структур особенно важен при проектировании таких устройств, как диоды, транзисторы, переключатели и т. п.

Магнитные свойства. Магнитные характеристики также чувствительны к критическому размеру структурного элемента и в настоящий момент активно исследуются. Еще не совсем понятны закономерности изменения магнитной восприимчивости в зависимости от размера кристаллитов для диа- и парамагнетиков, однако для материалов с высокой концентрацией деформационных дефектов отмечается ее повышение. В связи с тем что магнитные свойства существенно зависят от расстояния между атомами, естественно предположить, что намагниченность насыщения I_s, температура Кюри T_{C} и другие параметры ферромагнитного состояния материалов будут меняться по сравнению с крупнокристаллическими объектами. Так, значение I_s для кристаллического Fe (L = 6 нм) на 40 % ниже.

Суперпарамагнетизм проявляется для частиц (кристаллов) ферро-, ферри- и антиферромагнетиков в случаях, когда энергия тепловых флуктуаций становится сравнимой с энергией поворота магнитного момента частиц. В табл. 1.3 показано изменение характеристик различных ферроиков под влиянием соответствующих полей с учетом дисперсности.

Таблица 1.3

Влияние размерного фактора на характеристики ферромагнетиков, сегнетоэлектриков и сегнетоэластов [33]

Размер кристаллитов, нм	Ферромагнетики	Сегнетоэлектрики	Сегнетоэластики
1000 (многодоменная структура)			
100 (однодоменная структура)			
10 (суперпарамагнетик)			
1 (парамагнетик)			

Коэрцитивная сила H_c различных магнитомягких материалов немонотонно зависит от размера кристаллитов. При размере L до 40...70 нм она возрастает, в области 40...70 нм имеет плоский максимум, а затем убывает при дальнейшем уменьшении размера кристаллитов. Оптимальные характеристики (минимальное значение H_c, максимальной магнитной проницаемости $\mu = \frac{B}{H}$ и индукции насыщения B_s) магнитомягких материалов реализуются при размере кристаллитов менее 20 нм.

Гигантским магнитно-резистивным эффектом обладают многослойные пленки (сверхрешетки), состоящие из чередующихся слоев ферромагнитного

и немагнитного материалов (Fe/Cr, Co/Cu, Ni/Ag и др.), а также порошковых композиций такого состава. При приложении магнитного поля к этим структурам наблюдается значительное уменьшение электрического сопротивления по сравнению с однородными аналогичными материалами. Также для магнитных сверхрешеток и магнитотвердых материалов при уменьшении толщины пленок и размеров кристаллитов может наблюдаться переход в суперпарамагнитное состояние, сопровождаемое нарушением магнитного порядка (снижением магнитных характеристик).

У антиферромагнетиков типа CuO и NiO зависимость намагниченности от приложенного магнитного поля имеет характерный для ферромагнетиков вид, т. е. обнаруживаются гистерезисные свойства.

Помимо этого магнитным материалам присущ магнитокалорический эффект, состоящий в упорядочивании магнитных спинов внедренных магнитных частиц в структуру немагнитной или слабомагнитной матрицы вдоль направления приложенного магнитного поля.

Увеличение твердости и прочности материалов, изменения пластичности, упругих характеристик, стабильности, каталитических и диффузных свойств известны и изучаются в настоящее время. Эти особенности также можно использовать при создании элементов приборных устройств.

1.1.4. Применение функциональных структур для создания элементов приборных устройств

Переход к новым методам производства, особенно к созданию изделий «снизу вверх» с помощью поатомной или помолекулярной сборки, возможен в течение ближайших десятилетий. Однако в данном случае речь идет о ближайшей перспективе использования тех или иных материалов или структур. Можно предположить три направления для электроники: конструкционное (улучшение прочностных характеристик несущих конструкций, корпусных и других элементов); функциональное (улучшение используемых и применение новых свойств с помощью технологии); комбинированный подход. В настоящее время размерные покрытия и частицы используются для увеличения прочностных характеристик материалов в разы и на порядки; известны фильтрационные, каталитические, абсорбционные свойства пористых материалов: частицы (Co, Ni), кристаллические железные пленки (ZrN, AlN), сверхрешетки типа Nb/Fe, Nb/Ge, ультрадисперсные порошки обладают уникальными магнитными свойствами. Проволочные композиционные материалы (типа Cu–Nb), проводящие структурные пленки TiN, TiB_2, частицы металлов в полимерах, использование трубок позволяют улучшать одновременно характеристики электропроводности и прочности. Термоэлектрические материалы (сверхрешетки на основе квантовых точек PbSeTe, квантовых проволок SiGe и квантовых стенок $PbTe/Pb_{1-x}Eu_xTe$) благодаря высоким параметрам добротности считаются перспективными для систем преобразования солнечной энергии и криотехники. Материалы с высокой диэлектрической проницаемостью (сегнетоэлектрики на основе $Pb(Ti, Zr)O_3$)

применяются в качестве многослойных конденсаторов, термисторов, варисторов, элементов памяти, чувствительных датчиков и др., структуры металл–диэлектрик–полупроводник являются основными базовыми элементами интегральных схем (ИС). Переход к полупроводникам сопровождается сдвигом спектров люминесценции в коротковолновую область, увеличением ширины запрещенной зоны, что находит применение в важных технических приложениях. Монокристаллические частицы в полимерных матрицах рассматриваются как возможные светодиоды и оптические переключатели, а также сенсоры. Использование гетероструктур с квантовыми ямами и сверхрешетками типа AlGaAs/GaAs в полупроводниковых лазерах позволяет снизить пороговые токи и применять более короткие волны излучения, что повышает быстродействие, снижает энергопотребление оптоволоконных систем. Проводники и особенно трубки являются самыми перспективными для создания эмиттеров, транзисторов и переключателей нового поколения [28, 34–36]. Наконец, электромеханические системы позволят связать макро- и микромиры со всей совокупностью электронных устройств. Сфера применения НЭМС — суперминиатюрные сенсоры, электромоторы, преобразователи, датчики, вентили, клапаны, конденсаторы, резонаторы, генераторы и др. Сообщается, что измерение перемещений на уровне тысячных долей метра возможно с помощью НЭМС на основе датчика из GaAs (3000×250×200 нм) в совокупности с одноэлектронным транзистором [37]. Большой интерес представляют и различные комбинированные подходы. Информация о применении функциональных структур приведена в табл. 1.4.

Таблица 1.4

Функциональные структуры в элементах приборных устройств

Размерные материалы (структуры)	Размер, нм	Методы получения	Применение в качестве элементов приборных устройств	Преимущества
Кристаллические структуры силицидов, оксидов, нитридов, карбидов Ni, Cr, Mn, Ti, Pt, Pd, Mo, W	Около 70	Ионная модификация (ионный синтез)	Транзисторы с Ме-базой, захороненные коллекторные контакты в скоростных биполярных транзисторах, системы межсоединений в скоростных ИС, сверхбольших интегральных схемах (СБИС)	Высокая скорость
Гетероструктуры (InAs/GaAs, Ge/Si, CdSe/ZnSe, CdTe/ZnTe) с имплантированными квантовыми точками	1–20*	Молекулярно-лучевая эпитаксия (МЛЭ), осаждение из жидкостной, газовой фазы	Энергонезависимая память, фотоэмиттеры, фотоприемники, туннельно-резонансные диоды, оптоволоконные системы	Низкое энергопотребление, высокая стабильность, скорость

Продолжение табл. 1.4

Размерные материалы (структуры)	Размер, нм	Методы получения	Применение в качестве элементов приборных устройств	Преимущества
Композиционные материалы (размерные сегнетоэлектрики цирконата титаната свинца, $SrBi_2Ta_2O_9$)	10–100	Магнетронное напыление, лазерная абляция, химическое осаждение из газовой фазы (MOCVD), золь-гель метод	Энергонезависимая и динамическая память, конденсаторы, устройства на поверхностно акустических волнах, микроаттенюаторы, датчики, оптические процессоры, световоды, линии задержки, умножители частоты и др.	Высокая скорость, высокое напряжение пробоя, низкие потери, специальные свойства
Керамика	1–100	Спекание неметаллических порошков	Пьезоэлементы, пьезодатчики, диэлектрики, полупроводники, проводники, магнитные, оптические элементы, конструкционные корпусные элементы	Многообразие свойств, доступность сырья, экономичные технологии, экологичность
Пористые материалы (НПМ)	1–100	Гидротермальный синтез, золь-гель процессы, электрохимические методы, обработка хлором карбидных материалов, создание НПМ на основе ДНК	Промежуточные структуры в технологическом процессе изготовления электронных изделий, мультикатализаторы; источники энергии, сенсоры	Эффективные каталитические процессы, возможность селективной фильтрации, фотокаталитические свойства, адсорбция
Сверхпроводники: пленки $Y_1B_2C_3O_7$(YBCO), $Zr(Y)O_2$, $(Bi,Pb)_2Sr_2Ca_2Cu_3O_{10}$ (BPSCCO)	10–100	Лазерное осаждение, MOCVD, магнетронное распыление, аэрозольное осаждение	Датчики магнитного и ИК-излучений, быстродействующие цифровые и аналоговые элементы	Экономичность, быстродействие

Окончание табл. 1.4

Размерные материалы (структуры)	Размер, нм	Методы получения	Применение в качестве элементов приборных устройств	Преимущества
НЭМС (Si, SiC, Al_2O_3, SiO_2 и т. п.)	10–100	Селективное травление с использованием химических, электрохимических, плазменных, комбинированных методов, термоадгезионное, термоэлектростимулированное сращивание	Датчики, активные и пассивные элементы ИС с улучшенными характеристиками, трехмерные ИС, оптические системы, системы управления и обработки информации, лаборатории на чипе, СВЧ-приборы	Помехозащищенность, уменьшение паразитных наводок, надежность *p*–*n*-переходов
Частицы	1–100	Испарение и конденсация, высокоэнергетическое разрушение (измельчение, детонационная обработка, электронный взрыв), синтез, термическое разложение	Имплантация и комбинирование с другими структурами	Улучшение свойств структур при имплантации
Проводники и трубки	1–30	Зондовые методики, химическое и физическое осаждение из газовой фазы, электродуговой разряд, термообработка углеродсодержащих структур	Сенсоры, эмиттеры, транзисторы, переключатели, элементы памяти, очень широкий круг применения трубок	Высокие прочностные и электрические проводящие, полупроводниковые и диэлектрические свойства

*Например, кластеры с возможностью реализации квантово-размерных эффектов реализуются только при нанесении слоев толщиной менее 10 монослоев Ge [16].

Тесты к лекции 1.1

1. ***Что является предметом изучения функциональных структур?***

а) изучение различных структурных материалов, структурных объектов, способов их совмещения, а также исследование свойств полученных функциональных структур в различных условиях;

б) изучение функционирования различных объектов, способов их фиксации;

в) изучение способов получения различных материалов.

2. ***Какие материалы называют композиционными?***

а) материалы, состоящие из нескольких слоев: слоя-наполнителя и слоя-матрицы, основы;

б) материалы, представляющие собой сплавы нескольких металлов;

в) материалы, представляющие собой сплавы из нескольких полупроводников.

3. ***Какие объекты считаются малоразмерными?***

а) объекты, размеры которых хотя бы в одном из пространственных направлений составляют примерно 0,1...100 нм;

б) объекты, размеры которых хотя бы в одном из пространственных направлений составляют примерно 0,1...100 мкм;

в) объекты, размеры которых хотя бы в одном из пространственных направлений составляют примерно 0,1...100 мм.

4. ***Чем определяется электросопротивление металлических твердых тел?***

а) в основном рассеянием электронов на фононах, дефектах структуры и примесях;

б) в основном величиной приложенного внешнего напряжения;

в) в основном величиной проходящего тока.

5. ***Что такое электромеханические системы?***

а) совокупность электронных и механических элементов, выполненных в малоразмерном исполнении на основе групповых методов;

б) совокупность микросхем, выполненных в малоразмерном исполнении в одном корпусе;

в) совокупность микросхем, емкостей и резисторов, выполненных в малоразмерном исполнении в одном корпусе.

6. ***Что такое керамика?***

а) поликристаллические материалы, полученные спеканием неметаллических порошков с размером частиц менее 100 нм;

б) органические материалы, полученные спеканием органических порошков с размером частиц менее 100 нм;

в) монокристаллические материалы, полученные спеканием металлических порошков с размером частиц менее 100 нм.

1.2. ОСНОВНЫЕ ПРОИЗВОДСТВЕННЫЕ ПРОЦЕССЫ В ПРИБОРОСТРОЕНИИ

Цель лекции — изучение основных производственных процессов в прибо-ростроении и их характеристик.

1.2.1. Характеристики производственных процессов

Изготовление надежных приборов, способных работать в течение длительного времени, является одной из важных задач как разработчиков, так и технологов.

Современное производство приборов представляет собой сложный процесс превращения сырья, материалов, полуфабрикатов и других предметов труда в готовую продукцию, удовлетворяющую потребностям заказчика. Таким образом, совокупность всех действий людей и орудий труда, осуществляемых на предприятии для изготовления конкретных видов продукции, называется производственным процессом.

Производственный процесс состоит из основных, вспомогательных и обслуживающих процессов.

Основными называются производственные процессы, в ходе которых осуществляется изготовление основной продукции, выпускаемой предприятием. Результатом основных процессов в приборостроении являются выпуск приборов и аппаратов, составляющих производственную программу предприятия и соответствующих его специализации, а также изготовление запасных частей к ним для поставки потребителю.

К вспомогательным относятся процессы, обеспечивающие бесперебойное протекание основных процессов. Их результатом является продукция, используемая на самом предприятии. Вспомогательными являются процессы по ремонту оборудования, изготовлению оснастки, выработка сжатого воздуха и т. д.

Обслуживающими называются процессы, в ходе реализации которых выполняются услуги, необходимые для нормального функционирования и основных, и вспомогательных процессов. К ним относятся, например, процессы транспортировки, складирования, подбора и комплектования деталей и т. д.

Основной частью производственного процесса являются технологические процессы, которые содержат целенаправленные действия по изменению и определению состояния предметов труда. В ходе реализации технологических процессов происходит изменение геометрических форм, размеров и физико-химических свойств предметов труда.

Технологический процесс (ТП) — часть производственного процесса, содержащая целенаправленные действия по изменению и (или) определению состояния предмета труда.

Технологическая операция — часть ТП, выполняемая непрерывно на одном рабочем месте, над одним или несколькими одновременно обрабатываемыми или собираемыми изделиями, одним или несколькими сотрудниками.

Установ — законченная часть операции, выполняемая при одной схеме обработки одной детали за одну или несколько позиций (переходов). Составной частью установа является установка детали на станке или в приспособлении.

Цель технологической операции — получение заданной конфигурации технологических структурных элементов. Для этого может осуществляться удаление материала с поверхности заготовки, нанесение материала на ее поверхность и модификация поверхностного слоя (рис. 1.9).

Для удаления инородного материала с поверхности заготовки применяются, например, очистка, шлифовка и полировка. Может также осуществляться избирательное удаление материала для получения определенной конфигурации поверхности заготовки.



Рис. 1.9. Цель технологической операции

Нанесение материала на поверхность заготовки выполняется для обеспечения специфических свойств, например, коррозиестойкости, электропроводности, электроизоляции, фоточувствительности и т. п.

Модификация поверхностного слоя, например, легирование, окисление, цементация, азотирование, цианирование и т. п., осуществляется для получения особых свойств приповерхностного слоя заготовки.

В зависимости от подробности разработки типизации, наличия оборудования и объема выпуска изделий ТП классифицируют на следующие виды:

– *проектный* (начальная стадия, много вариантов);

– *рабочий* (конкретный, для работы);

– *единичный* (только на данное изделие, как правило, массовое производство);

– *типовой* (на конструктивно подобные изделия. Например, на изготовление ПП);

– *групповой* (на технологически подобные изделия для мелкосерийного, многономенклатурного производства);

– *временный* (оперативный), для имеющегося на предприятии оборудования при изготовлении пробных изделий;

– *стандартный* (обязательный к применению для отрасли, государства. Например, стандартные методики испытания электронно-вычислительной аппаратуры);

– *перспективный* (для вновь разрабатываемых производств или модернизации старых предприятий);

– *маршрутный*;

– *операционный*;

– *маршрутно-операционный*.

Последние три вида определяют степень подробности разработки ТП.

Маршрутный ТП определяет порядок (маршрут) следования операций, их вид и наименование, оборудование и оснастку для выполнения операций, трудоемкость выполнения операций и квалификацию работников. Для мелкосерийного производства достаточна разработка *маршрутной технологии*. При этом все параметры разработки заносятся в маршрутные карты. Для средне- и крупносерийного, а также массового производств после маршрутной технологии следует разработка *операционной технологии*. При этом каждую операцию разрабатывают подробно. Окончательно выбирают оборудование и оснастку, выбирают или рассчитывают технологические режимы. Операция дробится на технологические переходы — используется принцип дифференциации и концентрации технологических переходов при выполнении операции. Создают эскиз операции с установочными базами и настроечными размерами. Рассчитывают *операционное время* ($t_{оп}$) и окончательно устанавливают *норму штучного времени* ($T_{шт}$). Данные разработки заносят в операционные карты.

Маршрутно-операционная технология применяется, когда на отдельные наиболее сложные операции маршрутной технологии разрабатывается операционная технология.

Исходными данными для разработки ТП являются:

– конструкторская документация на изделие (сборочные чертежи, рабочие чертежи, электрические схемы, монтажные схемы);

– технические требования на изделие, где указываются дополнительные требования к изделию. Например, необходимость защиты, виды испытаний;

– спецификация на входящие в изделие компоненты;

– объем выпуска продукции (N);

– сроки выпуска (еженедельно, ежемесячно, ежеквартально);

– наличие технологического оборудования, оснастки;

– справочная, нормативная литература, программы.

Государственным стандартом установлены следующие стадии разработки приборов:

– техническое предложение;

– эскизный проект (ЭП);

– технический проект;

– рабочая конструкторская документация для выпуска опытного образца или серийного (массового) производства.

1.2.2. Показатели конструкции приборов

Электронные приборы — устройства, созданные из электронных компонентов, работа которых основана на использовании электрических, тепловых, оптических и акустических явлений в твердом теле, жидкости, вакууме, газе или плазме.

Основными требованиями, предъявляемыми к приборам, являются надежность, точность, простота в эксплуатации, малые масса и габаритные размеры, экономичность производства.

Перед тем как перейти к рассмотрению вопросов производства, необходимо дать ответ на вопросы: что планируется изготавливать? какими показателями должна характеризоваться выпускаемая продукция?

Большое разнообразие имеющихся в эксплуатации и на рынке приборов требует от разработчиков этого вида техники знания наборов показателей, по которым возможно сравнивать существующие модели прибора с разрабатываемой. Безусловно, важнейшую роль при этом будут играть эксплуатационные и экономические показатели. С ними непосредственно связаны параметры, характеризующие прибор как объект конструкторско-технологической разработки. К таким показателям в первую очередь относятся следующие.

Сложность конструкции

$$C = K_1(K_2 N_э + K_3 M_с), \tag{1.6}$$

где K_1, K_2 и K_3 — масштабный и весовые коэффициенты соответственно; $N_э$ — число составляющих прибор элементов; $M_с$ — число соединений.

Выражение (1.6) связывает число составляющих прибор ИМС, полупроводниковых приборов, электрорадиоэлементов, элементов коммутации

с числом разъемных и неразъемных соединений между ними, что определяет габаритные размеры, массу, надежность и другие общие параметры прибора.

Число элементов, образующих прибор,

$$N_э = \sum_{j=1}^{N_у} \sum_{i=1}^{K_п} n_{ji}, \tag{1.7}$$

где $N_у$ — число устройств в приборе; $K_п$ — число типов применяемых элементов; n_{ji} — число элементов i-го типа, входящих в j-е устройство.

Объем прибора

$$V = V_N + V_с + V_к + V_{т.у}, \tag{1.8}$$

где V_N — общий объем ИМС и электрорадиоэлементов, образующих прибор; $V_с$ — объем, занимаемый всеми видами соединений; $V_к$ — объем несущей конструкции, обеспечивающей прочность и защиту прибора при транспортировании и эксплуатации; $V_{т.у}$ — объем теплоотводящего устройства.

Коэффициент интеграции, или *коэффициент использования физического объема,*

$$q_и = V_N/V \tag{1.9}$$

характеризует степень использования физического объема прибора элементами, выполняющими полезную функциональную нагрузку, т. е. непосредственно определяющими электрическую схему прибора ($q_и$ всегда меньше единицы и приближается к ней с использованием больших ИС).

Общая масса прибора, определяемая как сумма масс входящих в состав прибора элементов,

$$m = m_N + m_с + m_н + m_{т.у}, \tag{1.10}$$

где m_N — масса всех устройств прибора; $m_с$ — масса всех соединений; $m_н$ — масса несущей конструкции; $m_{т.у}$ — масса теплоотводящего устройства.

Общая мощность потребления прибора:

$$Q = \sum_{i=1}^{N_y} q_j, \tag{1.11}$$

где q_j — мощность потребления j-го устройства. Для цифровых устройств потребляемая ими мощность зависит от средней мощности потребления электронных компонентов. Известно, что 80...90 % мощности потребления рассеивается в виде теплоты и определяет тепловой режим прибора и соответствующие перегревы элементов конструкции.

Общая площадь, занимаемая прибором,

$$S = \sum_{j=1}^{N_y} S_j, \tag{1.12}$$

где S_j — площадь, требуемая для эксплуатации j-го элемента прибора.

Собственная частота колебаний конструкции (элемента, устройства или всего прибора)

$$f_0 = \frac{1}{2\pi}\sqrt{\frac{K}{m}}, \tag{1.13}$$

где K — *коэффициент жесткости* конструкции; m — масса конструкции прибора.

Степень герметичности конструкции прибора, определяемая количеством газа, истекшего из определенного объема конструкции за известный отрезок времени,

$$D = \frac{V_0}{\tau_{сл}}\Delta p, \tag{1.14}$$

где V_0 — объем герметизированной части прибора; $\tau_{сл}$ — срок службы прибора; Δp — избыточное давление газа в конструкции прибора.

Вероятность безотказной работы прибора $p(t)$ и *средняя наработка на отказ* $T_{ср}$ — показатели надежности прибора.

Степень унификации прибора

$$K_{ун} = \frac{N_{ун}}{N_э}, \tag{1.15}$$

где $N_{ун}$ — число унифицированных элементов; $N_э$ — общее число примененных в приборе элементов.

Коэффициент автоматизации конструкторских работ

$$K_а = \frac{M_а}{M}, \tag{1.16}$$

где $M_а$ — число конструкторских работ, выполненных с применением САПР; M — общее число конструкторских работ.

Важнейшим параметром, определяющим большинство эксплуатационных, конструкторско-технологических и экономических характеристик разрабатываемого прибора, является **технологичность**.

Различная физическая природа показателей, характеризующих качество прибора, затрудняет проведение сравнительного анализа и выбор наилучшей по своим характеристикам аппаратуры как проектировщикам, так и потребителям. Для решения этой задачи могут быть использованы различные многокритериальные методы теории принятия решений. Одним из таких методов является выбор одного или нескольких решений по минимаксному критерию, не учитывающему взаимное влияние частных показателей качества.

Исходными данными в задаче выбора наилучшего по своим показателям прибора являются: множество вариантов реализации прибора i (i =1, N); набор показателей качества j (j = 1, M); коэффициент важности показателей качества λ_j. При этом чем меньше λ_j, тем важнее j-й показатель. Количественные значения коэффициентов важности устанавливаются на основании

имеющегося у разработчика или потребителя опыта либо с применением метода экспертных оценок. Установление наилучшего варианта прибора проводится путем определения *обобщенного показателя качества*, рассчитываемого по выражению

$$F_i = \sum_{j=1}^{M} \left[\frac{q_j(i) - q_j^*}{q_{(j\max)}} \right] \lambda_j, \qquad (1.17)$$

где $q_j(i)$ — значение j-го показателя; q_j^* — минимальное (наилучшее) значение j-го показателя; $q_{j\max}$ — максимальное (наихудшее) значение j-го показателя; λ_j — коэффициент важности j-го показателя.

В качестве примера рассмотрим применение метода подбора по минимаксному критерию для случая выбора наилучшего варианта прибора из пяти имеющихся, показатели конструкции которых приведены в табл. 1.5.

Таблица 1.5

Показатели конструкции для тест-образцов

Вариант прибора	Показатель				
	m, кг	Q, ВА	V, дм^3	$p(t)$	K_a
Прибор-1	12,5	80,0	15,0	0,90	0,2
Прибор-2	8,0	60,0	12,0	0,80	0,3
Прибор-3	10,5	90,0	8,0	0,99	0,5
Прибор-4	6,0	70,0	10,0	0,88	0,8
Прибор-5	5,5	80,0	9,0	0,92	0,6
λ_j	0,3	0,2	0,5	0,10	0,9

Поскольку обязательным для рассматриваемого метода является соблюдение условия: меньшему численному значению показателя соответствует его лучшее качество, то приведенные в табл. 1.5 данные по $p(t)$ и K_a следует пересчитать по выражениям: $p(t)^* = 1/p(t)$ и $K_a^* = 1/K_a$. После пересчета табл. 1.5 преобразуется в табл. 1.6.

Таблица 1.6

Приведенные показатели конструкции для тест-образцов

Вариант прибора	Показатель				
	m, кг	Q, ВА	V, дм^3	$p(t)^*$	K_a^*
Прибор-1	12,5	80,0	15,0	1,10	5,0
Прибор-2	8,0	60,0	12,0	1,25	3,3
Прибор-3	10,5	90,0	8,0	1,00	2,0
Прибор-4	6,0	70,0	10,0	1,14	1,25
Прибор-5	5,5	80,0	9,0	1,09	1,67
λ_j	0,3	0,2	0,5	0,10	0,9

Для каждого из вариантов прибора, используя выражение (1.12), рассчитаем обобщенные показатели качества F_i (табл. 1.7).

Таблица 1.7

Обобщенные показатели качества для тест-образцов

Вариант прибор	Показатель					
	m, кг	Q, ВА	V, дм^3	$p(t)^*$	K_a	F_i
Прибор-1	0,168	0,044	0,233	0,008	0,675	1,128
Прибор-2	0,06	0,0	0,13	0,02	0,369	0,579
Прибор-3	0,12	0,067	0,0	0,0	0,135	0,322
Прибор-4	0,012	0,022	0,067	0,0112	0,0	**0,1122**
Прибор-5	0,0	0,044	0,033	0,0072	0,756	0,8402
λ_j	0,3	0,2	0,5	0,1	0,9	

Как следует из данных табл. 1.7, минимальным значением обобщенного показателя качества обладает вариант аппаратуры, обозначенный как Прибор-4.

Одним из критериев конструкции приборов является *эффективность* (*efficiency*) — достижение каких-либо определенных результатов с минимально возможными издержками или получение максимально возможного объема продукции из данного количества ресурсов [5]. Эффективность производства означает распределение имеющихся в наличии ресурсов таким образом, что невозможно увеличить объем производства каких-либо товаров без сокращения объема производства других товаров. Эффективностью часто называют оптимальность по Парето.

Внедрение концепции «Индустрия 5.0» изменяет подходы к разработке и производству изделий электроники при обеспечении заданного уровня качества и надежности. Современное производство в условиях четвертой промышленной революции рассматривается как «бережливое производство», в основе которого лежат инкапсуляция персонала в производственный процесс, постоянное совершенствование производства в целях увеличения добавленной стоимости за счет уменьшения каких-либо потерь [39, 40]. «Бережливое производство» — это концепция управления организацией, предназначенная для минимизации различных затрат и максимальной ориентации на потребителя [39, 40]. Она включает набор инструментов, таких как Just-In-Time, Kanban, 5S и др., совместное использование которых позволяет уменьшить потери.

Ликвидация потерь за счет внедрения концепции «бережливого производства» позволяет обобщить разрозненные методы управления качеством. Одним из показателей качества в приборостроении является технологичность [41, 42]. Под технологичностью устройства понимается комплексный показатель, учитывающий совокупность свойств изделия, определяющих приспособленность его конструкции к минимизации ресурсов при его производстве, эксплуатации и утилизации [41].

Технологичность конструкции изделия — понятие комплексное и относительное, зависящее от объема выпуска изделия. Оно отражает не функциональные свойства изделия, а свойства его как объекта производства и эксплуатации. Методика интегральной оценки показателей технологичности конструкций электронной аппаратуры приведена в [42]. При этом встает вопрос, как учитывать вклад компонентов «бережливого производства» в общий показатель технологичности изделия.

Классическую модель «бережливого производства» принято строить на основе карт текущего состояния потока создания ценности и карты будущего состояния соответственно. Составление карты потока создания ценности позволяет оценить скрытые в процессе производства потери. Оно фиксирует операции, создающие и не создающие добавленную ценность, что дает понимание о том, какие непроизводительные затраты и потери препятствуют повышению эффективности использования оборудования.

В общем случае влияние внедрения компонентов «бережливого производства» на общую технологичность изделия следует учитывать в виде коэффициента общей эффективности оборудования K_{OEE} (*Overall Equipment Effectiveness*), который используется для идентификации потерь, возникающих как на отдельной установке, так и на производственной линии в целом. Он отражает происходящие улучшения/ухудшения за определенный промежуток времени [39]. Этот показатель учитывает не только производительность станка, но и фактически отработанное время, а также процент изделий без дефектов (по сравнению со всей выработкой) и в комплексе отражает уровень эффективности использования оборудования.

Коэффициент общей эффективности оборудования может быть рассчитан по следующей формуле: $K_{\text{OEE}} = K_{\text{д}} \times K_{\text{пр}} \times K_{\text{к}}$, где $K_{\text{д}}$ — коэффициент доступности; $K_{\text{пр}}$ — коэффициент производительности; $K_{\text{к}}$ — коэффициент качества [39].

После оценки K_{OEE} его значение учитывается в комплексном коэффициенте технологичности изделия [42], что обеспечивает учет от внедрения компонентов «бережливого производства».

Реализуя концепцию «Управляемый данными» (*Data-driven*) возможно обеспечение качества цифровых сервисов посредством анализа данных (в том числе предиктивного) [39, 40]. Такая концепция позволяет обрабатывать производственную информацию на основе ретроспективного анализа. Обобщенную количественную оценку эффективности сервисов при таком подходе проводят на основе оценки технических KPI (*Key Performance Indicators* — ключевые показатели эффективности).

Современные изделия приборостроения, в том числе киберфизические системы, — это сложные системы. Одной из проблем управления их качеством является построения системы метрик, показателей их эффективности. Такая система метрик зависит от бизнес-процессов и текущих целей. Методики контроля качества сервисов целесообразно реализовывать на основе визуальных моделей бизнес-процессов управления данными с оценкой соответствующих метрик [41, 42]. Применение визуальных моделей с системами

метрик позволяет проводить иерархическую декомпозицию рассматриваемой системы, выявлять подсистемы с низкой производительностью, проводить анализ данных (в том числе и предиктивный), формировать рекомендации и аналитические отчеты с различным уровнем детализации. Такие системы состоят из набора процедур и показателей, которые обеспечивают непрерывное измерение эффективности процессов и сервисов в целом [39]. Ключевые показатели эффективности KPI определяются как набор метрик, которые сосредоточены на основных критических видах деятельности. При этом для дальнейшей аналитической обработки данные целесообразно визуализировать и впоследствии использовать для принятия обоснованных решений. В парадигме «Индустрия 5.0» решение может быть принято с помощью применения методов описательной, предиктивной или предписывающей аналитики, полученной по результатам обработки данных, начиная с малозначимых разрозненных «сырых» данных до состояния знания, набора инструкций и т. п. (рис. 1.10).



Рис. 1.10. Цепочка формирования ценности данных

Платформа Data-driven рассматривает все данные, формируемые на протяжении всего жизненного цикла продукции, включая как структурированные, так и неструктурированные данные, а также текстовые, аудио-, видео- и графическую информацию. В отличие от более ранних подходов, особенно подхода компьютеризированного производства, предприятие, управляемое данными, не стремится полностью автоматизировать все операции и процессы принятия решений, оно применяет предиктивные методики сбора и обработки разнообразной технической и общепроизводственной статистики.

Для внедрения платформы Data-driven необходимо сформировать инфраструктуру и эффективную методику по работе с данными, обеспечить интеграцию разнородных инфосистем, сформировать корпоративное хранилище данных и применять инструменты аналитики для аналитики данных и извлечения знаний, сформировать механизм оперативного централизованного предоставления информации для сотрудников на всех уровнях иерархии. Это создает новые возможности для конкурентных преимуществ производственных компаний, особенно в отношении эффективных и гибких процессов непрерывного совершенствования на протяжении всего жизненного цикла продукции.

Современное производство развивается в условиях сквозной цифровизации, которые направлены на повышение общего качества проектирования продуктов и производственных систем. Внедрение цифровых сервисов позволяет лучше контролировать жизненный цикл продукта и предоставляет

широкие возможности для прогнозирования и активного управления на самых ранних стадиях. Реализуя положения «бережливого производства» вместе с инструментами цифровой трансформации, стало возможным перейти к глобальному сокращению издержек и интенсивному обеспечению эффективности производственных систем [39].

Классические модели производственной эффективности базируются на финансовых показателях без надлежащего внимания к техническим вопросам, непосредственно определяющим финансовые показатели. Разобщенность специалистов экономического и технического состава и относительная сложность инструментария для измерения и мониторинга технической статистики обусловливают сложности комплексной оценки эффективности современного производства. Сбор и обработка значительных объемов технологической статистики, порождаемой как оборудованием, так и производственными процессами, из потока данных в полезные знания является нетривиальной задачей [40].

Оценка эффективности производственной системы осуществляется посредством KPI, которые подвергаются картированию [41]. При этом сами KPI являются активными элементами производственной модели, они имеют свойство морфинга (изменения). Модель сбора, хранения и измерения, а значит, и управления показателями эффективности приведена на рис. 1.11. На начальном шаге обсуждается необходимость внедрения современных методов оценки эффективности, формулируются видение и цели, утверждается проект.

На втором шаге происходит уточнение производственных и оформление технических требований. Формируется список участников проекта (активных элементов модели): заказчиков, методологов, экспертов и др.

Последовательность этапов, приведенных на рис. 1.11, формирует необходимый перечень технических KPI, которые применяются для оценки производственного процесса.

После опытной эксплуатации и подтверждения корректности выбранных методик контроля технологичности, производительности и методов расчета показателей формируется задание на проведение мероприятий по обеспечению заданного уровня KPI с подробным перечислением базовых элементарных измерений PI (*Performance indicator*), моделей KPI и остальных метаданных. Если текущая реализация мероприятий по обеспечению заданного уровня KPI не позволяет добиться ожидаемого результата, то проводится корректировка модели обеспечения показателей эффективности.

Для оценки показателей эффективности используется комплексный показатель KPI — количественный показатель, который позволяет оценить, насколько хорошо выполняются операционные и стратегические цели [39].

Применение KPI обусловлено необходимостью непрерывного мониторинга эффективности и результативности, а также быстрого и четкого анализа текущей ситуации на управляемой системе. Они позволяют расширить спектр показателей для всестороннего мониторинга состояния процессов, а также интегрировать разрозненные данные, обеспечивая совместимость данных в различных подсистемах [40].

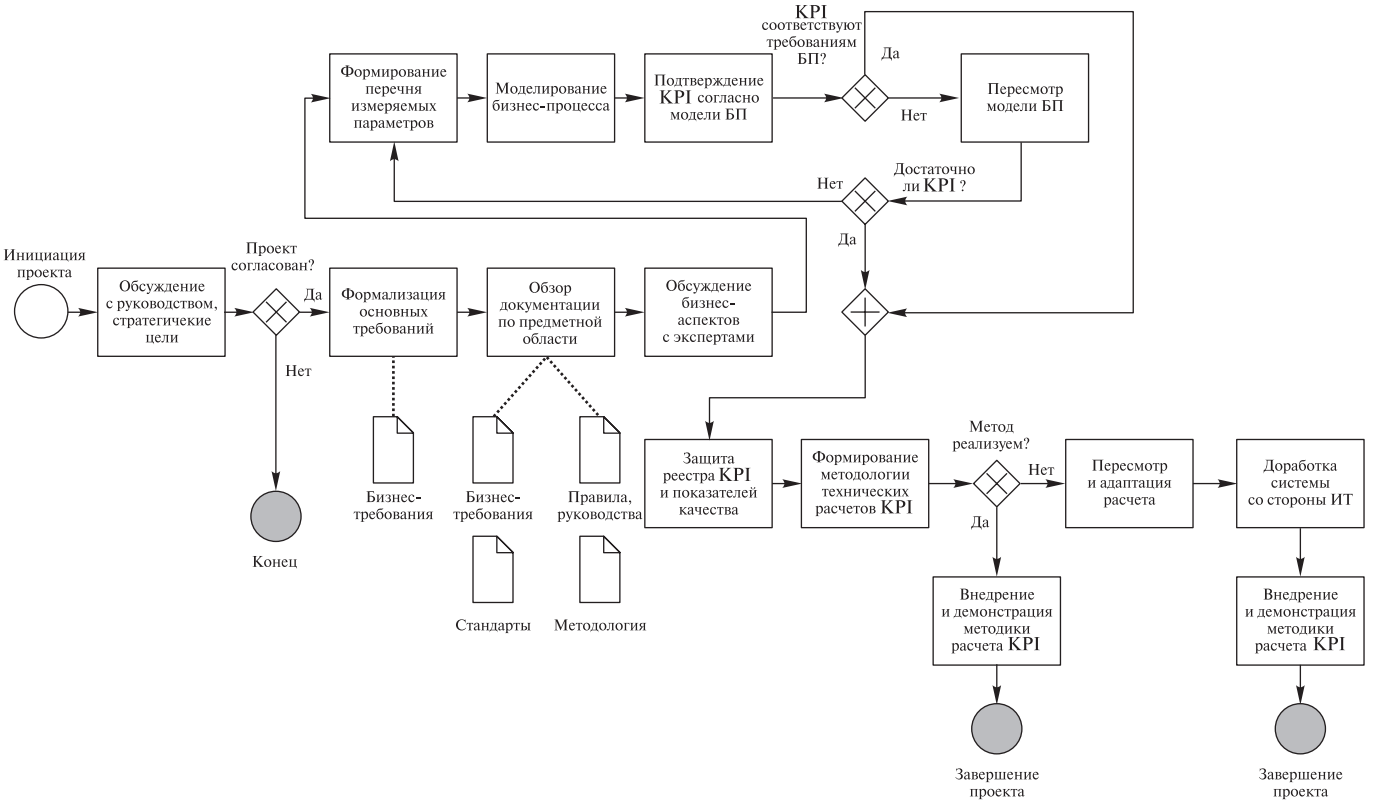


Рис. 1.11. Эволюционная модель оценки показателей эффективности:
БП — бизнес-процесс; ИТ — информационная технология; KPI — ключевые показатели эффективности

Ключевые показатели эффективности — значения, которые характеризуют критерии достижения успеха в производственной системе. Они являются измерениями критических факторов эффективности, которые могут помочь в определении и достижении целей. Использование KPI означает наличие способа измерения динамики результатов, а также сравнение результатов с поставленными целями. При сравнении с целями компании KPI дают представление о том, были ли цели достигнуты или нет. Автоматизация расчетов KPI также создает условия для непрерывного совершенствования одновременно с отслеживанием значений показателей.

Можно выделить два основных способа определения KPI. Первый способ позволяет сравнивать целевые показатели с параметрами функционирования непосредственно контролируемого объекта. Второй подход заключается в аналитической оценке KPI, которая неочевидна при прямом измерении. Прямой подход формирования измерений в большинстве применений рассматривается в качестве KPI, в то время как второй способ в большей степени соответствует сути KPI.

Методика оценки показателей эффективности крайне важна, ее можно представить в виде пирамиды дерева решений (рис. 1.12). На нижнем уровне иерархии PI (*Performance Indicator*) располагаются элементарные измерения. На этом уровне осуществляется сбор статистики событий, возникающих непосредственно на оборудовании. Множество элементарных измерений, регистрируемых сетью, могут быть связаны как непосредственно со статистическими фактами поведения оборудования в моменты предоставления услуги, так и с техническими параметрами работы оборудования, описывающими его текущее состояние [41].



Рис. 1.12. Иерархическая декомпозиция показателей эффективности

Для формирования общего представления по характеристикам оборудования используется «технический KPI» [39]. Технический KPI оценивает состояние отдельных факторов, сопутствующих услуге и определяется аналитически.

Для получения масштабных знаний о качестве предоставления услуги в целом KPI объединяются в KQI. Они также рассчитываются аналитически, но в качестве модели используются уже известные KPI. Показатели KQI — это агрегация KPI с PI. Временна́я модель используется для визуализации информации о физических измерениях, используемых в функциях агрегации. Временны́е модели визуализируют время начала/остановки конкретных измерений, а также их взаимосвязь с другими физическими измерениями. Модель эффекта можно рассматривать как диаграмму корневых причин. Каждый KPI имеет свою собственную модель эффекта. Модель эффекта — картина, которая подчеркивает взаимосвязь между KPI и его параметрами и позволяет оценить эффективность телекоммуникационных сервисов в комплексе.

Количественную оценку показателя эффективности можно задать через относительную величину: результативность процесса, операции, проекта, определяемую как отношение эффекта, результата к затратам, расходам, обеспечившим его получение.

1.2.3. Модульный принцип проектирования в приборостроении

Методы технологии приборостроения направлены на изготовление современных приборов.

Конструкция приборов реализуется из отдельных модулей, что позволяет снизить затраты на разработку, изготовление и освоение их производства, обеспечить совместимость и преемственность аппаратурных решений при одновременном улучшении качества, увеличении надежности и срока службы прибора.

Под *модульным принципом проектирования* понимается проектирование приборов и систем на основе конструктивной и функциональной взаимозаменяемости составных частей конструкции — *модулей*.

Модуль — составная часть аппаратуры, выполняющая в конструкции подчиненные функции, имеющая законченное функциональное и конструктивное оформление и снабженная элементами коммутации и механического соединения с подобными модулями и с модулями низшего уровня в изделии.

Модульный принцип конструирования предполагает *разукрупнение* (*разбивку*, *расчленение*) электронной схемы приборов на функционально законченные подсхемы (части), выполняющие определенные функции согласно ГОСТ Р 52003–2003. Эти подсхемы чаще всего разбивают на более простые и так до тех пор, пока электронная схема изделия не будет представлена в виде набора модулей разной сложности, а низшим модулем не окажется

корпус *интегральной микросхемы*. Модули одного уровня объединяются между собой в приборах на какой-либо конструктивной основе (несущей конструкции).

Возможен и другой подход к проектированию, когда частям детально разработанной функциональной схемы изделия ставятся в соответствие схемы выбранной серии ИС, а электрическая схема изделия как бы «покрывается» электрическими схемами ИС. При этом отдельные части схемы изделия могут оказаться непокрытыми микросхемами существующих серий, тогда такие подсхемы реализуются дискретными *электрорадиоэлементами* (ЭРЭ). В результате будет получен набор корпусов ИС и ЭРЭ, реализующий схему изделия. Эти корпуса и ЭРЭ устанавливаются и коммутируются между собой в модулях следующего уровня иерархии, которые устанавливаются и коммутируются в модуле более высокого уровня, и т. д. В зависимости от сложности проектируемого изделия будет задействовано разное число уровней модульности (уровней конструктивной иерархии).

Конструкция современных приборов представляет собой некоторую *иерархию* модулей (порядок в расположении модулей от низшего к высшему), каждая ступень которой называется *уровнем модульности*. При выборе числа уровней модульности проводится *типизация* модулей, т. е. сокращение их разнообразия и установление таких конструкций, которые выполняли бы самые широкие функции в изделиях определенного функционального назначения. Функциональное многообразие изделий достигается использованием различного числа уровней модульности с возможностью конструктивного оформления высшего и, следовательно, самого сложного модуля в виде законченного изделия.

Выделяют четыре основных и два дополнительных *уровня модульности*. Под *основными* понимают уровни модульности, широко применяемые в разнообразной аппаратуре, под *дополнительными* — используемые в специальной аппаратуре, но не всегда. Иерархия модулей и их входимость (установка) приведены на рис. 1.13, где модули разных уровней отделены двойными вертикальными линиями.

Модулем *нулевого уровня* является *электронный компонент*. В зависимости от исполнения аппаратуры модулем нулевого уровня служат ЭРЭ, интегральные микросхемы, микроконтроллеры (МК) и микропроцессоры (МП).

Модуль *первого уровня — типовой элемент замены* (ТЭЗ) — представляет собой коммутационную структуру (КС) с установленными на ней модулями нулевого уровня и электрическим соединителем.

Модуль *второго уровня* — блок, основными конструктивными элементами которого является *панель* с ответными *соединителями* модулей первого уровня. Межблочная коммутация выполняется соединителями, расположенными по периферии панели блока. Модули первого уровня размещаются в один или несколько рядов (см. рис. 1.13).

Модуль *третьего уровня — стойка*, в которой устанавливаются блоки или две-три рамы.

Модулем *уровня* 0,5 является микросборка, состоящая из подложки с размещенными на ней бескорпусными микросхемами. Межмодульная

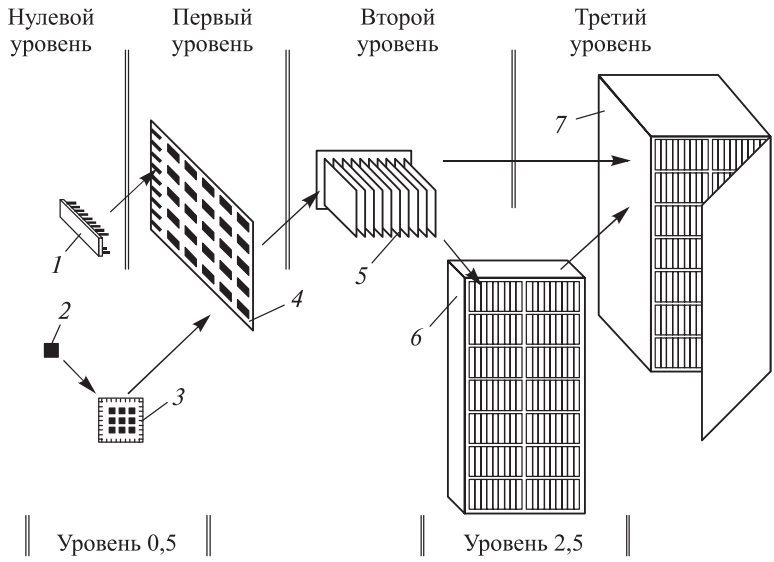


Рис. 1.13. Конструктивная иерархия (уровни коммутации) и входимость модулей:
1 — микросхема; *2* — ЭРЭ; *3* — микросборка; *4* — ТЭЗ, ячейка; *5* — блок; *6* — рама; *7* — стойка

коммутация обеспечивается введением по периферии подложки контактных площадок (КП). Модуль вводится для увеличения плотности компоновки аппаратуры.

Модуль *уровня 2,5* представляет собой раму, в которой размещаются шесть–восемь блоков. Рама применяется в стоечной аппаратуре, использующей небольшие по размерам модули первого уровня.

Модульный принцип конструирования предусматривает несколько уровней коммутации:

перый — коммутация печатным и (или) проводным монтажом электронных компонентов на печатной плате (ПП);

второй — коммутация печатным или объемным монтажом ответных соединителей модулей первого уровня в блоке;

третий — электрическое объединение блоков или рам в стойке и стоек между собой жгутами и кабелями;

уровень 0,5 — электрическое соединение выводов бескорпусных микросхем пленочными проводниками;

уровень 2,5 — коммутация блоков в раме проводами, жгутами или кабелями.

При разработке несложной аппаратуры высшие уровни модульности отсутствуют. Полная модульность, приведенная на рис. 1.13, используется только в сложной аппаратуре.

Выражение *функционально-узловой метод проектирования* широко распространено в отечественной литературе. Этот метод определяет подход к разбивке функциональной схемы изделия на узлы (подсхемы), конструктивно выполненные на ПП модулями первого уровня. В действительности задача проектирования ставится шире, так как сложная аппаратура воплощает не одну схему, а, как правило, несколько структурных или функциональных схем. Поэтому целесообразно говорить о модульном принципе проектирования, подразумевая под этим принципы выделения (разукрупнения, разбивки) схем на функциональные группы разных уровней сложности (узлы, устройства, комплексы, системы) для реализации их конструктивными модулями.

Конструктивным модулям можно поставить в соответствие схемные модули, которые также имеют многоуровневую иерархию и представляют собой функциональные узлы, устройства, комплексы, системы. Связь между конструктивной и схемной модульностью представлена ниже.

Конструктивная модульность: корпус микросхемы; ТЭЗ; блок; рама; стойка.

Схемная модульность: логический, запоминающий элемент; функциональный узел; устройство; комплекс; система.

Необходимо отметить, что связь конструктивной и схемной модульности условна. Она имеет отношение к аппаратуре, реализуемой на микросхемах малой степени интеграции, и в общем случае зависит от функциональной сложности проектируемого изделия и степени интеграции применяемых микросхем. В больших интегральных схемах (например, преобразователи, запоминающие устройства) реализуются целиком устройства или их крупные фрагменты. Весьма возможно, что несложная система будет конструктивно выполнена на одной ПП.

При разбивке структурных и функциональных схем необходимо удовлетворить многим и порой противоречивым требованиям:

– функциональной законченности, когда выделяемая подсхема должна обладать необходимой полнотой и выполнять частные функции по приему, обработке, хранению и передаче информации;

– минимизации внешних связей подсхем либо, если электрические соединители модулей выбраны (заданы), чтобы число внешних связей не превысило число контактов соединителя;

– максимального заполнения отводимого конструктивного пространства (поверхности) модулями (компонентами) (по этой же причине компоненты не должны существенно отличаться между собой по габаритным размерам и массе);

– модули (компоненты) подсхем должны рассеивать приблизительно одинаковые мощности во избежание местных перегревов;

– модули (компоненты) подсхем не должны быть чрезмерно чувствительными к электрическим, магнитным и электромагнитным помехам и не должны создавать чрезмерных помех.

Соблюдение требований функциональной законченности покажем на примере разработки конструкции супергетеродинного приемника, состоящего

из следующих подсхем: входной цепи; усилителя радиочастоты; преобразователя частоты; усилителя промежуточной частоты; детектора; усилителя звуковой частоты. При реализации конструкции радиоприемника каждый функциональный узел можно выполнить на отдельной ПП и в то же время всю схему радиоприемника — на одной ПП. В том и другом случае функциональная законченность будет иметь место, но во втором случае общее число внешних связей меньше, и надежность, если все прочие элементы схемы и конструкции одинаковы, окажется выше. Функциональная законченность будет отсутствовать, если на одной ПП выполнена схема входной цепи и часть усилителя радиочастоты, а на другой ПП — оставшаяся часть усилителя радиочастоты и преобразователь частоты. Функциональная законченность подсхем сокращает число межмодульных электрических соединений, позволяет вносить конструктивные изменения на более поздних стадиях проектирования, упрощает и удешевляет контроль модулей.

Модули высших уровней поставляются разработчикам приборов в виде *базовых несущих конструкций* (БНК), которые представляют собой деталь или совокупность деталей, предназначенных для размещения, монтажа составных частей аппаратуры и обеспечения устойчивости приборов в условиях внешних воздействий. Под БНК понимается стандартная несущая конструкция, используемая при разработке разнообразных приборов определенного назначения.

Ускорение разработки и производства аппаратуры, увеличение ее серийности, снижение стоимости можно достигнуть унификацией, нормализацией и стандартизацией основных параметров и типоразмеров ПП, блоков, приборных корпусов, стоек, широким применением модульного принципа конструирования.

В основе стандартизации модулей и их несущих конструкций лежат типовые функции, свойственные многим электронным системам. Для использования при проектировании модульного принципа конструирования разработаны ведомственные нормали и государственные стандарты, устанавливающие термины, определения, системы типовых конструкций модульных систем.

Конструкционная система прежде всего должна представлять многоуровневое семейство модулей с оптимальным составом набора, обеспечивающим функциональную полноту при построении аппаратуры определенного назначения. Все модули системы должны быть совместимы между собой по конструктивным, электрическим и эксплуатационным параметрам.

Базовым называется принцип конструирования, при котором частные конструктивные решения реализуются на основе стандартных конструкций модулей или конструкционных систем модулей (базовых конструкций), разрешенных к применению в аппаратуре определенного класса, назначения и объектов установки.

При разработке базовых конструкций должны учитываться особенности современных и, что более важно, будущих разработок. При этом частные конструктивные решения обобщаются, а основные свойства и параметры закладываются в конструкции, которые стандартизуются, поставляются и рекомендуются для широкого применения.

Базовые конструкции не должны быть полностью конструктивно завершенными, необходимо предусматривать возможность их изменения для создания модификаций аппаратурных решений. Иерархическое построение базовых конструкций с гибкой структурой и числом уровней не более четырех является вполне достаточным для разработки приборов любой сложности.

При стандартизации параметры конструкций объединяют в *параметрические ряды*, характеризующиеся совокупностью числовых значений на основе принятых градаций и диапазонов. Если в качестве параметров ряда используют геометрические размеры конструкции, то говорят не о параметрических, а о *размерных рядах*. Оба вида рядов получили широкое применение.

Наилучшими с позиций стандартизации следует считать ряды, обеспечивающие наибольший экономический эффект от их использования и *опережающую стандартизацию*, т. е. сокращение объема работ, связанных с пересмотром стандартов и их модернизацией (опережающая стандартизация позволяет увеличить сроки действия стандартов).

Тесты к лекции 1.2

1. ***Что называется производственным процессом?***

а) совокупность всех действий людей и орудий труда, осуществляемых на предприятии для изготовления конкретных видов продукции;

б) это работа, выполняемая непрерывно на одном рабочем месте над одним обрабатываемым или собираемым изделием одним или несколькими сотрудниками;

в) это операция, выполняемая при одной схеме обработки одной детали за одну или несколько позиций (переходов).

2. ***Что такое технологический процесс?***

а) это часть производственного процесса, содержащая целенаправленные действия по изменению и (или) определению состояния предмета труда;

б) это установка детали на станке или в приспособлении;

в) получение заданной конфигурации технологических структурных элементов.

3. ***Что такое технологическая операция?***

а) это часть ТП, выполняемая непрерывно на одном рабочем месте над одним или несколькими одновременно обрабатываемыми или собираемыми изделиями одним или несколькими сотрудниками;

б) это часть производственного процесса, выполняемая с перерывами на разных рабочих местах несколькими сотрудниками;

в) это применение ТП к одному изделию на одном предприятии, но разными сотрудниками.

4. ***Что такое установ?***

а) это законченная часть операции, выполняемая при одной схеме обработки одной детали за одну или несколько позиций (переходов);

б) это название станка или производственного оборудования;

в) это название технологической линии с установленными заготовками.

5. ***Какова цель технологической операции?***

а) получение заданной конфигурации технологических структурных элементов;

б) повышение производительности ТП;

в) получение заданных технологических параметров.

6. ***С какой целью осуществляется модификация поверхностного слоя изделия?***

а) для получения особых свойств приповерхностного слоя заготовки;

б) для подготовки к сварочным работам;

в) для подготовки к штамповочным работам.

1.3. МЕТОДЫ ФОРМООБРАЗОВАНИЯ В ПРИБОРОСТРОЕНИИ

Цель лекции — изучение основных методов формообразования в приборостроении.

1.3.1. Классификация методов обработки и формообразования материалов на производстве

В конструкции современных приборов используется большое число разнообразных металлических и неметаллических деталей, обладающих различными функциями: детали, образующие несущую конструкцию приборов и обеспечивающие устойчивость ее к механическим нагрузкам и климатическим воздействиям; элементы управления, без которых невозможна



Рис. 1.14. Классификация методов формообразования

эксплуатация приборов; корпусные детали, обеспечивающие эргономические и эстетические характеристики приборов; детали электромеханических узлов — накопителей на магнитных дисках, датчиков, печатающих устройств, преобразователей, графопостроителей, сканеров и др. Внешний вид вычислительно-управляющей системы с входящими в нее устройствами, встроенной в базовый несущий каркас, приведен на рис. 1.14. Данная система состоит из металлических и неметаллических деталей, технологические методы изготовления которых различны и требуют разнообразного технологического оборудования, соответствующей оснастки и приспособлений. К таким методам относятся (см. рис. 1.14): обработка материалов резанием (механообработка); литье; обработка давлением; электрохимические и электрофизические методы; обработка пластмасс.

Если трудоемкость изготовления приборов принять за 100 %, то операции механической обработки могут составлять до 15 %, операции литья деталей — до 3 %, операции обработки давлением — до 18 %, операции переработки пластмасс — до 12 %, электрофизические и электрохимические операции — до 5 %, остальное — сборка и монтаж.

Обработка металлических и неметаллических деталей для приборов проводится на различных металлорежущих станках, подразделяемых по степени автоматизации работы на универсальные станки, полуавтоматические, станки-автоматы, станки с числовым программным управлением (ЧПУ), станки типа «обрабатывающий центр». Универсальные станки используют для опытного, ремонтного и мелкосерийного производств, станки-автоматы — для крупносерийного и массового производств. В серийном производстве широко применяют станки с ЧПУ и обрабатывающие центры.

1.3.2. Обработка деталей резанием

Обработка деталей точением

Токарные станки предназначены для обработки деталей в форме тел вращения, имеющих цилиндрические, конические, фасонные, сферические, винтовые поверхности, а также торцевые плоскости. Это детали в виде осей, втулок, роликов лентопротяжных механизмов и т. д. В качестве заготовок таких деталей используют штучные и прутковые заготовки. Основные виды работ, выполняемых на токарных станках с использованием резцов, приведены на рис. 1.15.

Режущую кромку резца составляет клин (см. рис. 1.15, сечение I—I), который имеет передний γ и задний α углы резания для уменьшения трения по поверхности резания при точении. Чем больше эти углы, тем острее клин режущей кромки резца и тем меньше его прочность. При обработке прочных, хрупких материалов эти углы минимальны или равны нулю, а при обработке мягких материалов они составляют 5...15°.

Точность деталей при обработке резанием приведена ниже.

Вид обработки резанием	Класс точности	Квалитет точности
Точение на станках:		
токарных	2–5	6–12
токарно-револьверных	3–4	8–11
Точение на станках-автоматах:		
токарно-револьверных	3–4	8–11
продольного точения	2–3	6–8
многошпиндельных	4–5	11–12
Фрезерование и строгание	2–5	6–13
Шлифование	1–3	5–8
Сверление	4–5	11–13
Зенкерование и растачивание	2–5	6–12
Развертывание	1–3	5–9
Протягивание	2	6

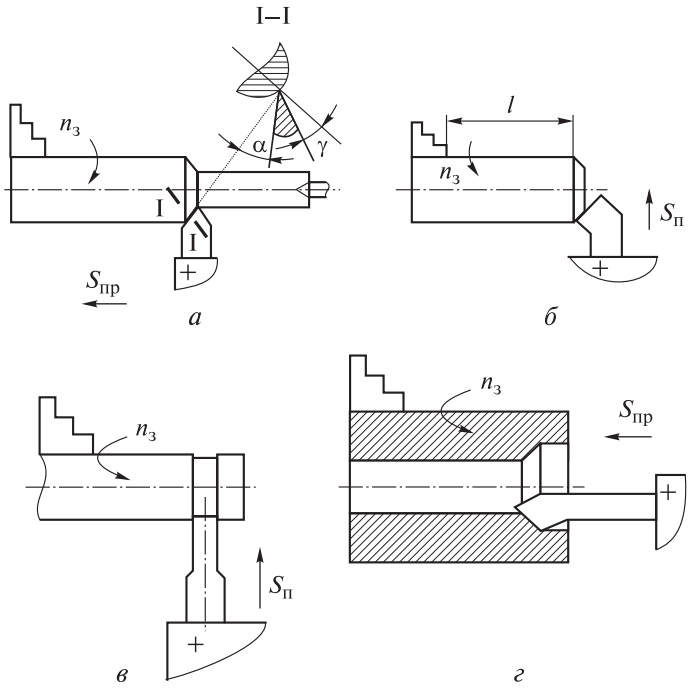


Рис. 1.15. Обработка деталей на токарном станке:
а — обработка проходным резцом с продольной подачей $S_{пр}$; *б* — подрезка торца с поперечной подачей $S_п$; *в* — прорезка канавки и отрезка; *г* — растачивание отверстия

Заготовка в процессе точения вращается с частотой

$$n_з = \frac{1000v}{\pi d},$$

где v — скорость резания, м/мин, которая зависит от обрабатываемого материала и материала резца; d — диаметр обработки, мм.

Резец может перемещаться вдоль заготовки (продольная подача $S_{пр}$) и поперек нее (поперечная подача $S_{п}$). От величины подачи S зависит шероховатость получаемой поверхности — чем меньше S, тем меньше шероховатость и выше качество поверхности, и наоборот.

Короткие заготовки, в которых отношение длины l к диаметру d меньше пяти, при обтачивании закрепляют в трехкулачковом патроне. Длинные заготовки (l/d = 5...12) закрепляют в центрах или в патроне и в центре.

На токарных станках можно получать конические и фасонные поверхности. Схемы обработки конической (рис. 1.16, *а*) и фасонной (рис. 1.16, *б*) поверхностей показаны на рис. 1.16.

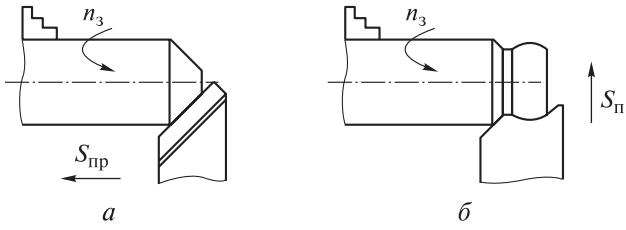


Рис. 1.16. Получение конической (*а*) и фасонной (*б*) поверхностей на токарном станке

Нарезание резьбы на токарных станках осуществляется как резьбонарезными резцами, так и *плашками* (наружная резьба) и *метчиками* (внутренняя резьба). Отверстия в цельной заготовке получают сверлением. Если после сверления требуется получить отверстие большего диаметра, то его растачивают специальными резцами.

Обработка деталей на токарно-револьверных станках

Токарно-револьверные станки предназначены для последовательной обработки закрепленной заготовки несколькими разными инструментами. Для обработки применяют резцы, осевые инструменты (сверла), фасонные, комбинированные и специальные инструменты; резьбонарезные инструменты (метчики, плашки, резьбонарезные головки), накатки и др. В качестве заготовки используют прутки различного сечения и штучные заготовки.

Обработка деталей на токарно-револьверных станках ведется по методу автоматического получения размеров, когда станок предварительно настраивают на изготовление определенной детали или группы деталей (при групповой обработке). Настройку проводят с использованием продольных и поперечных упоров. При выполнении каждого перехода необходимо знать длину рабочих ходов инструментов, которая определяется по схеме обработки детали.

Обработка деталей на токарных автоматах

Для изготовления деталей электронной аппаратуры широко применяют универсальные токарные станки-автоматы: одношпиндельные продольного точения, токарно-револьверные и реже горизонтальные многошпиндельные. Все они предназначены для обработки деталей, имеющих форму тел вращения и требующих большого числа разнообразных режущих инструментов. В основном автоматы предназначены для обработки деталей при крупносерийном и массовом производстве, однако в последнее время широко внедряются групповые методы обработки, которые позволяют применять токарные автоматы в серийном и мелкосерийном производстве для обработки небольших партий заготовок. Точность и параметры шероховатости, достигаемые при обработке на станках-автоматах, приведены в табл. 1.8.

Таблица 1.8

Точность и параметры шероховатости при обработке деталей на токарных станках-автоматах

Способ обработки	Квалитет точности					*Rz*, мкм				*Ra*, мкм		
	6–7	8–9	10–11	12–13	14	160	80	40	20	2,5	1,25	0,63
Точение и растачивание:												
– черновое				X	X	X	X	X				
– чистовое		X	X					X	X	X		
– тонкое	X	X							X	X	X	X
Сверление			X	X			X	X				
Зенкерование		X	X					X	X	X		
Развертывание	X	X								X	X	

Обработку деталей на *одношпиндельных токарных станках-автоматах продольного точения* осуществляют в крупносерийном и массовом производстве при изготовлении деталей из холоднотянутых калиброванных прутков диаметром 3...25 мм. Автоматы предназначены для обработки деталей с большим отношением длины к диаметру методом продольного точения (рис. 1.17). При сочетании продольной подачи прутка *1* и поперечной подачи инструментов *2*, расположенных на поперечных суппортах, можно обрабатывать детали сложной конфигурации. Продольная подача осуществляется перемещением шпиндельной бабки *3* или пиноли шпинделя. Цилиндрические, конусные, сферические поверхности получают в результате согласованных движений прутка и резцов. Применяя даже один резец, можно получить детали разной формы. Перед резцами устанавливают люнет *4*, воспринимающий усилия резания и обеспечивающий высокую точность обработки. С помощью дополнительных приспособлений *5* на станках-автоматах можно выполнять сверление, нарезание резьбы, прорезку шлицев. Все рабочие и холостые ходы инструментов осуществляются от кулачков, расположенных

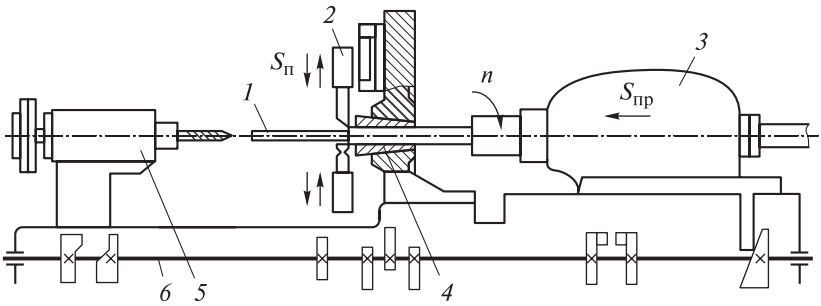


Рис. 1.17. Схема работы токарного станка-автомата продольного точения:

1 — пруток; *2* — суппорты с инструментами; *3* — шпиндельная бабка; *4* — люнет; *5* — дополнительное приспособление; *6* — распределительный вал с кулачками

на распределительном валу *6*. Станки-автоматы продольного точения выпускают обычной, высокой и особо высокой точности, которые обеспечивают соответственно следующие квалитеты деталей: по диаметру — 9, 8 и 6, по длине — 11, 9 и 7. Параметр шероховатости обрабатываемых поверхностей Ra = 1,25...0,63 мкм.

Схема обработки детали на станке-автомате продольного точения приведена на рис. 1.18. В таких станках пруток имеет левое вращение (по часовой стрелке). Это означает, что невращающейся плашкой можно нарезать только левую резьбу.

Правую резьбу нарезают методом обгона. При этом шпиндель резьбонарезного устройства вращается в ту же сторону, что и пруток, но с некоторым обгоном, равным скорости нарезания резьбы. После нарезания резьбы шпиндель резьбонарезного устройства тормозится и происходит автоматическое свинчивание плашки (метчика).

Аналогично при невращающемся шпинделе сверлильного приспособления работу можно проводить левыми сверлами. Если необходимо использовать правые сверла, то шпинделю приспособления сообщают вращение с частотой, превышающей частоту вращения шпинделя автомата с прутком.

На *токарно-револьверных станках-автоматах* изготовляют детали сложной формы по квалитетам 8—11 с параметрами шероховатости Ra = 2,5...0,63 мкм. Принцип работы токарно-револьверного автомата представлен на рис. 1.19. Заготовка-пруток *1* размещается в шпиндельной бабке *3*, установленной жестко на станине. Шпиндель автомата имеет левое вращение (по ходу часовой стрелки) при обточке и правое вращение (против хода часовой стрелки) при нарезании резьбы невращающимся резьбонарезным инструментом, устанавливаемым в револьверной головке.

Станок-автомат имеет два или три (реже четыре) поперечных суппорта *2*, совершающих поперечную подачу $S_п$, и один продольный револьверный суппорт *5*, на котором установлена поворотная шестипозиционная револьверная

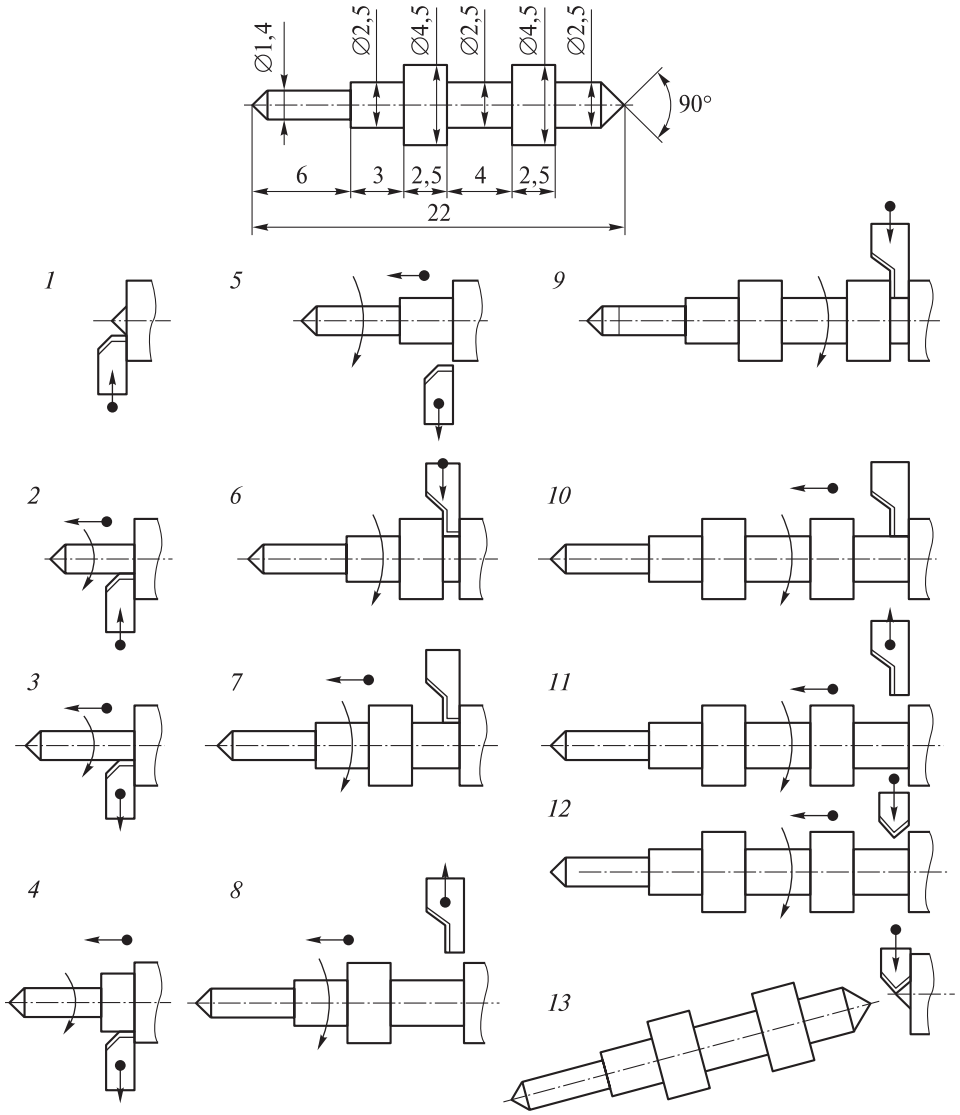


Рис. 1.18. Схема обработки детали на автомате продольного точения:

1 — подвод проходного резца; *2* — обтачивание ∅ 1,4; *3* — отвод проходного резца на ∅ 2,5; *4* — обтачивание ∅ 2,5; *5* — отвод проходного резца; *6* — протачивание канавки; *7* — обтачивание ∅ 2,5; *8* — отвод канавочного резца; *9* — протачивание канавки; *10* — обтачивание ∅ 2,5; *11* — отвод канавочного резца; *12* — подвод отрезного резца; *13* — отрезка с одновременным получением конических поверхностей

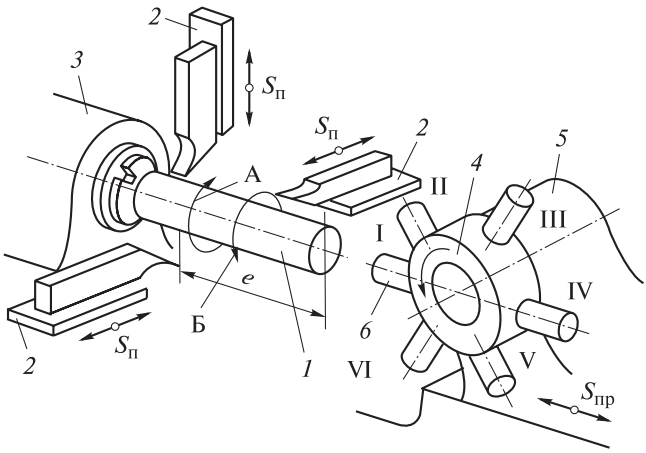


Рис. 1.19. Схема работы токарно-револьверного станка-автомата:

1 — пруток; *2* — поперечные суппорты; *3* — шпиндельная бабка; *4* — револьверная головка; *5* — продольный (револьверный) суппорт; *6* — инструменты; I–VI — позиции револьверной головки; А, Б — направления вращения заготовки

головка *4* с инструментами *6* для обработки с продольной подачей $S_{пр}$. В одном гнезде револьверной головки устанавливается упор, до которого подается пруток на необходимую длину, равную длине обрабатываемой детали плюс ширина отрезного резца (см. рис. 1.19).

Большинство рабочих операций выполняют при левом вращении шпинделя, а нарезание резьбы, развертывание и некоторые другие операции — при более медленном правом вращении. Переключение направлений вращения шпинделя проводится автоматически. Всеми действиями автомата управляют кулачки, установленные на распределительном валу. За один оборот распределительного вала получается готовая деталь. После отрезки детали и отхода отрезного резца проводится быстрая подача прутка до упора, затем последовательная обработка заготовки режущими инструментами, устанавливаемыми в рабочую позицию при периодическом повороте револьверной головки, и инструментами поперечных суппортов.

Схема обработки детали на токарно-револьверном станке-автомате приведена на рис. 1.20. Чертеж обрабатываемой детали размещен в верхней части рисунка.

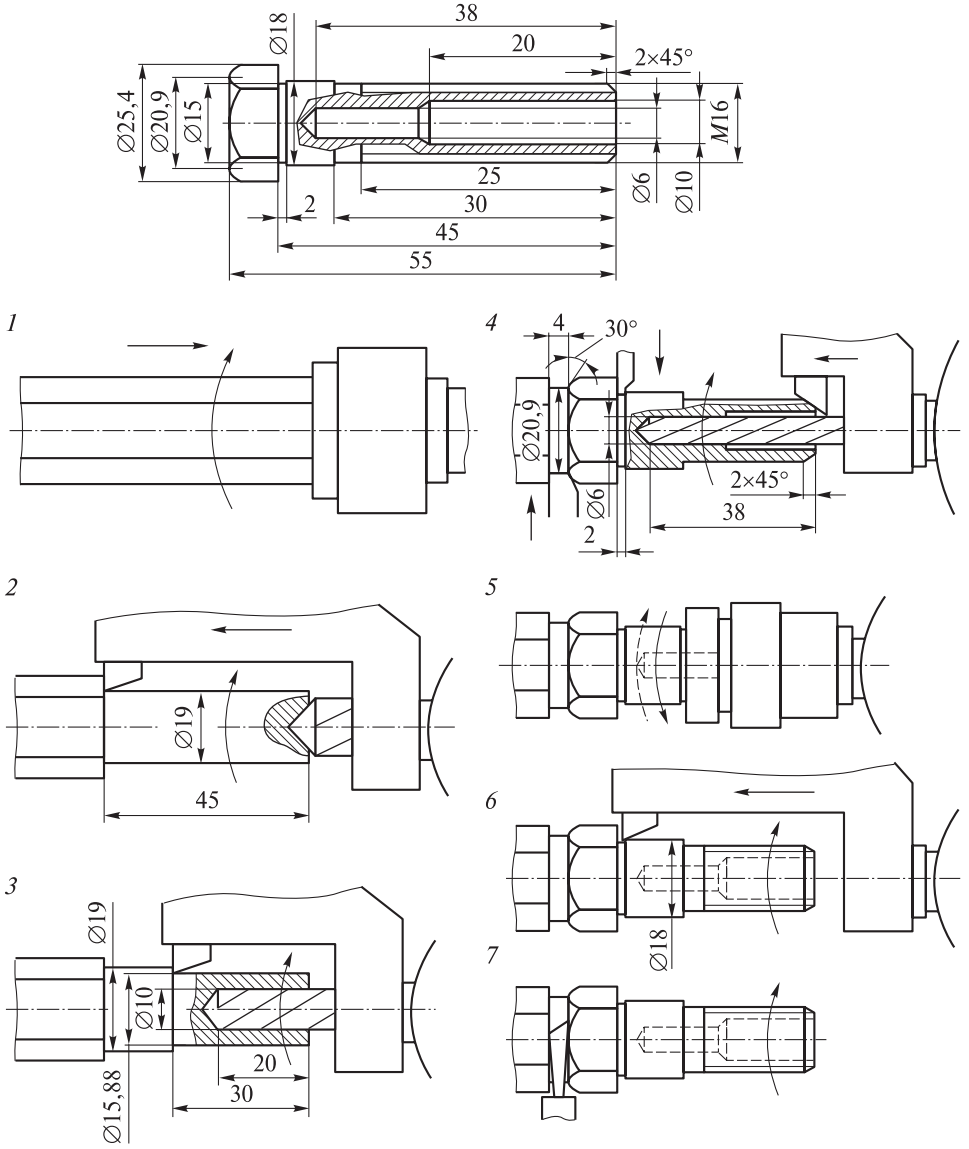


Рис. 1.20. Схема обработки детали на токарно-револьверном станке-автомате:

1 — подача до упора; *2* — обтачивание ∅ 19 и центрование; *3* — обтачивание ∅ 15,88 и сверление ∅ 10; *4* — сверление ∅ 6, снятие фаски и проточка канавки; *5* — нарезание резьбы; *6* — чистовое обтачивание ∅ 18; *7* — отрезка

1.3.3. Обработка деталей фрезерованием и сверлением

Обработка деталей фрезерованием

Фрезерованием обрабатывают в основном плоские поверхности, пазы, уступы, фасонные поверхности и канавки, а также отрезают заготовки. Для фрезерования используют универсальные фрезерные станки: вертикально- и горизонтально-фрезерные, продольно-фрезерные; фрезерные станки с ЧПУ для обработки сложных поверхностей; обрабатывающие центры с набором различных инструментов, работающие по программе.

Инструментом для фрезерования являются фрезы: цилиндрические с прямым и винтовым зубом; торцевые, концевые и фасонные. Цилиндрические фрезы применяют для обработки плоскостей. Схема обработки плоскости цилиндрической фрезой с винтовым зубом представлена на рис. 1.21. Заготовка *2* установлена и закреплена на столе *3* фрезерного станка и подается с подачей *S* на вращающуюся фрезу *1*, которая удаляет слой материала толщиной *t*. Зубья *4* фрезы располагаются по винтовой линии на поверхности цилиндра под углом α, что обеспечивает равномерное врезание зуба в материал заготовки без удара. Вращение фрезы $n_{фр}$ осуществляется по ходу часовой стрелки (см. рис. 1.21) навстречу подаче заготовки. Такое фрезерование называется встречным. Зуб фрезы в этом случае врезается в материал заготовки с минимальным припуском, что приводит к повышенному износу инструмента. Эту схему рекомендуется использовать для обработки заготовок, имеющих на поверхности окалину (корку).

Фрезерование, при котором фреза вращается против хода часовой стрелки, называют попутным по отношению к подаче фрезерования. Такую схему рекомендуется применять в том случае, если на поверхности заготовки отсутствует окалина.

Для отрезания заготовок или фрезерования прямоугольных канавок используют цилиндрические фрезы с различной шириной режущей поверхности.

Для высокопроизводительной и точной обработки поверхностей деталей применяют торцевые фрезы, имеющие режущие кромки на торце фрезы. Фреза, которая имеет режущие кромки и на цилиндрической, и на торцевой поверхности, называется концевой. С помощью такой универсальной фрезы можно фрезеровать канавки глубиной *B* и шириной *t*, уступы и пр. (рис. 1.22).

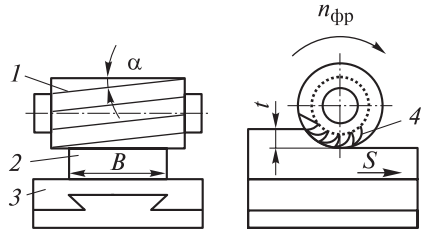


Рис. 1.21. Схема фрезерования детали цилиндрической фрезой с винтовым зубом

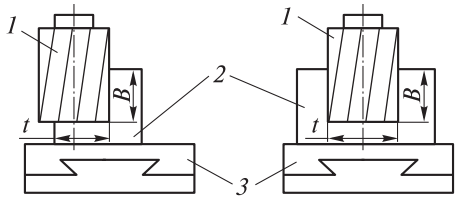


Рис. 1.22. Схемы обработки детали концевой фрезой

Обработка деталей сверлением

Обработку деталей на сверлильных станках проводят многолезвийным осевым инструментом: сверлами, зенкерами, развертками. Соответственно названию инструмента называются операции: сверление, зенкерование, развертывание. *Сверлением* получают отверстия в сплошном материале, *рассверливанием* увеличивают диаметр обрабатываемого отверстия, *зенкерованием* повышают качество уже имеющегося отверстия, *развертыванием* осуществляют чистовую обработку отверстия. Основные схемы обработки осевым инструментом на сверлильном станке приведены на рис. 1.23. Инструмент вращается с частотой n, определяемой по выражению $n = 1000V/(\pi d)$, где V — скорость резания, м/мин; d — диаметр инструмента, мм. Шероховатость получаемых отверстий определяется величиной подачи S_o инструмента (мм/об).

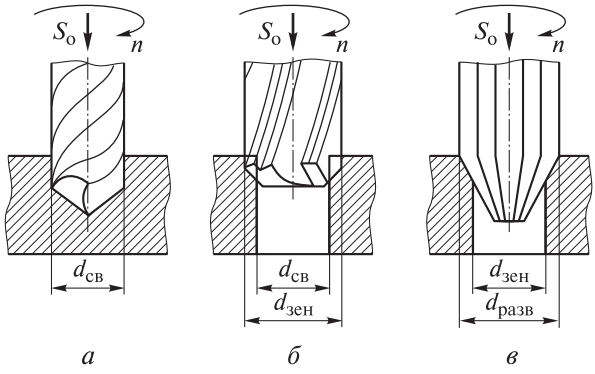


Рис. 1.23. Схемы обработки деталей на сверлильном станке осевым инструментом:
а — сверление; *б* — зенкерование; *в* — развертывание

В группу сверлильных станков входят вертикально-сверлильные, горизонтально-сверлильные (агрегатные), радиально-сверлильные, многошпиндельные станки. По назначению и конструкции сверла подразделяют на спиральные (винтовые), перовые, твердосплавные с прямыми, косыми и винтовыми канавками, для глубокого и кольцевого сверления, центровочные и специальные. Изготовляют сверла из быстрорежущей стали (Р9, Р18 и др.) и твердых сплавов (ВК6, ВК8 и др.).

1.3.4. Обработка деталей шлифованием

Шлифование — процесс обработки металлических и неметаллических материалов абразивным инструментом, режущими элементами которого являются зерна абразивных материалов, связанные друг с другом связующим веществом. Шлифование обеспечивает высокую точность (до квалитета 5) и классы 7—12 шероховатости поверхности.

Основными видами шлифования являются: наружное круглое; бесцентровое наружное шлифование; внутреннее и плоское шлифование.

Наружное круглое шлифование в центрáх применяют для обработки цилиндрических поверхностей. Основные методы наружного круглого шлифования — шлифование с продольной и поперечной подачей.

При шлифовании с продольной подачей (рис. 1.24, *а*) шлифовальный круг совершает два движения: вращательное вокруг оси (скорость резания $V_к$) и поступательное в направлении, перпендикулярном оси обрабатываемой детали (поперечная подача $S_п$). Заготовка тоже получает два движения: вращательное вокруг своей оси со скоростью $V_з$ и поступательное вдоль оси (продольная подача $S_{пр}$).

Поперечная подача $S_п$ шлифовального круга осуществляется после возвращения заготовки в исходное положение.

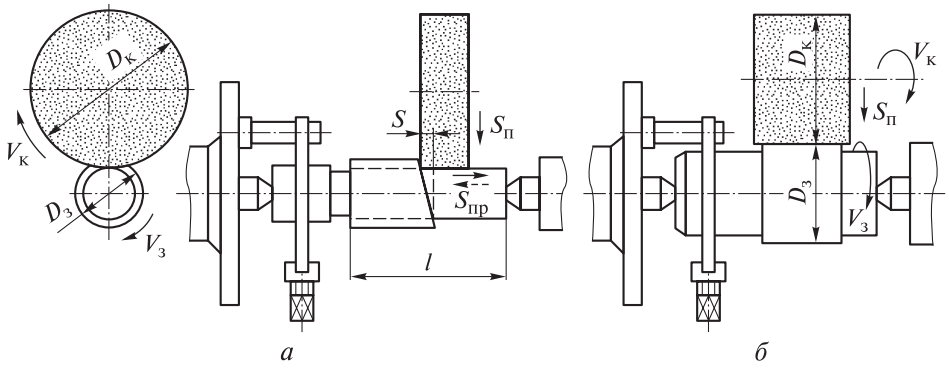


Рис. 1.24. Схемы наружного круглого шлифования с продольной (*а*) и поперечной (*б*) подачей инструмента

При шлифовании с поперечной подачей или методом врезания (рис. 1.24, *б*) шлифовальный круг и обрабатываемая заготовка имеют вращательное движение. Поперечная подача $S_п$ осуществляется шлифовальным кругом в поперечном направлении перпендикулярно к оси заготовки. Шлифовальный круг перекрывает всю длину обрабатываемой поверхности заготовки.

Шлифовальный круг вращается с окружной скоростью $V_к$ = 25...30 м/с. Заготовка, установленная в центрах передней и задней бабок или на оправке, вращается с окружной скоростью $V_з$ = 5...100 м/мин в направлении, противоположном направлению вращения шлифовального круга.

Внутреннее шлифование проводят шлифовальными кругами, диаметр которых меньше диаметра заготовки (рис. 1.25). Внутреннее шлифование осуществляют двумя способами: шлифование отверстия во вращающейся детали (рис. 1.25, *а*) и шлифование отверстия в неподвижной детали — планетарное шлифование (рис. 1.25, *б*). Первый способ применяют в основном при обработке отверстий в деталях относительно небольших размеров, имеющих форму тел вращения. Второй способ применяют при обработке деталей,

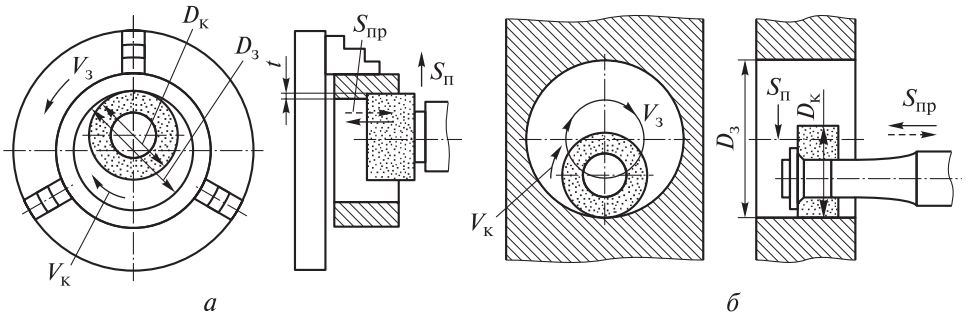


Рис. 1.25. Схемы внутреннего шлифования отверстия во вращающейся (*а*) и в неподвижной (*б*) детали — планетарное шлифование

которые неудобно закреплять в патроне станка. В этом случае шлифовальный круг совершает три движения: вращательное движение вокруг своей оси $V_к$, круговое (планетарное) движение вокруг отверстия заготовки и возвратно-поступательное движение (продольное) $S_{пр}$. Скорость вращения

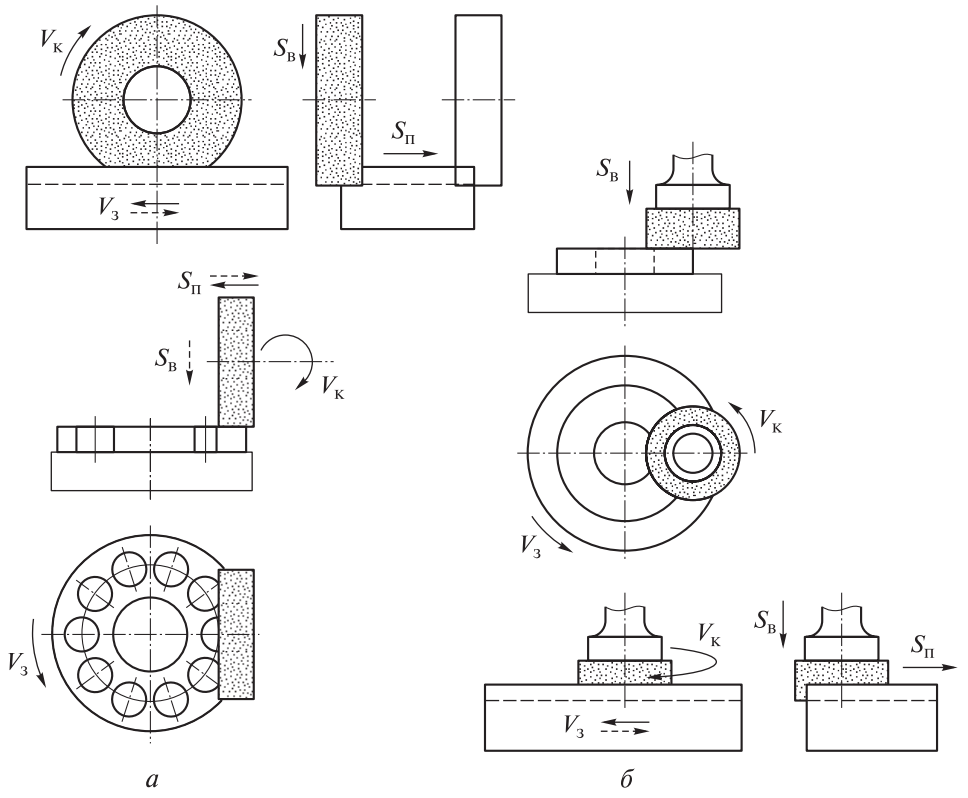


Рис. 1.26. Схемы плоского шлифования:
а — периферией шлифовального круга; *б* — торцем шлифовального круга

вокруг оси отверстия заготовки представляет собой как бы скорость вращения заготовки $V_з$. Поперечная подача при внутреннем шлифовании осуществляется движением стола станка.

Плоское шлифование является основным методом чистовой обработки плоскостей деталей. Применяют два способа плоского шлифования (рис. 1.26): периферией и торцем круга на станках с прямоугольным и круглым столом.

При шлифовании на прямоугольных столах деталь совершает возвратно-поступательное движение со скоростью $V_з$, а круг (вращаясь со скоростью $V_к$) — поперечную подачу $S_п$ в конце каждого продольного хода.

Для снятия всего припуска на обработку шлифовальный круг совершает движение с вертикальной подачей $S_в$ на глубину шлифования в конце каждого поперечного хода круга.

Шлифование полупроводниковых пластин

Полученные после резания слитка полупроводниковые пластины обладают рядом нарушений, к которым относятся наличие механически нарушенного слоя, неплоскостность и неплоскопараллельность сторон, изгиб и большой разброс по толщине. Поэтому после процесса резки обязательной технологической операцией является шлифовка.

Шлифовка создает матовую или зеркальную поверхность и применяется для доведения пластины до требуемых толщины и геометрии.

Шлифование поверхности представляет собой процесс диспергирования мелких частиц обрабатываемого материала под действием мелких абразивных зерен, которые связаны с шлифовальным кругом (рис. 1.27). Материал кругов и абразивов (наждак, корунд, оксид алюминия, карборунд и др.) выбирают в зависимости от формы и материала детали, характера загрязнений, требуемого качества поверхности.

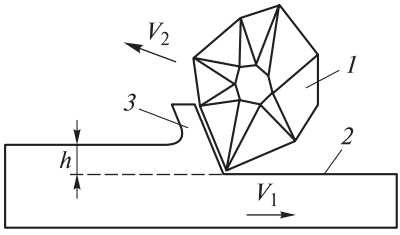


Рис. 1.27. Схема микрорезания абразивным зерном при шлифовании:
1 — абразивное зерно; *2* — заготовка; *3* — стружка; V_1 — скорость подачи заготовки; V_2 — скорость движения абразивного зерна; *h* — величина заглубления абразивного зерна

Различают два вида шлифования: со шлифовкой свободным абразивом в виде абразивной суспензии и со шлифованием связанным абразивом – алмазными абразивными кругами.

Шлифование свободным абразивом отличается рядом преимуществ:

• обработанные пластины не имеют на поверхности заметных следов направленного движения абразива;

• возможность самоустановления шлифовальника и обрабатываемых пластин способствует улучшению геометрии пластин;

• при свободной кладке пластин (без жесткого крепления) отсутствует напряжение в пластинах, снижается влияние погрешностей их изготовления и вибраций станка на точность обработки.

Шлифовальники обычно изготовляют из стекла, чугуна, стали, меди или латуни.

Станки двухстороннего шлифования ЮФ7219, ИО–19006, СДШ–100, СДП–100 и др. имеют главную конструктивную особенность — планетарный механизм (рис. 1.28).

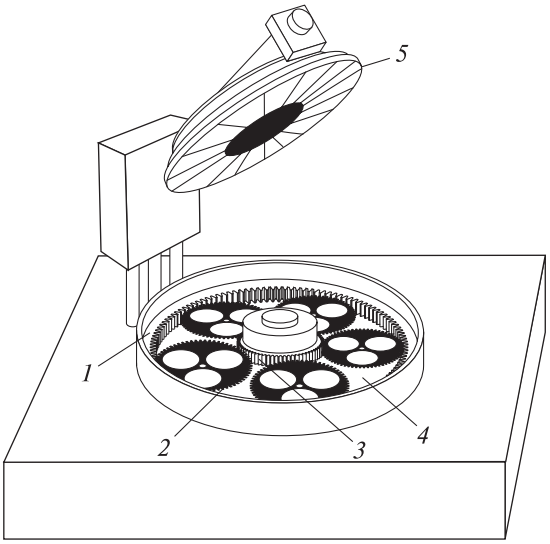


Рис. 1.28. Планетарный механизм для двухстороннего шлифования пластин:

1 — внешняя шестерня; *2* — сепаратор; *3* — внутренняя шестерня; *4* — нижний шлифовальник; *5* — верхний шлифовальник

Привод станка (рис. 1.29) осуществляется от электродвигателя через систему шестерен. Далее вращение передается на внешнюю *1* и внутреннюю *7* ведущие шестерни. Верхний шлифовальник *3* закреплен на поднимающейся крышке. Из дозатора через отверстия в верхнем шлифовальнике в зону обработки подается абразивная суспензия *4*. Обрабатываемые пластины *8* помещают в сепараторы *6*, выполненные в виде пластин с наружным зубчатым венцом. Зубья сепараторов входят в зацепление с зубчатыми шестернями *1* и *7*. Шестерни приводятся во вращение и через зубчатые зацепления вращают сепараторы.

Одновременно сепараторы перемещаются вокруг оси шлифовальников *5*. Центры вращения в сепараторах не совпадают с центрами самих сепараторов, поэтому при вращении пластины совершают дополнительное движение вокруг центров сепараторов. Нижний шлифовальник *5* неподвижно закреплен

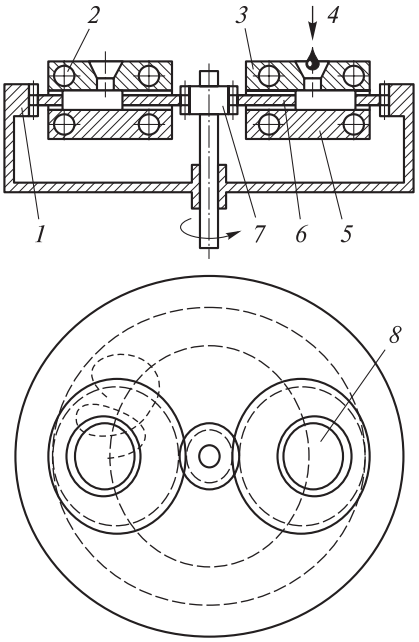


Рис. 1.29. Станок двухстороннего шлифования:

1 — внешняя шестерня; *2* — внешняя шестерня; *3* — верхний шлифовальник; *4* — подача абразивной суспензии; *5* — нижний шлифовальник; *6* — сепаратор; *7* — внутренняя шестерня; *8* — обрабатываемые пластины

на станине, а верхний шлифовальник *3* свободно устанавливается на обрабатываемых пластинах. Частота вращения шестерен плавно регулируется, исключая толчки и удары в моменты запуска и остановки станка. Шлифовальники снабжены системой охлаждения и контроля температуры, что исключает нежелательные термические деформации шлифовальников. Для повышения равномерности износа в некоторых станках (СДП–100) предусматривается вращение нижнего шлифовальника.

Шлифовальники изготовляют из достаточно твердых материалов (сталь, чугун, стекло, керамика, твердосплавы). Отверстия в сепараторах выполняют на 0,2...0,5 мм больше диаметра пластин. Уменьшение зазора приводит к плотному заполнению абразивом и продуктами шлифования и затрудняет вращение пластин внутри сепараторов, увеличение зазора способствует ударам пластин о кромки сепараторов и их разрушению. Толщина сепараторов на 10...15 мкм меньше толщины обработанной пластины. При шлифовке к образцу добавляется вода. После шлифования пластину обезжиривают, погружая ее в 10%-ный раствор щелочи, подогревают до 90...95 °С.

Полирование поверхности — воздействие на поверхность абразивными пастами с очень мелким абразивом. Окончательную полировку после шлифования выполняют субмикронными алмазными пастами (менее 1 мкм) или мягкими полирующими составами на основе оксидов алюминия, хрома, циркония, кремния. В зависимости от зернистости алмазного порошка мазеобразную пасту окрашивают в различные цвета. Так, паста с порошками зернистостью 40/28–60/40 мкм имеет красный цвет, 14/10–28/20 мкм — голубой, 5/3–10/7 мкм — желтый. Пасту, содержащую субмикронные порошки (зернистость менее 1 мкм), не окрашивают. Полировку проводят на станках, аналогичных шлифовальным, но на полировальниках, обтянутых сукном, замшей, фетром. Стойкость мягких полировальников невелика, так, батистовый полировальник пригоден для обработки 20...30 пластин, сатиновый — для 50...70 пластин, велюровый — для 500...600 пластин.

Полированная поверхность имеет деформированный слой, глубина которого порядка 1,5...0,7 мкм в зависимости от типа полупроводника. Для удаления этих нарушений применяют метод химического полирующего

травления. Для получения поверхности с наименее нарушенным слоем применяют электрохимический способ полирования (анодное травление) в разбавленном растворе щелочи. Для каждого полупроводника экспериментально подбирают определенный травитель.

Очень хорошие результаты дают химико-механические способы полирования. Химико-механическое полирование — совместное воздействие химических и механических факторов. Химико-механическое полирование, осуществляемое при давлении на пластины 20...40 кПа, называют финишным, полирование при меньшем давлении — суперфинишным. Для полирования применяются станки различных конструкций. Общей характеристикой их является использование стабильных, не колеблющихся в процессе работы жестких полировальников большого размера с принудительным водяным охлаждением. Такие станки позволяют одновременно обрабатывать до нескольких сотен пластин одновременно.

Химическое полирование осуществляется погружением пластин в полирующий травитель (рис. 1.30).

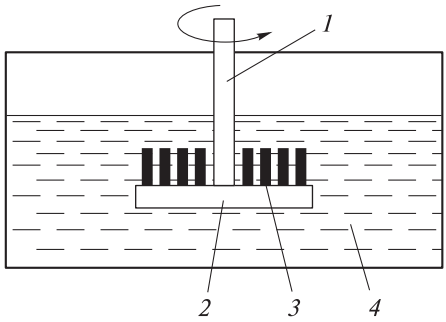


Рис. 1.30. Химическое полирование пластин:

1 — держатель; *2* — кассета; *3* — полупроводниковые пластины; *4* — ванна с травителем

Для обеспечения бóльшей равномерности съема материала со всей поверхности пластин кассеты с пластинами приводят во вращение, в результате чего к ним постоянно подводится свежий травитель. Кремниевые пластины травят преимущественно в смеси азотной, плавиковой и уксусной кислот. Кроме того, химическое полирование можно осуществлять в газовой среде.

1.3.5. Обработка деталей методом литья

Литьем получают отдельные детали несущих конструкций, направляющие, корпусы магнитных головок, приводы накопителей на магнитных дисках и др. Литье — наиболее простой и дешевый метод формообразования заготовок и деталей. Основным инструментом литейного производства является форма. От качества формы и материала, из которого она изготовлена, зависит качество заготовки (отливки). Формы подразделяют на разовые, полупостоянные и постоянные. Разовые формы используют на одну отливку, полупостоянные — на несколько, постоянные позволяют получить до нескольких тысяч отливок.

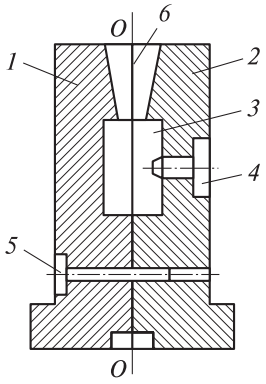


Рис. 1.31. Общий вид формы для отливки деталей:

1, *2* — полуформы; *3* — полость для отливки; *4* — знак; *5* — штифт; *6* — литник

Общий вид формы для получения отливок приведен на рис. 1.31. Две полуформы *1* и *2* образуют полость *3*, в которой образуется отливка. Знак *4* служит для получения углубления в отливке. Штифт *5* центрирует две полуформы при сборке. Отверстие конической формы *6*, называемое литником, служит для заливки расплавленного металла в форму. После застывания металла форму разбирают по плоскости разъема *О–О*, вынимают отливку, затем удаляют литник.

Способы литья и их технологические характеристики приведены в табл. 1.9.

При конструировании литых деталей необходимо учитывать литейные свойства заливаемого металла (сплава): жидкотекучесть, кристаллизацию и усадку. От жидкотекучести во многом зависит минимальная толщина s стенок отливки. Кристаллизация (застывание) сплава происходит в направлении, перпендикулярном поверхности теплоотдачи. Скорость кристаллизации изменяется от максимальной у поверхности до минимальной в центре отливки, при этом происходит рост кристаллов к центру.

Таблица 1.9

Способы литья и их технологические характеристики

Способ литья	Материал литьевой формы	Область применения	Тип производства	Точность, параметр шероховатости
Литье в землю	Песчано-глинистая смесь, полимер (выжигаемая модель)	Корпусные детали с толщиной $s > 5...10$ мм	Единичное, мелкосерийное	IT 16, $Rz = 80$
Литье в оболочковую форму	Песчано-смоляная химически твердеющая смесь	Плоские детали несложной конфигурации	Серийное, крупносерийное	IT 12, $Rz = 20$
Литье по выплавляемым моделям	Керамика (песок, силикатный клей)	Небольшие детали сложной конфигурации	Массовое	IT 13, $Rz = 20$
Литье в полупостоянные формы	Гипс, графит, металлокерамика	Детали простой формы из жаропрочных материалов	Мелкосерийное	IT 14, $Rz = 80$

Окончание табл. 1.9

Способ литья	Материал литьевой формы	Область применения	Тип производства	Точность, параметр шероховатости
Центробежное литье	Металл	Тела вращения (втулки, шкивы)	Серийное	IT 14, $Rz = 40$
Литье в кокиль	То же	Детали несложной конфигурации $s = 5...2$ мм	Серийное, крупносерийное	IT 14, $Rz = 40$
Литье под давлением	»	Тонкостенные корпусные детали	Серийное, крупносерийное, массовое	IT 12, $Ra = 2{,}5$ Форма: IT 6 — IT 7
Литье вакуумным всасыванием	»	Детали сложной конфигурации	Крупносерийное	IT 12, $Ra = 2{,}5$

Усадка — свойство металлов (и их сплавов) уменьшаться в объеме при охлаждении. Это необходимо учитывать, обеспечивая отливке плавные переходы от одной стенки к другой, радиусы скруглений, равностенность и т. п. Если этого не учесть, возможны появления трещин, раковин, перекосов стенок. В производстве электронной аппаратуры широкое применение получил способ литья под давлением.

1.3.6. Литье под давлением

Литье под давлением — самый производительный и экономичный способ изготовления тонкостенных деталей сложной конфигурации в серийном производстве. Формы выполняют из металла высокой прочности, с точностью на 2...3 квалитета выше получаемого квалитета отливки. Шероховатость поверхности отливок класса 7—8. Наиболее распространено литье под давлением сплавов на основе цинка, алюминия, магния и меди (латуни). В качестве основного оборудования используют литьевые машины с горячей камерой прессования, с холодной вертикальной и горизонтальной камерой прессования. Тип литьевой машины определяется устройством прессующего механизма. В настоящее время используют машины с передачей давления на металл посредством поршня. Такие машины называют поршневыми. Они бывают с горячей и холодной камерой прессования.

Машины с горячей камерой прессования применяют для отливки деталей из цинковых сплавов. Камера прессования таких машин расположена непосредственно в расплавленном металле (рис. 1.32). Металл из раздаточной печи заливается в подогретый тигель *8*. При работе прессующего цилиндра *6* поршень *5* опускается, перекрывает отверстие *1*, через которое расплавленный металл поступает в полость камеры *7*. Под давлением поршня металл поднимается по каналу *2* и через мундштук *3* заливается в форму *4*.

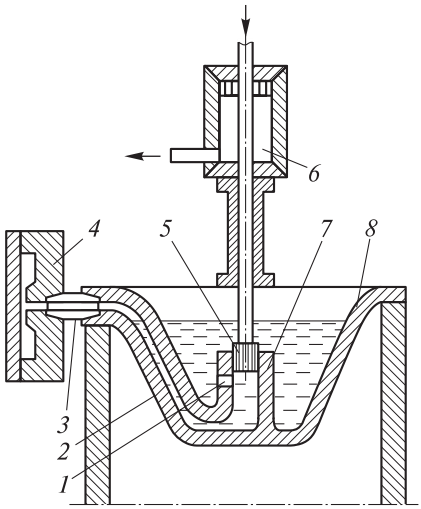


Рис. 1.32. Схема литьевой машины с горячей камерой прессования

Машины с горячей камерой имеют гидравлический или пневматический привод, просты по устройству, высокопроизводительны и могут быть полностью автоматизированы.

Схема действия литьевой машины с *вертикальной камерой прессования* представлена на рис. 1.33.

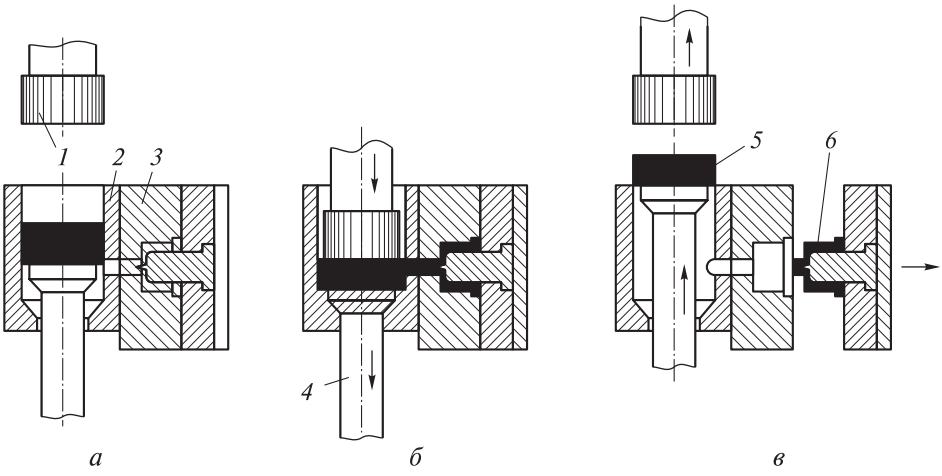


Рис. 1.33. Схема литьевого прессования в машине с холодной вертикальной камерой прессования:

а — заливка; *б* — прессование; *в* — раскрытие формы

После заливки расплавленного металла в камеру прессования *2* поршень *1* опускается и, надавливая на основание *4*, открывает литниковое отверстие. Металл заливается в форму *3*. После затвердевания металла пятка 4 поднимается и срезает остаток металла *5*, освобождая выход отливки *6* вместе с литником.

В литьевых машинах с *горизонтальной камерой прессования* (рис. 1.34) литниковая система более короткая, в таких машинах меньше потери теплоты и давления при подаче расплава из камеры прессования в полость формы.

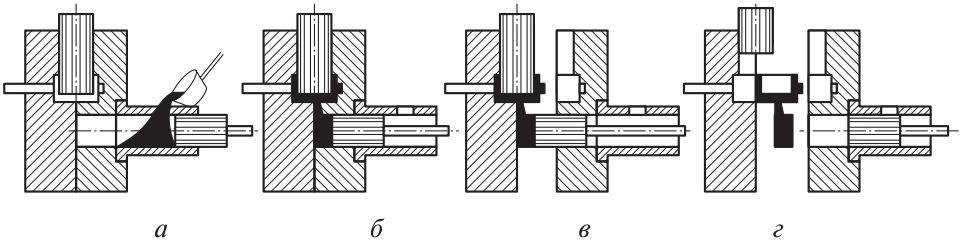


Рис. 1.34. Схема литьевого прессования в машине с холодной горизонтальной камерой прессования

Расплавленный металл заливается в горизонтальную камеру через отверстие (рис. 1.34, *а*) и запрессовывается поршнем в форму (рис. 1.34, *б*). После затвердевания металла форма открывается, отливка вместе с литником и остатком металла выталкивается поршнем из неподвижной полуформы (рис. 1.34, *в*). После возвращения горизонтального и вертикального поршней в исходное положение отливка с литником и остатком металла выталкивается из подвижной полуформы (рис. 1.34, *г*). Литник и остаток металла удаляются с отливки механически.

1.3.7. Обработка деталей методом холодной штамповки

Холодная штамповка — высокопроизводительный, малоотходный и довольно точный метод формообразования деталей. Этим методом изготовляют каркасы и направляющие в них, пластины магнитопроводов, клеммные зажимы и многие другие детали. Исходными материалами для холодной штамповки являются листы, полосы, ленты из черных и цветных металлов, неметаллических материалов (картон, резина, фибра, текстолит). Предварительно исходный материал раскраивают, размещая будущие детали с наименьшими отходами (рис. 1.35).

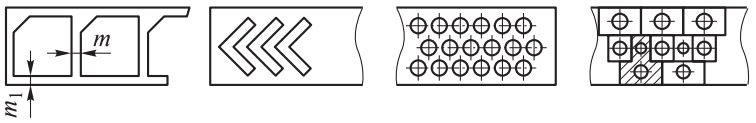


Рис. 1.35. Пример раскройки материала при штамповке

Операции холодной штамповки можно разбить на две основные группы: разделительные и формообразующие. К разделительным операциям относятся: отрезка, вырубка, пробивка, надрезка, просечка, зачистка, калибровка; к формообразующим — операции, в результате которых происходит изменение формы и размеров заготовки. Это гибка, вытяжка, правка (рихтовка), формовка, холодное выдавливание.

1.3.8. Обработка деталей методом горячей штамповки

Горячая штамповка предполагает деформирование металлической заготовки в нагретом состоянии. Этот вид штамповки используется для изменения не только конфигурации заготовки, но и ее размеров. Чаще всего такая технологическая операция применяется для того, чтобы изменить геометрические параметры не в одном измерении, а в нескольких. В таких случаях эта процедура называется «горячая объемная штамповка». Сущность процесса горячей штамповки заключается в том, что готовую деталь из металла получают из нагретой до определенной температуры заготовки, воздействуя на нее давлением, для этого используется специальный штамп. При выполнении горячей штамповки температура заготовки изменяется от состояния просто нагретой поверхности до ковочной. Для ограничения течения нагретого металла в ненужном направлении на отдельных участках внутренней поверхности штампа выполняют специальные полости и выступы. Таким образом, внутренняя поверхность штампа формирует замкнутую полость, конфигурация которой полностью соответствует форме готовой детали.

1.3.9. Разделительные операции

Отрезка — отделение одной части материала от другой по незамкнутому контуру. Эта операция проводится на ножницах или в штампах. Для отрезки листового материала используют гильотинные, роликовые и вибрационные ножницы (рис. 1.36). Гильотинные и роликовые ножницы с прямо поставленными ножами применяют для прямолинейной отрезки, а роликовые с наклонно поставленными ножами и вибрационные ножницы — для криволинейной резки и вырезки деталей (заготовок) с замкнутым контуром.

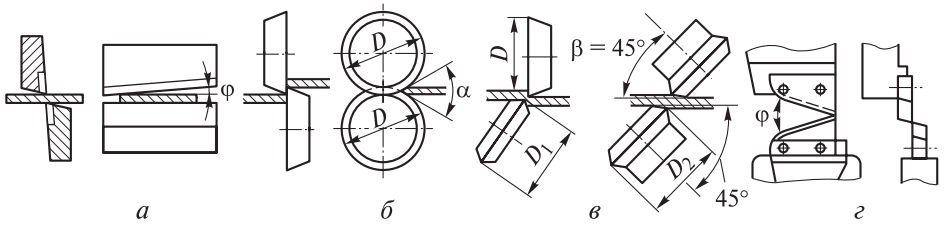


Рис. 1.36. Схемы ножниц:

а — гильотинные; *б* — дисковые с прямо поставленными ножами; *в* — дисковые; *г* — вибрационные; D — диаметр ножниц; D_1, D_2 — диаметры дисков

Отрезку металлов, за исключением магния и титана ВТ6 толщиной более 1,5 мм, проводят в холодном состоянии. Неметаллические материалы типа гетинакса, текстолита, оргстекла перед отрезкой следует нагревать в печах инфракрасного облучения; резину, фибру, картон — увлажнять.

Вырубка и пробивка предназначены для получения деталей по внешнему контуру и отверстий в них. Основным инструментом являются штампы, которые отличаются расчетом размеров матрицы и пуансона (рис. 1.37). При вырубке (рис. 1.37, *а*) детали *1* из полосы *2* толщиной h, размером $D - \delta_D$, размеры матрицы *3* и пуансона *4* определяют по формулам соответственно:

$$D_м = (D - \delta_D)^{+\delta_м}; \quad D_п = (D - \delta_D - z)_{-\delta_п},$$

где δ_D — допуск на размер детали; $\delta_м$ — допуск на изготовление матрицы; z — наименьший зазор между матрицей и пуансоном; $\delta_п$ — допуск на изготовление пуансона.

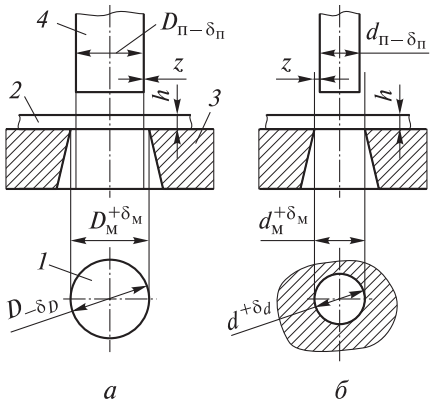


Рис. 1.37. Вырубка детали диаметром D (*а*) и пробивка отверстия диаметром d (*б*) с наклонно поставленными ножами

При пробивке (рис. 1.37, *б*) отверстия размером $d^{+\delta_d}$ размеры пуансона и матрицы определяют по формулам:

$$d_п = (d + \delta_d)_{-\delta_п}; \quad d_м = (d + \delta_d + z)^{+\delta_м}.$$

Усилие при вырубке и пробивке

$$P = Lh\sigma_b,$$

где L — длина реза, мм; h — толщина вырубаемого материала, мм; σ_b — предел прочности материала, кг/мм^2.

Штампы для вырубки деталей из неметаллических материалов (резина, картон, кожа) имеют свои особенности.

Вариант рабочей части штампа для вырубки показан на рис. 1.38. Деталь *2* в виде шайбы вырубается из заготовки кольцевыми пуансонами, внешний диаметр шайбы оформляется пуансоном *3*, внутренний — пуансоном *4*. Матрица в этом случае отсутствует, ее роль выполняет подкладка *1* из неметалла, чтобы не затупились острые кромки пуансонов.

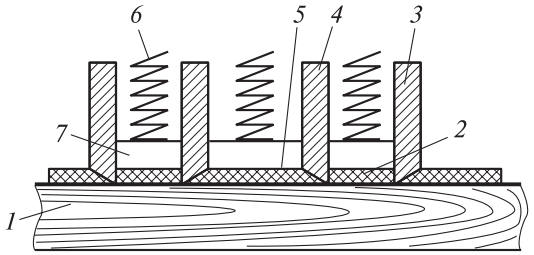


Рис. 1.38. Вариант рабочей части штампа для вырубки

После вырубки и подъема пуансонов деталь выталкивается кольцевым выталкивателем *7* под действием пружины сжатия *6*. Отход выталкивается выталкивателем *5*.

1.3.10. Формообразующие операции

Гибка — операция по изменению положения одной части листа (полосы) относительно другой под определенным углом. Операция гибки широко применяется при изготовлении деталей несущих конструкций электроной аппаратуры. Применяются следующие виды гибки: свободная, гибка с поджимом и гибка с калибровкой.

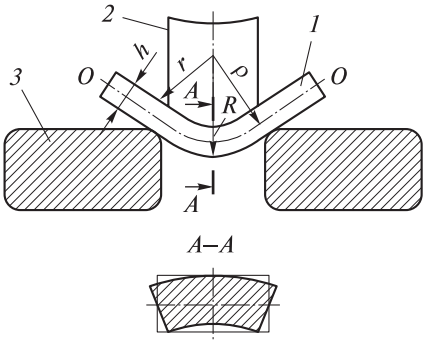


Рис. 1.39. Схема свободной гибки детали:

r — внутренний радиус с изгиба; *R* — внешний радиус изгиба; ρ — радиус изгиба по осевой линии; *h* — толщина изгибаемого материала

Схема свободной гибки представлена на рис. 1.39. Оформление детали *1* осуществляет пуансон *2*, матрица *3* исполняет роль опорного элемента. Линия *O—O* — нейтральная линия гиба. Материал детали со стороны матрицы от нейтральной линии испытывает напряжение растяжения, со стороны пуансона — сжатия. Поэтому первоначальная форма сечения детали деформируется и имеет форму, показанную в сечении *A—A*. Чем толще изгибаемый материал, тем больше деформируется сечение.

Минимальный допустимый радиус изгиба определяется по выражению $R_{\min} = kh$,

где k — коэффициент, зависящий от физических свойств материала (k = = 0,2...0,3 — если линия гиба располагается поперек направления проката материала; k = 1,5 — если линия гиба располагается вдоль проката); h — толщина изгибаемого материала.

Схемы гибки с прижимом и с калибровкой приведены на рис. 1.40. Наличие прижима обеспечивает гибку детали с равными плечами, т. е. заготовка не смещается в процессе гибки.

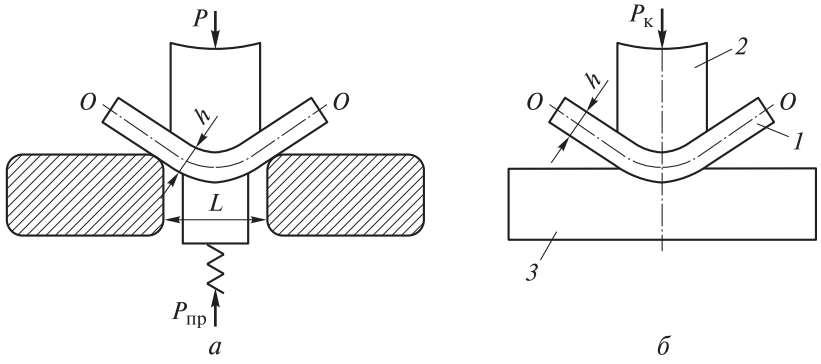


Рис. 1.40. Схемы гибки с прижимом (*а*) и калибровкой (*б*):
L — расстояние между центрами полуматриц; P — усилие гибки на пуансоне; $P_к$ — усилие гибки на пуансоне с калибровкой; $P_{пр}$ — усилие прижима

На схеме гибки с калибровкой форма гиба детали *1* обеспечивается как пуансоном *2*, так и матрицей *3*. Это самый точный способ гибки деталей.

Вырубка и пробивка неметаллических материалов предназначены для получения полых деталей замкнутого профиля. Материалы типа гетинакса, текстолита, оргстекла обычно предварительно нагревают в печах инфракрасного облучения, а резину, фибру, картон — увлажняют. Штампы для вырубки деталей из неметаллических материалов имеют свои особенности. Схема вырубки детали из неметаллического материала приведена на рис. 1.41. Здесь деталь в виде шайбы вырубается из заготовки посредством кольцевых пуансонов.

Вытяжка предназначена для получения полых деталей замкнутого профиля: цилиндрических, конических, ступенчатых, с фланцем и без него (рис. 1.42). Вытяжкой изготавливают крышки, различные элементы корпусов, узлов и др.

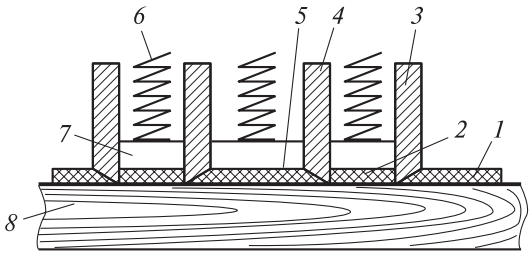


Рис. 1.41. Схема вырубки детали из неметаллического материала:
1 — заготовка (полоса); *2* — деталь; *3*, *4* — кольцевые пуансоны; *5* — выталкиватель отхода; *6* — пружина кольцевого выталкивателя; *7* — кольцевой выталкиватель; *8* — неметаллическая подкладка

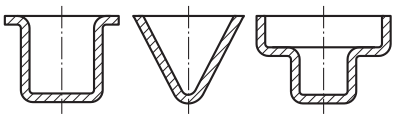


Рис. 1.42. Варианты деталей, получаемых вытяжкой

Различают вытяжку без утонения, когда толщина исходного листа (заготовки) практически не изменяется после вытяжки, и с утонением. Для вытяжки используют пластичные листовые материалы — низкоуглеродистые стали, цветные металлы и их сплавы.

Схема формирования цилиндрического колпачка с фланцем вытяжкой представлена на рис. 1.43. На матрицу *1* устанавливается заготовка *2* в виде круглой шайбы. Для уменьшения трения заготовку перед вытяжкой смазывают солидолом, смазкой на основе графита и др. Иногда для ответственных деталей поверхность заготовки покрывают более пластичным материалом, например поверхность стали — медью. Пуансон *3*, проталкивая заготовку через матрицу *4* с закругленными кромками, вытягивает деталь. Для того чтобы вытягиваемый материал не гофрировал, его прижимают кольцевыми прижимами. Если пуансон проталкивает заготовку через матрицу полностью, образуется полая деталь без фланца, если не полностью — с фланцем.

Холодное (ударное) выдавливание применяют для деталей, приведенных на рис. 1.44, это различного рода втулки, радиаторы охлаждения элементов, детали разъемов, корпусы конденсаторов, экраны и т. д.

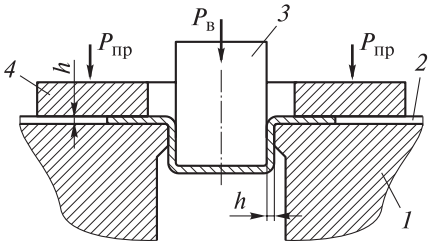


Рис. 1.43. Схема вытяжки детали: h — толщина детали; $P_{пр}$, $P_в$ — усилия проталкивания и вытяжки соответственно

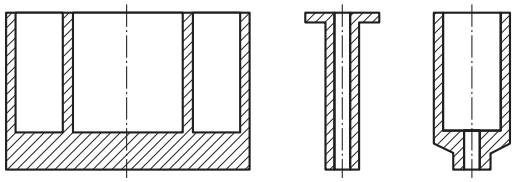


Рис. 1.44. Примеры деталей, получаемых методом холодного выдавливания

Процесс выдавливания сопровождается большими пластическими деформациями. Материал течет под большим давлением, поэтому обладает хорошей пластичностью. Для изделий, получаемых выдавливанием, чаще всего используют алюминий, медь и их сплавы. Процесс холодного выдавливания выполняется по трем схемам: прямое, обратное и комбинированное выдавливание.

Схема прямого холодного выдавливания приведена на рис. 1.45. Материал заготовки течет в зазор z между пуансоном и матрицей в направлении движения (удара) пуансона.

В случае обратного выдавливания (рис. 1.46) материал течет обратно движению пуансона.

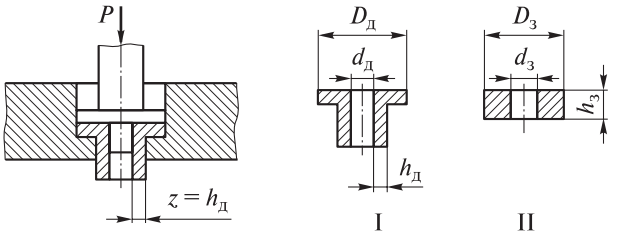


Рис. 1.45. Схема прямого холодного выдавливания:
I — деталь; II — заготовка

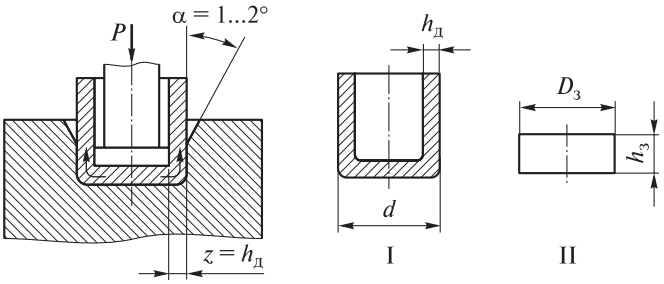


Рис 1.46. Схема обратного холодного выдавливания:
I — деталь; II — заготовка

Размер заготовки определяют по критерию равенства объемов заготовки $V_з$ и детали $V_д$ с учетом отходов ($V_{отх}$):

$$V_з = V_д + V_{отх}.$$

Тогда толщина заготовки $h_з = V_з/F_з$, где $F_з$ — площадь заготовки, определяемая по выражениям: для обратного выдавливания — $F_з = \pi d^2/4$; для прямого с отверстием — $F_з = (\pi D_д^2/4)$.

Тесты к лекции 1.3

1. ***Для обработки каких деталей предназначены токарные станки?***

а) для обработки деталей в форме тел вращения, имеющих цилиндрические, конические, фасонные, сферические, винтовые поверхности, а также торцевые плоскости;

б) для обработки деталей любой формы;

в) для обработки взаимно перпендикулярных плоскостей.

2. ***Для чего предназначена плашка?***

а) для нарезания наружной резьбы;

б) для нарезания внутренней резьбы;

в) для зенкования отверстий.

3. ***Для чего предназначен метчик?***

а) для нарезания внутренней резьбы;

б) для нарезания наружной резьбы;

в) для хонингования отверстий.

4. ***Для чего предназначены токарно-револьверные станки?***

а) для последовательной обработки закрепленной заготовки несколькими разными инструментами;

б) для изготовления револьверов;

в) для изготовления револьверной головки.

5. ***Какие поверхности обрабатывают фрезерованием?***

а) плоские поверхности, пазы, уступы, фасонные поверхности и канавки, а также отрезают заготовки;

б) в основном тела вращения;

в) хонингуют детали цилиндрической формы.

6. ***Что делают зенкерованием?***

а) повышают качество уже имеющегося отверстия;

б) досверливают отверстия;

в) нарезают резьбу.

7. ***Что такое шлифование?***

а) процесс обработки металлических и неметаллических материалов абразивным инструментом, режущими элементами которого являются зерна абразивных материалов;

б) процесс обработки металлических и неметаллических материалов твердосплавным инструментом, режущими элементами которого являются остро заточенные грани;

в) процесс обработки металлических и неметаллических материалов в среде кислотного или щелочного травителя.

8. ***Каково назначение операции шлифования полупроводниковых пластин?***

а) уменьшить неплоскостность и неплоскопараллельность сторон, снизить изгиб и разброс по толщине;

б) получить полированную поверхность пластин;

в) отшлифовать базовый срез.

9. ***Каково назначение химического полирования полупроводниковых пластин?***

а) химическое полирование полупроводниковых пластин предназначено для удаления тонкого нарушенного слоя;

б) химическое полирование полупроводниковых пластин предназначено для обнаружения скрытых дефектов;

в) химическое полирование полупроводниковых пластин предназначено для выравнивания изгиба.

1.4. ИЗГОТОВЛЕНИЕ ДЕТАЛЕЙ ИЗ ПЛАСТМАСС И ПОРОШКОВЫХ МАТЕРИАЛОВ

Цель лекции — изучение основных методов изготовления деталей из пластмасс и порошковых материалов в приборостроении.

1.4.1. Общие сведения

Пластические массы (пластмассы) широко используются при производстве электронной аппаратуры. Из них изготовляют детали корпусов, несущие конструкции, клавиатуру, диэлектрические платы, опоры и др. Такие изделия легки, хорошо противостоят коррозии, обладают высокими электроизоляционными свойствами, имеют эстетичный внешний вид. Примеры деталей из пластмасс с различным конструктивным исполнением приведены на рис. 1.47.

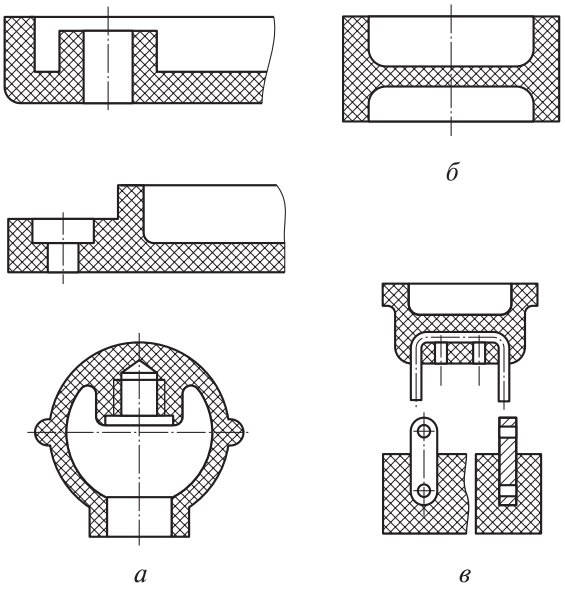


Рис. 1.47. Примеры деталей, изготовленных из пластмасс:
а — равностенные; *б* — равностенные с ребрами жесткости; *в* — армированные

Детали из пластмасс должны быть по возможности равностенными и, где это возможно, с ребрами жесткости. В противном случае возможно коробление и появление трещин. Часто изделия из пластмасс армируют, например разъемы, распределительные колодки. Пластмассовые детали можно выполнять с резьбой, для этого используют резьбовые знаки, которые после затвердевания пластмассы вывинчиваются из детали.

Основной составной частью пластмасс являются полимеры — синтетические органические соединения. Иногда пластмасса полностью состоит из полимера, но чаще всего она представляет собой сложную комбинацию из полимера, пластификатора, наполнителя и красителя. В некоторых случаях добавляются катализаторы и стабилизирующие компоненты. Наполнители, в качестве которых используют древесную муку, тальк, каолин, асбест, стекловолокно, хлопчатобумажные, синтетические, стеклянные ткани, древесный шпон, придают изделиям необходимые прочность, жесткость, теплостойкость и электроизоляционные свойства.

Широко распространенными материалами для изготовления пластмасс являются фенолформальдегидные, эпоксидные и полиэфирные смолы. Наибольшую прочность обеспечивает наполнитель в виде стеклоткани (стеклотекстолиты).

По поведению под воздействием температуры пластмассы делят на термопластичные и термореактивные.

Термопластичные пластмассы (термопласты) при нагревании переходят в пластичное состояние, а при охлаждении сохраняют приобретенную форму. При этом термопласты могут использоваться многократно. Кратность использования зависит от марки пластмассы.

Термореактивные пластмассы (реактопласты) при нагревании переходят в пластичное состояние, а при достижении температуры «перехода» — в необратимое состояние, приобретая твердость и хрупкость.

Основными способами изготовления пластмассовых деталей являются литье под давлением и прессование. Изделия, полученные этими способами, имеют чистую поверхность, точные размеры и не требуют дальнейшей механической обработки.

Для получения крупногабаритных деталей корпусов применяют способы дутьевого и вакуумного формования из листовых термопластических заготовок.

1.4.2. Изготовление деталей литьем под давлением

Литье под давлением является наиболее эффективным и производительным способом серийного и массового производства деталей в основном из термопластичных пластмасс. Термопласты для литья под давлением выпускаются химической промышленностью в виде гранул и порошков. Детали формуются из полиэтилена, полистирола, капрона, полиамидов и других материалов. Литье под давлением пластмасс осуществляется по тому же принципу, что и литье металлов. Схемы литьевых машин, работающих без

предварительной пластификации и с предварительной пластификацией, приведены на рис. 1.48. В машине без предварительной пластификации материала гранулированное сырье из бункера *7* подается плунжером *6* в цилиндр *5*, который имеет электронагреватель *4*. При движении прессующего поршня *8* порция сырья подается в зону нагрева, а порция уже пластифицированного материала через сопло *3* и литниковые каналы поступает в полость формы *1*, где формируется деталь *2*.

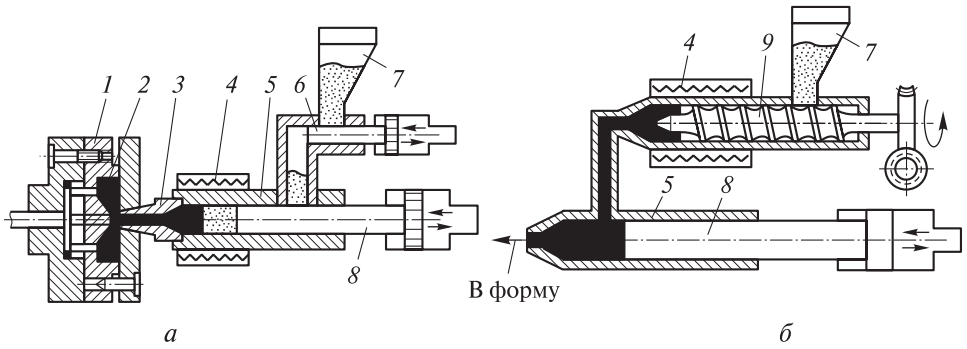


Рис. 1.48. Схемы машин для литья под давлением:
а — без предварительной пластификации; *б* — с предварительной пластификацией

Для повышения однородности заливаемого материала применяют машины с предварительной пластификацией, в которых подача и перемешивание материала осуществляются в отдельном нагревательном цилиндре с помощью шнека *9*.

Большое значение для получения качественных деталей имеет выбор температурного режима литьевого цикла. Температура формы обычно поддерживается на уровне 40...60 °С. Для предупреждения перегрева форм применяют принудительное водяное охлаждение.

1.4.3. Изготовление деталей прямым прессованием

Прямое прессование осуществляют на гидравлических прессах в пресс-форму, схема рабочей части которой приведена на рис. 1.49. Пресс-материал помещается в полость пресс-формы, нагретой до 150...200 °С, и под действием температуры приобретает пластичность, распределяясь по оформляющей полости под давлением. Детали из порошковых материалов получают под давлением 150...200 кг/см^2 (15...20 МПа), а из волокнистых материалов — 250...350 кг/см^2 (25...35 МПа). Прессование из высокопрочных стекловолокнистых материалов типа АГ-4 осуществляют под давлением 400...500 кг/см^2 (40...50 МПа). Время выдержки под давлением составляет 1,0...1,5 мин на 1 мм толщины детали.

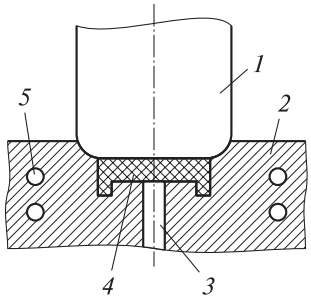


Рис. 1.49. Рабочая часть пресс-формы для обычного (компрессионного) прессования:

1 — пуансон прессующий; *2* — матрица; *3* — выталкиватель готовой детали; *4* — деталь после прессования; *5* — электрообогрев пресс-формы

В мелкосерийном производстве используют съемные пресс-формы, сборка которых осуществляется вне пресса. Нагрев таких пресс-форм происходит после установки их на пресс, имеющий специальные плиты обогрева. В массовом производстве применяют стационарные пресс-формы с собственным обогревом, который осуществляется электрическими нагревательными элементами, расположенными в плите обогрева пуансона и в плите обогрева матрицы.

1.4.4. Изготовление деталей литьевым прессованием

Литьевое прессование имеет ряд преимуществ по сравнению с прямым. Этим способом можно получать детали с малопрочной сквозной арматурой, детали с глубокими отверстиями небольшого диаметра, с различной толщиной стенок. Это обусловлено тем, что пресс-материал, проходя через узкое сечение литника, нагревается и поступает в оформляющую полость уже равномерно размягченным.

Устройство рабочей части пресс-формы для литьевого прессования с верхней камерой прессования приведено на рис. 1.50.

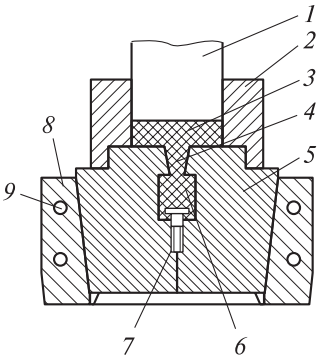


Рис. 1.50. Устройство рабочей части пресс-формы для литьевого прессования с верхней камерой прессования:

1 — пуансон; *2* — загрузочная камера; *3* — пресс-остаток после прессования; *4* — литник; *5* — разъемная матрица; *6* — деталь; *7* — арматура в детали; *8* — обойма для матрицы; *9* — электрообогрев пресс-формы

Пресс-форма для литьевого прессования устанавливается на гидравлическом прессе любой конструкции, так как закрытие загрузочной камеры и заливка пресс-материала в полость матрицы происходят при движении

поршня вниз. Наличие верхней загрузочной камеры дает возможность прессовать детали из волокнистых материалов, но требует обязательного вертикального разъема матрицы для удаления литника.

При использовании пресс-порошков можно применять пресс-формы с нижней загрузочной камерой. Закрытие такой пресс-формы происходит при движении верхнего поршня пресса вниз, а заливка материала, предварительно пластифицированного в загрузочной камере, осуществляется при движении нижнего поршня вверх.

Основным недостатком способа литьевого прессования по сравнению с обычным является повышенный расход материала, так как в загрузочной камере остается часть необратимого пресс-материала.

1.4.5. Изготовление деталей дутьевым и вакуумным прессованием

Дутьевое и вакуумное формование термопластов аналогично процессу листовой штамповки (вытяжке) металлов. Лист термопласта, предварительно нагретый до высокоэластичного состояния, формуют давлением сжатого воздуха или созданием вакуума под листом в штампе и, не снимая внешнего усилия, охлаждают, фиксируя приданную ему конфигурацию. Эти способы переработки наиболее широко применяют для изготовления тонкостенных крупногабаритных изделий из органических стекол и винипласта.

Шероховатость поверхности пластмассовых деталей, изготовляемых литьем под давлением и прессованием, соответствует классам шероховатости 7...8. Точность пластмассовых деталей находится в пределах квалитетов 11...14, хотя в отдельных случаях достигается квалитет 8...9. Технологические уклоны (конусность) предусматриваются на внешних и внутренних поверхностях в направлении разъема пресс-форм. Односторонний уклон для внутренних поверхностей составляет от 30′ до 1°, а для внешних поверхностей — 15...30′.

Тесты к лекции 1.4

1. ***Можно ли пластмассовые детали выполнить сразу с резьбой?***

а) можно;

б) нельзя;

в) можно, только потом нарезать резьбу.

2. ***Какой материал является наполнителем при изготовлении стеклотекстолита?***

а) стеклоткань;

б) углеродная ткань;

в) хлопчатобумажная ткань.

3. ***Какие пластмассы называются термопластичными?***

а) пластмассы, которые могут многократно размягчаться при нагревании;

б) пластмассы, которые могут только однократно размягчаться при нагревании;

в) пластмассы, которые выдерживают двукратный цикл нагрев–охлаждение.

4. ***Какие пластмассы называются термореактивными (реактопластами)?***

а) пластмассы, которые могут только однократно размягчаться при нагревании;

б) пластмассы, которые могут многократно размягчаться при нагревании;

в) пластмассы, которые выдерживают трехкратный цикл нагрев–охлаждение.

5. ***Какому классу шероховатости соответствует шероховатость поверхности пластмассовых деталей, изготовляемых литьем под давлением?***

а) классам шероховатости 7...8;

б) классам шероховатости 3...4;

в) классам шероховатости 10...11.

1.5. МЕТОДЫ ОЧИСТКИ И МОДИФИКАЦИИ ПОВЕРХНОСТИ

Цель лекции — изучение основных методов очистки и модификации поверхности.

1.5.1. Типовые загрязнения поверхности изделий

Технологически *чистой* считается поверхность, на которой концентрация загрязнений не препятствует воспроизводимому получению заданных параметров приборов и микросхем и их стабильности.

В производстве изделий приборостроения особое место занимает культура производства, и в частности получение чистых поверхностей. В зависимости от того, насколько чистой можно сделать поверхность заготовки, будут коренным образом зависеть, например, такие последующие операции, как нанесение покрытий, термообработка, фотолитография, легирование и т. п. Современные технологические процессы изготовления СБИС состоят из нескольких сотен операций, среди которых почти половина — очистка и травление, цель которых — получение чистых поверхностей.

Методика очистки зависит от характера загрязненной поверхности. Рассмотрим типичные загрязнения поверхности изделий (рис. 1.51).



Рис. 1.51. Типовые загрязнения поверхности изделий

Все загрязнения, встречающиеся в производстве приборов и электронной аппаратуры, можно разделить на два больших класса: физические загрязнения и химические загрязнения. В свою очередь физические загрязнения подразделяют на органические полярные — жиры, белки, остатки ПАВ, и органические неполярные — минеральные масла, вазелины, парафины и т. п. К физическим неорганическим загрязнениям можно отнести прежде всего микрочастицы металлов и их соединений. Химические загрязнения подразделяются на ионные — катионы или анионы из неорганических химических растворов, например, Na^+, Cl^-, SO_3^{2-}, и атомные — наличие атомов загрязняющего вещества на поверхности заготовки.

Поскольку производство изделий электронной техники является одним из самых сложных производств как с точки зрения применяемых технологий, так и с точки зрения их количества, не будет преувеличением сказать, что в данном производстве используется большинство известных ТП. Рассмотрим характерные виды загрязнений:

– в механическом производстве — абразивы, СОЖ, металлическая пыль, ржавчина, смазка, антикор;

– электротехническое производство — пропиточные лаки, флюсы, эмали, графитовые смазки;

– в микроэлектронном производстве — абразивные и клеящие материалы, пыль в производственном помещении, технологические среды, органические и неорганические реагенты, вода, а также связанные с участием человека в производстве: одежда, эпителий, косметика, бактерии, вирусы, отпечатки пальцев оператора;

– электронная промышленность — следы кислот и щелочей, остатки флюсов, выплески припоев;

– в оптической промышленности — клеевые смолы, канифоль, тальк, бакелитовый лак, воск.

При выборе тех или иных методов очистки следует выполнять главное условие: применяемые при очистке методы и составы должны быть инертны по отношению к обрабатываемым деталям и изделиям и не вызывать их разрушений.

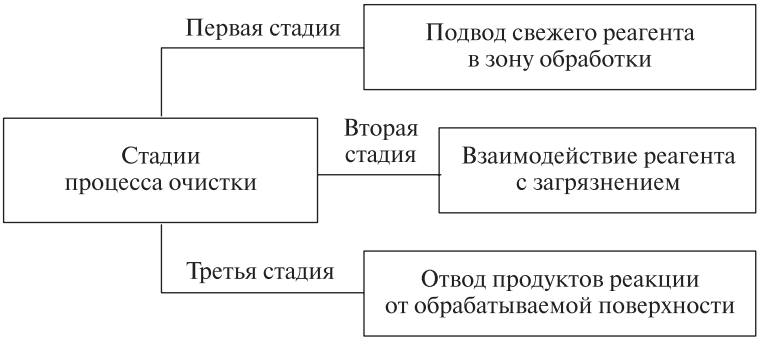


Рис. 1.52. Стадии процесса очистки

Процесс очистки состоит из трех стадий (рис. 1.52): на первой стадии осуществляется подвод свежего реагента в зону обработки, на второй — происходит взаимодействие реагента с загрязнением; на третьей — происходит отвод продуктов реакции от обрабатываемой поверхности.

Классификация методов очистки и травления поверхности изделий представлена на рис. 1.53.

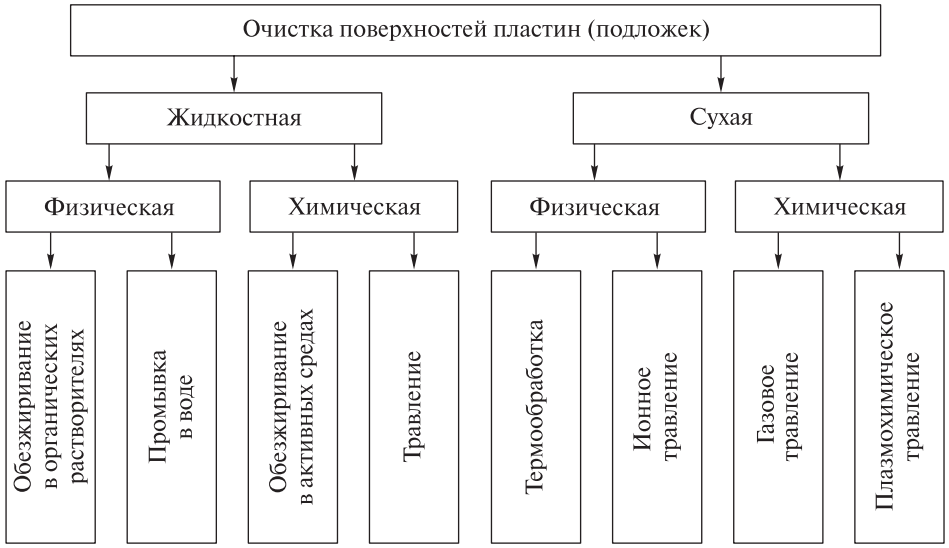


Рис. 1.53. Классификация методов очистки и травления поверхности изделий

Как следует из рис. 1.53, методы подразделяются на два больших класса: жидкостные и сухие. Жидкостные методы подразделяются на физические, когда происходит очистка в органических растворителях или воде, и химические, при которых очистка происходит в химически активных перекисно-аммиачных растворах, а также в кислотных или щелочных травильных растворах. Сухие методы также включают два больших класса: физические, когда производят отжиг или ионное травление, и химические, при которых осуществляют газовое или плазмо-химическое травление в специальных установках.

Жидкостная обработка — обезжиривание и травление пластин, а также обязательная их промывка после каждой операции в воде.

Обезжиривание в органических растворителях основано на удалении с поверхностей молекул жиров. При этом молекулы не разрушаются, а распределяются по всему объему ванны, заполненной четыреххлористым углеродом, бензолом, толуолом, изопропиловым спиртом. Такая очистка высокоэффективна, но многостадийна, требует большого расхода растворителей, дорогостояща и в большинстве случаев токсична.

Для обезжиривания поверхностей используют специальные химические вещества, которые воздействует на жиры. К ним относятся углеводороды (бензол, толуол, ксилол), смеси углеводородов (бензин, лигроин, керосин, скипидар), спирты (метиловый, этиловый, пропиловый, бутиловый), эфиры, амины (производные аммиака), кетоны (ацетон, метилэтилкетон, циклогексанон), хлорорганические соединения (четыреххлористый углерод).

Определяющими параметрами процесса являются температура и время. Растворимость жиров увеличивается с повышением температуры. Поэтому обезжиривание осуществляют в горячих или кипящих растворителях.

Ниже указаны краткие характеристики некоторых из этих жирорастворителей:

– бензин — легковоспламеняющаяся жидкость, получаемая при перегонке нефти, плотность 0,73 г/см^3;

– лигроин $C_6H_4 – C_8H_8$ — бесцветная легковоспламеняющаяся жидкость (промежуточная фракция между бензином и керосином);

– бензол C_6H_6 — бесцветная легковоспламеняющаяся жидкость, плотность 0,87 г/см^3;

– толуол C_7H_8 — бесцветная прозрачная, легковоспламеняющаяся жидкость, плотность 0,86 г/см^3;

– этиловый спирт C_2H_5OH — прозрачная жидкость, имеющая плотность 0,78 г/см^3;

– метиловый спирт CH_3OH — прозрачная жидкость, получаемая из древесины и имеющая плотность 0,79 г/см^3 (является сильным ядом);

– ацетон CH_3COCH_3 — прозрачная бесцветная легковоспламеняющаяся жидкость, плотность 0,79 г/см^3;

– четыреххлористый углерод CCl_4 — бесцветная негорючая жидкость, имеющая плотность 1,59 г/см^3.

Несмотря на высокую эффективность очистки в органических растворителях, технология такого обезжиривания связана с определенными трудностями (многократная очистка, большой расход, высокая стоимость и токсичность большинства растворителей).

Исключительными особенностями обладает фреон, который нетоксичен и обеспечивает высокую эффективность очистки.

Физическое обезжиривание — растворение органических загрязнений в горячих или кипящих органических растворителях. При этом молекулы жиров, отрываясь от поверхности пластин, равномерно распределяются в объеме растворителя. Одновременно происходит обратный процесс — адсорбция молекул жира очищенной поверхностью.

Для снижения интенсивности адсорбции используют каскадный метод отмывки (рис. 1.54). При этом кассета с пластинами поочередно переносится из нижней ванны *2* в верхнюю ванну *5*. Таким образом, при очистке соблюдается принцип «бесконечного разбавления», и чистый растворитель не смешивается с загрязненным, который постепенно вытесняется в отстойник *8*, а из него в перегонный куб *6*.

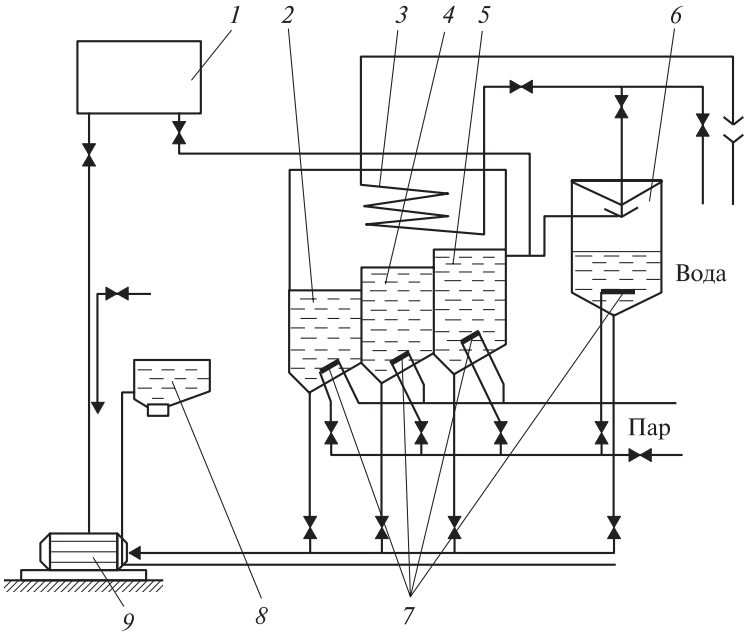


Рис. 1.54. Схема установки для обезжиривания пластин с каскадными ваннами:

1 — напорный бак; *2*, *4*, *5* — нижняя, средняя и верхняя ванны; *3* — охлаждающий змеевик; *6* — перегонный куб; *7* — подогреватели; *8* — отстойник; *9* — насос

Принцип «бесконечного разбавления» соблюдается также и при очистке пластин в парах растворителя (рис. 1.55).

Пластины, находящиеся в кассете *1*, помещают в рабочую камеру в корпусе *3*, куда из перегонного куба поступают пары *2* кипящего растворителя, которые конденсируются на очищаемых поверхностях. Капли конденсата, стекая с поверхности пластин, уносят загрязнения. При этом пластины непрерывно омываются свежим чистым конденсатом, а загрязненный стекает вниз. Такую очистку производят в парах изопропилового

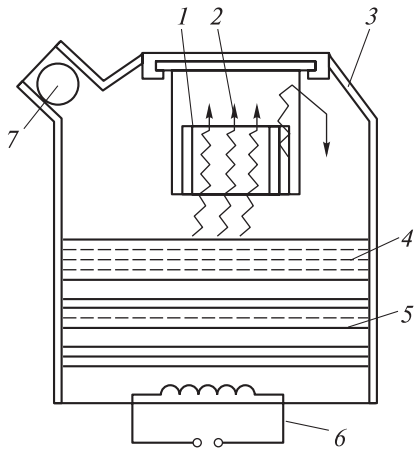


Рис. 1.55. Схема установки очистки в парах растворителя:

1 — кассета с пластинами; *2* — пары растворителя; *3* — корпус; *4* — растворитель; *5* — слой загрязнений; *6* — нагреватель; *7* — предохранительный клапан

спирта, фреона-113 или хлорированных углеводородов. Наиболее эффективна очистка в фреоне-113 — негорючей и нетоксичной жидкости, имеющей температуру кипения 47,6 °С и плотность 1,57 г/см^2. Недостатки метода: значительные потери растворителя из-за испарения и необходимость высокой герметичности установок.

Промывка в воде предназначена для удаления остатков загрязнений, реагентов и продуктов реакций в специально очищенной (дистиллированной, бидистиллированной и деионизованной) воде. Природная вода перед технологическим применением в микроэлектронике подвергается многократной комплексной очистке, в том числе биологической (от бактерий и вирусов). Критический размер взвешенных частиц для интегральной микроэлектроники 1,0...0,5 мкм. Число частиц бóльшего размера должно быть сокращено до 1000 в 1 л очищенной воды. Для производства ИС допустимые размеры частиц снижаются до 0,1...0,2 мкм и их число — до 20 единиц в 1 л воды.

Методы химического обезжиривания проводят в составах, разрушающих молекулы жира и не действующих на обрабатываемый материал. Благодаря этому процесс десорбции (обратный адсорбции) молекул жира очищенной поверхностью исключается. Для химического обезжиривания используют горячий (75...80 °С) перекисно-аммиачный раствор, состоящий из водного раствора, перекиси водорода H_2O_2 (пергидроль) и гидроксида аммония NH_4OH.

Атомарный кислород, выделяющийся при нагреве пергидроли, окисляет как органические, так и неорганические загрязнения, а щелочь ускоряет реакцию разложения H_2O_2, омыляет или эмульгирует жиры, а также связывает в хорошо растворимые комплексы ионы некоторых металлов.

Химическое обезжиривание основано на разрушении молекул жира растворителями, не воздействующими на материал пластины (подложки). Его отличительной особенностью является отсутствие вероятности повторного загрязнения пластин.

Для очистки, основанной на переводе омыляемых жиров в легко растворимые в воде мыла (соли), применяют обработку поверхности в мыльных растворах. Этим способом удаляют растительные и животные жиры — загрязнения от остатков сложных эфиров глицерина и высокомолекулярных органических кислот. Химическое обезжиривание характеризуется низкими токсичностью и стоимостью.

Обезжиривание в щелочных растворах — процесс удаления омыляемых жиров растительного и животного происхождения и неомыляемых минеральных масел.

Растворенные загрязнения необходимо стабилизировать, чтобы предотвратить их повторное осаждение из раствора на поверхность пластины.

Щелочные моющие растворы состоят из щелочей, солей щелочных металлов и ПАВ.

Компоненты раствора должны обеспечить:

– низкое поверхностное натяжение;

– наличие щелочного буфера для нейтрализации кислотных загрязнений;

– разрушение связи загрязнений с поверхностью;
– эмульгирующие свойства;
– индифферентность по отношению к материалу деталей.

В производстве применяют следующие растворы:
– гидроксид натрия (едкий натр) NaOH;
– карбонат натрия Na_2CO_3;
– силикаты натрия (жидкое стекло) Na_2O (SiO_2);
– фосфаты натрия (тринатрийфосфат) Na_3PO_4;
– буру (натриевая соль тетракарбоновой кислоты) $Na_2B_4O_7$.

Жиры — смесь сложных эфиров, образованных глицерином и жирными кислотами. При взаимодейстствии жиров со щелочами происходит их омыление с образованием растворимого мыла. В результате реакции образуются растворимые натриевая соль стеариновой кислоты (мыло) и глицерин. Калиевое мыло растворяется быстрее, однако NaOH существенно дешевле, чем KOH.

Для удаления неомыляемых масел, не реагирующих со щелочами, применяется эмульгирование.

Эмульгирование заключается в разрыве сплошной жировой пленки на поверхности детали. Под действием сил молекулярного притяжения масляная пленка свертывается в шарики, которые легко уносятся с поверхности потоком жидкости. В качестве эмульгаторов используются специальные ПАВ, жидкое стекло (силикаты) и фосфаты натрия (тринатрийфосфат).

Важно учитывать, что при обезжиривании в щелочных растворах некоторых металлов необходимо контролировать концентрацию щелочи и время обработки во избежание растравливания поверхности (особенно алюминия, магния и их сплавов).

После очистки в силикатных растворах на поверхности изделий остается тонкий слой силиката (около 50 Å), однако этот слой в некоторой степени полезен, так как предохраняет металл от коррозии.

Химическое травление основано на растворении поверхности пластин соответствующими жидкими химическими реактивами (щелочами, кислотами и их солями) и состоит из нескольких этапов: диффузии реагента к поверхности и его адсорбции; поверхностных химических реакций; десорбции продуктов реакции и их диффузии от поверхности.

Травители, при обработке в которых самыми медленными стадиями, определяющими скорость процесса, являются диффузионные, называют полирующими.

Травители, при обработке в которых самой медленной стадией является химическая реакция, называют селективными (например, NaOH, KOH). При этом скорость травления зависит от температуры, а также структуры и кристаллографической ориентации поверхности пластин. Селективные травители, значительно отличающиеся скоростями травления по разным кристаллографическим направлениям, называют анизотропными.

Электрохимическое травление является разновидностью обработки в активных средах и основано на химических превращениях, происходящих при электролизе. Основой процесса являются реакции анодного окисления

(растворения) и катодного восстановления. Травление проводят в растворах, содержащих HF при возрастающей плотности тока. Такое травление называют также электрополировкой.

Сухая очистка основана на использовании отжига, газового, ионного и плазмохимического травления. Эти способы исключают применение дорогостоящих и опасных в работе жидких химических реактивов; они более управляемы и легче поддаются автоматизации. Процессы сухой очистки являются наиболее эффективными также при обработке локальных участков и рельефной поверхности.

Сухая обработка — отжиг (термообработка), ионное, газовое и плазмохимическое травление.

При термообработке удаляют при высоких температурах адсорбированные поверхностью пластин загрязнения их разложением и испарением. Отжиг проводят в термических установках в среде инертного газа или вакууме непосредственно перед операциями формирования полупроводниковых или пленочных структур.

Ионное травление — процесс удаления слоев материала вместе с загрязнениями бомбардировкой его поверхности потоком ионов инертных газов высокой энергии. Так, при травлении кремния энергия ионов достигает 1...10 кэВ. При бомбардировке поверхности пластин ионы передают атомам обрабатываемого материала дополнительные энергию и импульс. Если передаваемая атомам энергия превышает энергию их химических связей, а сообщаемые импульсы направлены наружу от поверхности, то происходит смещение атомов, их отрыв от поверхности и распыление. Процесс выполняют в вакууме (в зависимости от метода давление аргона составляет $10^{2}...10^{-2}$ Па) при энергиях ионов, достаточных для распыления обрабатываемых материалов.

Коэффициент распыления S определяется отношением числа испаряемых поверхностью атомов n_a к числу бомбардирующих ионов n_i, т. е. $S = n_a/n_i$. Этот параметр является одним из основных для определения скорости травления, которая, в свою очередь, зависит от массы обрабатываемого материала и состояния его поверхности, энергии и угла падения ионов, а также давления рабочего газа в камере.

В зависимости от способа генерации ионов и конструкции установки различают ионно-плазменное и ионно-лучевое травление.

При ионно-плазменном травлении держатель с пластинами, находящийся под отрицательным потенциалом, помещают в плазму газового разряда. Положительно заряженные ионы аргона устремляются к отрицательно заряженному держателю пластин, ускоряются электрическим полем и бомбардируют поверхность, очищая ее. В зависимости от напряжения на электродах, плотности ионного тока, давления инертного газа и продолжительности процесса скорость травления кремния, диэлектриков и металлов соответственно равна 0,2; 0,1 и 0,3 мкм/мин. Процесс безынерционен. Так обрабатывают строго локализованные участки поверхности.

При ионно-лучевом травлении пластины помещают на специальные мишени, расположенные вне зоны плазмы, и бомбардируют ионами, создаваемыми

автономным (самоуправляемым) газоразрядным источником. Поток ионов фокусируется и управляется электрическим и магнитным полями. Положительные заряды, накапливаемые на обрабатываемой поверхности, компенсируются инжекцией электронов.

Ионное травление не только позволяет очищать поверхность любых подложек (полупроводниковых, диэлектрических и др.) от различных загрязнений, но и эффективно при их прецизионной локальной обработке.

При газовом травлении происходит химическое взаимодействие материала пластин с газообразными веществами и образующиеся при этом соединения улетучиваются. В качестве травителей используют смеси водорода или гелия с галогенами (фтором, хлором, бромом), галогеноводородами HBr, HCl, сероводородом H_2S и др. Молярное соотношение этих веществ в водороде или гелии составляет десятые доли или единицы процентов. Температура обработки 800...1300 °С.

Газовое травление позволяет окончательно удалить нарушенный слой и обеспечивает получение более чистой поверхности, чем при жидкостной обработке. Однако необходимость использования особо чистых газов и высокие температуры процесса ограничивают его применение.

При плазмохимическом травлении молекулы активного газа распадаются в разряде на реакционноспособные частицы — электроны, ионы и свободные радикалы, химически взаимодействующие с поверхностью подложек. Так, поток электронов высокочастотной плазмы разлагает тетрафторид углерода CF_4 на ионы фтора F и радикалы CF+3, CF+, которые травят различные материалы (металлы, полимеры) с неодинаковой скоростью.

Скорость травления зависит также от температуры и газового состава плазмы. Например, введение в плазму инертного газа (аргона), химически активного газа (например, кислорода) изменяет скорость травления. Такое сочетание ионного и плазмохимического травления называют ионно-химическим (реактивным) травлением.

Сухая очистка пластин и локальная их обработка наиболее эффективны при создании ИС.

При изготовлении полупроводниковых приборов и ИС, как правило, проводят комплексную очистку пластин, при которой удаляют практически все загрязнения. Так, обработка пластин кремния перед термическим окислением состоит из следующих операций:

- обезжиривание в перекисно-аммиачном растворе при 75...80 °С и промывка проточной деионизованной водой;
- обработка в концентрированной азотной кислоте при 90...100 °С и промывка проточной деионизованной водой;
- гидродинамическая обработка беличьими кистями в струе деионизованной воды;
- травление в растворе фтористоводородной кислоты и промывка деионизованной проточной водой;
- ультразвуковая обработка в нескольких порциях перекисно-аммиачного раствора и промывка проточной деионизованной водой;
- сушка в центрифуге.

При изготовлении полупроводниковых приборов и ИС в большинстве случаев применяют жидкостную обработку. Сухую очистку проводят на специальных установках перед такой ответственной операцией, как, например, травление после литографии, а также непосредственно перед напылением и эпитаксией.

1.5.2. Характеристики растворителей для очистки изделий

Наиболее широко применяемым растворителем для очистки поверхностей является вода. Она чрезвычайно широко используется для очистки изделий от загрязнений.

Вода — бесцветная жидкость без вкуса и запаха — является самым распространенным веществом в природе и представляет собой химическое соединение 11,2 % водорода и 88,8 % кислорода. Температура замерзания воды 0 °С, а кипения 100 °С. Наибольшую плотность, равную 1 г/см^3, вода имеет при 4 °С и давлении 10^5 Па.

Для очистки изделий после механической обработки (резка, шлифовка и т. п.) используется, как правило, обычная водопроводная вода, поскольку на этом этапе производства не требуется высокая степень очистки.

В производстве ПП, узлов микросхем используется дистиллированная вода, в которой практически отсутствуют соли металлов. Дистиллированная вода, получаемая многократной дистилляцией содержит небольшое количество примесей (сухой остаток равен 5 мг/л), и ее электрическое сопротивление не превышает 100 кОм·см.

В производстве микроэлектронных приборов применяют деионизованную воду.

Следует отметить, что даже в дистиллированной воде содержатся катионы железа, меди, кальция, магния, натрия, калия и анионы хлоридов, сульфидов, бикарбонатов, избавиться от которых можно при пропускании воды через специальные ионообменные колонки. Деионизованную воду получают методом ионного обмена, сущность которого состоит в том, что в системе вода–ионит происходит обмен ионами. В качестве ионитов используют различные ионообменные смолы. Для очистки воды от ионов используют катионитовые (КУ-1, КУ-2, КУ-8-4с, КБ-4П2) и анионитовые (АВ-16, АВ-17, АВ-20, АВ-17-8-4с) смолы.

Различают два вида деионизованной воды: марки А и марки Б. Вода марки А используется для промывки полупроводниковых пластин с *p–n*-переходами. Вода марки А имеет удельное сопротивление 20 Мом·см. Вода марки Б применяется для подложек гибридных интегральных схем (ГИС), нейтральных и диэлектрических покрытий ИС и т. п. Вода марки марки Б имеет удельное сопротивление около 1 Мом·см.

Подготовка деионизованной воды осуществляется в несколько этапов. Сначала обычная водопроводная вода последовательно проходит параллельно работающие многослойные, угольные и барьерные фильтры. Затем вода обрабатывается ингибиторами для предотвращения осадкообразования

на поверхности мембран, удаления солей жесткости и подается под давлением на мембранную установку, где происходит обессоливание воды на обратноосмотических элементах. Обессоленная вода поступает на ионообменные фильтры (фильтр с катионообменной смолой в H+-форме, фильтр с анионообменной смолой в OH-форме, фильтр смешанного действия) для глубокой деионизации.

1.5.3. Интенсификация процессов очистки

Для повышения эффективности очистки используют различные методы интенсификации. При этом ускоряются более медленные стадии процесса (например, подвод свежего реагента в зону обработки, отвод продуктов химической реакции от обрабатываемой поверхности), обеспечивается десорбция атомов или ионов с поверхности изделия; используются и другие полезные ресурсы технологии. Классификация способов интенсификации процессов очистки представлена на рис. 1.56.

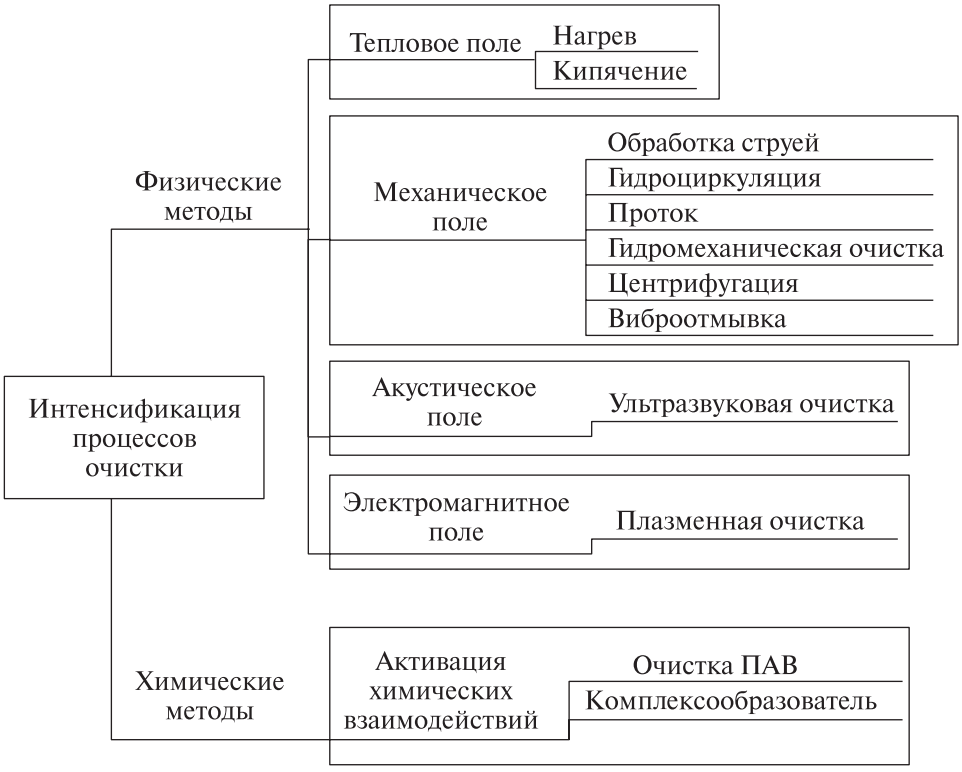


Рис. 1.56. Классификация способов интенсификации процессов очистки

К физическим методам интенсификации процесса очистки относятся нагрев, кипячение, обработка струей, гидроциркуляция, проток, гидромеханическая очистка, центрифугирование, ультразвуковая обработка, плазменная очистка.

Схема гидромеханической очистки полупроводниковой пластины с помощью валика с щеткой представлена на рис. 1.57. Полупроводниковая пластина *4* устанавливается на вакуумный столик *5* и за счет разряжения воздуха присасывается к вакуумному столику, который вращается вокруг своей оси. На вращающийся валик *3* одета щетка *2*. Ворсинки щетки воздействуют на поверхность пластины в потоке деионизованной воды, которая подается по линии подачи *1*. Щетка подлежит регулярной замене на новую через определенное число циклов очистки. Основные недостатки гидромеханической очистки — возможность переноса загрязнений со щеток на рабочую поверхность пластины и появление на полупроводниковых пластинах царапин в случае засорения щеток, например кремниевой пылью. Для избежания брака при гидромеханической очистке следует соблюдать регламент смены и очистки щеток.

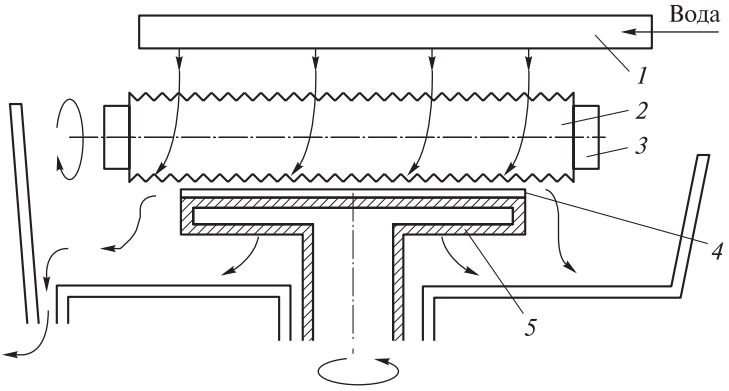


Рис. 1.57. Схема гидромеханической очистки:
1 — линия подачи деионизованной воды; *2* — щетка; *3* — валик; *4* — пластина; *5* — вакуумный столик

К химическим методам интенсификации очистки относятся очистка поверхности ПАВ и комплексообразователями.

Эти методы позволяют отказаться от токсичных и огнеопасных органических растворителей и концентрированных кислот.

В водных растворах ПАВ удаление загрязнений происходит в четыре этапа:

1) смачивание очищаемой поверхности водными растворами ПАВ;

2) адсорбция молекул ПАВ поверхностью и частицами загрязнений;

3) отделение частиц загрязнений от поверхности;

4) перевод водонерастворимых загрязнений в состояние эмульсии или суспензии.

Связь между частицами загрязнений и поверхностью ослабляется благодаря расклинивающему действию молекул ПАВ. Молекулы, адсорбируемые частицами ПАВ, образуют прочные «оболочки» и препятствуют их повторному осаждению на очищаемую поверхность. Наиболее широко используют ПАВ ОП-7 и ОП-10, синтанол ДС-10, смачиватель СП-104 П.

Поверхностно-активные вещества адсорбируются на поверхности, разделяющей разные фазы вещества, обеспечивая моющему раствору хорошую смачиваемость. Благодаря прочной адсорбции загрязнений образуется стабильная фаза в моющем растворе, которую легко удалить.

Поверхностно-активные вещества подразделяют на четыре класса:

1) анионоактивные;
2) катионоактивные;
3) амфолитные;
4) неионогенные.

Поверхностно-активные свойства у ПАВ создаются в результате того, что одна часть молекул этих веществ растворяется в воде, а другая — в жирах. Изменяя соотношение между этими растворителями, можно изменять эмульгирующие, моющие и смачивающие свойства ПАВ.

Первые два класса образуют соответственно отрицательный и положительный органические и неорганические ионы.

Неионогенные ПАВ в воде диссоциируют, но растворимость их ионов обусловлена гидролизом молекул.

Амфолитные ПАВ могут в зависимости от pH раствора проявлять как анионоактивные, так и катионоактивные свойства.

С повышением концентрации ПАВ значительно возрастает пенообразование растворов, что может играть как положительную, так и отрицательную роль.

Позитивное влияние пенообразования:

– при моющих процессах с выделением вредных газов пена улавливает пузырьки и удерживает на время, достаточное для нейтрализации;

– смягчает удары деталей при очистке во вращающихся барабанах;

– позволяет очищать крупные устройства, для которых невозможно создать большие емкости с раствором.

Негативное влияние пенообразования:

– невозможность интенсивного перемешивания моющего раствора;

– вторичное загрязнение пеной при выемке изделий из ванны;

– неэффективный режим работы моющего оборудования.

Комплексообразователи создают с поверхностными загрязнениями или водными продуктами химических реакций устойчивые сложные соединения — комплексы, которые переходят в раствор и остаются в нем.

Наиболее распространенными комплексообразователями являются триаммонийная соль оксиэтилендифосфоновой кислоты (ТАСОЭДФ) и оксиэтилендифосфоновая кислота (ОЭДФ).

Поверхности металлических деталей очищают от оксидов травлением в кислотных и щелочных растворах.

Операцию очистки обязательно проводят перед нанесением покрытий на детали из сталей, алюминия и его сплавов, меди и ее сплавов, цветных и редких металлов. Состав растворов и длительность процесса травления выбирают в зависимости от природы металла и характера образовавшихся пленок.

Оксидные пленки редко бывают сплошными. В поры пленки проникает травитель и растравливает материал детали одновременно с процессом травления оксида.

Тесты к лекции 1.5

1. ***Какая поверхность технологически считается чистой?***

а) поверхность, на которой концентрация загрязнений не препятствует воспроизводимому получению заданных параметров приборов и микросхем и их стабильности;

б) поверхность, на которой концентрация микроорганизмов не превышает допустимого уровня;

в) поверхность, которая обработана чистящими средствами.

2. ***Из каких стадий состоит процесс очистки?***

а) стадии подвода свежего реагента в зону обработки, стадии взаимодействия реагента с загрязнением и стадии отвода продуктов реакции от обрабатываемой поверхности;

б) стадии нанесения свежего реагента на ветошь и протирки ветошью зоны очистки;

в) стадии нанесения свежего реагента на губку и протирки губкой зоны очистки.

3. ***Что такое физическое обезжиривание?***

а) растворение органических загрязнений в горячих или кипящих органических растворителях;

б) удаление органических загрязнений абразивной суспензией;

в) растворение органических загрязнений в кислотах.

4. ***Что применяют для удаления неомыляемых масел?***

а) для удаления неомыляемых масел, не реагирующих со щелочами, применяют эмульгирование;

б) для удаления неомыляемых масел, не реагирующих со щелочами, применяют экстрадирование;

в) для удаления неомыляемых масел, не реагирующих со щелочами, применяют сублимирование.

5. ***На каких процессах основана сухая очистка?***

а) на использовании отжига, газового, ионного и плазмохимического травления;

б) на использовании сушки струей воздуха;

в) на использовании вакуумной экстракции.

6. ***Какая вода используется для очистки полупроводниковых пластин после их механической обработки?***

а) обычная водопроводная вода;
б) дистиллированная вода;
в) деионизованная вода.

7. ***Какая вода используется в производстве ПП?***

а) дистиллированная вода;
б) обычная водопроводная вода;
в) деионизованная вода.

8. ***Какая вода используется в производстве микроэлектронных приборов?***

а) деионизованная вода;
б) дистиллированная вода;
в) дейтериевая вода.

9. ***Какие виды деионизованной воды существуют?***

а) два вида деионизованной воды: марки А и марки Б;
б) три вида деионизованной воды: марки А, марки Б и марки С;
в) один вид деионизованной воды: марки А.

1.6. СВЕТОВАЯ МИКРОСКОПИЯ

Цель лекции — изучение основных методов световой микроскопии.

1.6.1. Основы микроскопии

Изготовленные элементы приборостроения подвергают различным видам контроля. Одним из широко применяемых методов контроля является оптический контроль с помощью оптических приборов, в которых применяются лучи видимого **света**, так как глаз работает в оптическом диапазоне длин волн. Соответственно оптические микроскопы не могут иметь **разрешения** менее полупериода волны опорного излучения (для видимого диапазона длина волн 0,4...0,7 мкм, или 400...700 нм) с возможным максимальным увеличением примерно в 2000 раз.

Идея просвечивающего **электронного микроскопа** состоит в замене опорного электромагнитного излучения на электронный пучок. Известно, что для увеличения разрешения микроскопов, использующих электромагнитное излучение, необходимо уменьшение длины волны электромагнитного излучения от ультрафиолетового диапазона вплоть до рентгеновского (длина волны сопоставима с межатомными расстояниями в веществе), и основная трудность состоит в фокусировке ультрафиолетовых и тем более рентгеновских лучей. Последние вообще не поддаются фокусировке.

Особенность взаимодействия рентгеновских лучей с веществом отличает рентгеновские оптические системы от **оптических систем** для **световых** и электронных лучей. Малое отклонение показателя преломления рентгеновских лучей от единицы (меньше чем на 10^{-4}) практически не позволяет использовать для их фокусировки **линзы** и **призмы**. Электрические и магнитные линзы для этой цели также неприменимы, так как рентгеновские лучи инертны к электрическому и магнитному полям. Поэтому в рентгеновской микроскопии для фокусировки рентгеновских лучей используют явление их полного внешнего отражения изогнутыми зеркальными плоскостями или отражение от кристаллографических изогнутых плоскостей. На этом принципе построены отражательные рентгеновские микроскопы.

1.6.2. Устройство оптического микроскопа и современные задачи

Методы исследования биологических объектов с помощью микроскопов имеют давнюю историю и позволили за это время получить ряд фундаментальных, важнейших результатов. Несмотря на то что оптическая микроскопия

насчитывает более 300 лет, она не утратила свои позиции, а введение новых методов и техники исследований (флюоресцентная микроскопия, конфокальная микроскопия, микроскопия ближнего поля) определяет ее приоритетное значение в настоящее время. Микроскоп вошел в практику научных исследований с того момента, как были подмечены увеличительные свойства воды. Первые наблюдения микроорганизмов были сделаны А. Левенгуком еще в 1673 г. За три столетия микроскоп, конечно, существенно преобразился, но его суть как прибора для получения увеличенных изображений объектов, невидимых невооруженным глазом, осталась неизменной. Микроскоп и сейчас является главным инструментом исследователя-морфолога и врача-лаборанта. Несмотря на значительные успехи, полученные другими методами исследования клеток, для анализа живых одиночных клеток наиболее перспективна оптическая микроскопия. Можно сказать, что развитие биологических наук в некоторой степени зависит от создания нового класса микроскопов и техники, однако наиболее популярным на сегодняшний день является микроскоп, имеющий такую же оптическую конструкцию, как и микроскопы, которые создавались в первой половине XX столетия.

Эти микроскопы все еще широко применяются, так как они сравнительно недороги, просты в использовании и надежны для повседневных, рутинных исследований, составляющих основу любой научной работы. В последние годы появились принципиально новые схемы и методы оптической микроскопии. Современные разработки в данной области уже нашли применение при исследовании прижизненной цитологии клетки. Рассмотрим перспективные направления в микроскопии, которые представляют наибольший интерес для медицины, и на возможность удовлетворения этого интереса современными методами оптоэлектроники и компьютерного анализа оптической информации.

1.6.3. Глаз и его свойства

Схематически устройство глаза представлено на рис. 1.58. Передняя часть глаза ограничена снаружи прозрачной твердой оболочкой, известной под названием роговицы. За роговицей располагается передняя глазная камера, ограниченная сзади хрусталиком, непосредственно перед которым расположена непрозрачная оболочка — радужная оболочка с отверстием, диаметр которого может изменяться в зависимости от количества световой энергии, поступающей в глаз.

Передняя глазная камера заполнена водянистой жидкостью с показателем преломления, близким к показателю преломления воды. Хрусталик, состоящий из прозрачного слоистого хрящевидного вещества, может под воздействием окружающей его мышцы сжиматься, изменяя свою оптическую силу. Показатель преломления хрусталика несколько больше, чем показатель преломления водянистой жидкости и стекловидного тела, расположенного позади хрусталика. Камера глаза, заполненная стекловидным телом, ограничена

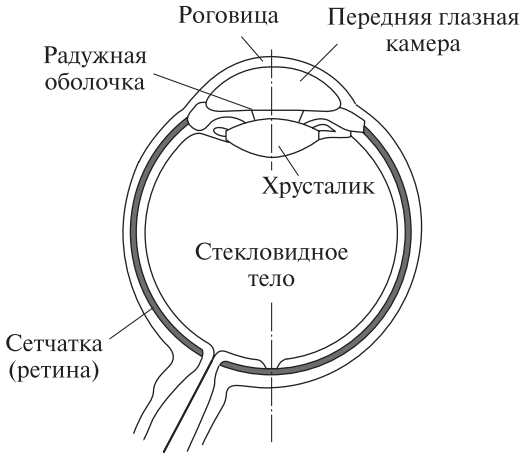


Рис. 1.58. Схема устройства человеческого глаза

сзади светочувствительной оболочкой, называемой ретиной, или сетчаткой. Сетчатка выстлана множеством светочувствительных клеток — палочек и колбочек, способных реагировать на световое раздражение. Число палочек составляет около $13 \cdot 10^7$; число колбочек около $7 \cdot 10^6$. Палочки более светочувствительны, но не обладают способностью реагировать на цвета.

Большая часть колбочек сосредоточена на участке диаметром около 1 мм; диаметр самих колбочек около 0,005 мм. Участок, заполненный колбочками, носит название желтого пятна, на котором глаз обладает наибольшей разрешающей способностью — возможностью цветового восприятия. В зоне выхода глазного нерва из глазного яблока располагается слепое пятно, неспособное к восприятию изображения.

Положение предмета, при котором создается резкое изображение на сетчатке для ненапряженного глаза, называют дальней точкой; равным образом такое же положение предмета при наибольшем возможном напряжении глаза называют ближней точкой глаза. Разность обратных величин этих расстояний называют диапазоном аккомодации глаза.

Если передняя или дальняя точка глаза бесконечно удалена, то такой глаз называют нормальным или эмметропическим глазом; несовпадение дальней точки с бесконечно удаленной называют аметропией глаза. Если дальняя точка располагается перед глазом, то такой глаз называют миопическим, или близоруким; если же дальняя точка будет расположена позади глаза, то глаз называют гиперметропическим, или дальнозорким.

Используя статистический материал, А. Гульстранд приводит данные для усредненного эмметропического глаза. Положение дальней точки и диапазон аккомодации изменяются с возрастом человека. Эти изменения приведены в табл. 1.10. Состояние глаза после 50...60 лет называют старческой дальнозоркостью, или пресбиопией.

Таблица 1.10

Изменение диапазона аккомодации

Возраст, годы	Положение точки		Аккомодация	Возраст, годы	Положение точки		Аккомодация
	ближней	дальней			ближней	дальней	
	Дптр				Дптр		
10	−14	0	14	50	−2,5	0	2,5
15	−12	0	12	55	−1,5	0,25	1,75
20	−10	0	10	60	−0,5	0,50	1,00
25	−8,5	0	8,5	65	−0,25	0,75	0,50
30	−7,0	0	7,0	70	−1,00	1,25	0,25
35	−5,5	0	5,5	75	−1,75	1,75	0
40	−4,5	0	4,5	80	+2,50	2,50	0
45	−3,5	0	3,5				

Значение светового раздражения, при котором зрительное восприятие становится возможным, называют абсолютным порогом зрительного ощущения. Величина, обратная абсолютному порогу, определяет абсолютную световую чувствительность глаза.

Разрешающая способность глаза характеризуется углом, при котором глаз еще раздельно наблюдает две светящиеся точки. Угол определяется отношением диаметра светочувствительного элемента — колбочки — к переднему фокусному расстоянию глаза и составляет около 1′, что близко к дифракционной разрешающей способности для зрачка диаметром около 2 мм.

В некоторых особо благоприятных условиях разрешающая способность глаза заметно повышается; так, глаз способен обнаружить смещение двух участков линии, наблюдаемых под углом около 10″. Этот угол называют нониальной остротой зрения; явление нониальной остроты зрения объясняется тем, что смещение изображений двух участков линии попадает на различно расположенные клетки сетчатки, как это показано на рис. 1.59.

Микроскоп (рис. 1.60) имеет оптическую схему с двумя ступенями увеличения: первая осуществляется объективом, вторая — окуляром. Фокусное расстояние микроскопа

$$f' = -\frac{f'_{об} f'_{ок}}{\Delta}, \qquad (1.18)$$

где $f'_{об}$ — фокусное расстояние объектива; $f'_{ок}$ — фокусное расстояние окуляра; Δ — расстояние между задним фокусом объектива и передним фокусом окуляра, которое называется оптической длиной тубуса.

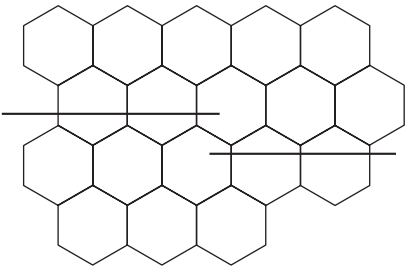


Рис. 1.59. Расположение клеток сетчатки

Видимое увеличение микроскопа

$$\bar{\Gamma} = \frac{D}{f'} = \frac{250}{f'}, \tag{1.19}$$

где D — механическая длина тубуса микроскопа; f' — фокусное расстояние микроскопа.

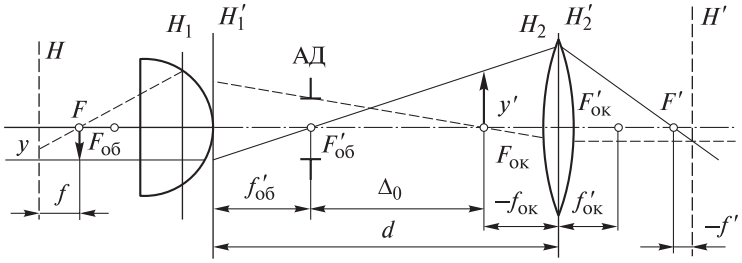


Рис. 1.60. Оптическая схема микроскопа

На рис. 1.60 $H, H', H_1, H_1', H_2, H_2'$ — гиперфокальные расстояния; Δ_0 — оптический интервал, $\Delta_0 = f_{об}' + f_{ок}' - d$, где d — расстояние от плоскости H_1' до H_2; $F_{об}$, $F_{об}'$ — передний и задний фокусы объектива; $F_{ок}$, $F_{ок}'$ — передний и задний фокусы окуляра; F, F' — точки пересечения переднего и заднего фокусов соответственно объектива и окуляра с оптической осью; y, y' — реальный и увеличенный размеры объекта; АД — апертурная диафрагма.

Величина Δ для каждого объектива в зависимости от его фокусного расстояния различна и лежит в пределах 150...200 мм. Для того чтобы выдержать эту величину, положение объективов при их установке на приборе фиксируется нижним срезом тубуса микроскопа. Оправа окуляра опирается на верхний срез тубуса. Расстояние от нижнего до верхнего среза тубуса называется механической длиной тубуса (рис. 1.61).

В тех случаях, когда у окуляров используется сетка, для четкого ее рассмотрения необходимо некоторое перемещение окуляра в зависимости от зрения наблюдателя. Перемещение окуляра на 1 диоптрию

$$x = \frac{f_{ок}'^2}{1000}. \tag{1.20}$$

Под увеличением микроскопа принято понимать отношение размера изображения предмета на сетчатке глаза при наблюдении через микроскоп к размеру изображения того же предмета, полученного невооруженным глазом.

Входной зрачок в микроскопах обычно удален бесконечно. Выходной зрачок объектива находится в задней фокальной плоскости. Роль апертурной диафрагмы выполняет одна из оправ объектива. Величина $A = n\sin\sigma_д$ называется числовой апертурой.

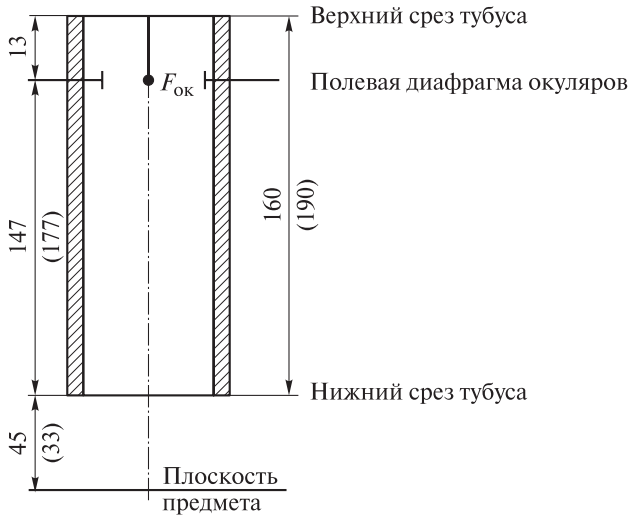


Рис. 1.61. Срез тубуса упрощенного микроскопа (в скобках указаны крайние значения расстояний)

Диаметр выходного зрачка микроскопа

$$D' = \frac{500A}{\Gamma}, \tag{1.21}$$

где A — передняя апертура микроскопа.

Глубина изображения в микроскопе без перефокусировки:

$$d = \frac{D_{п}}{\beta_{об}}, \tag{1.22}$$

где $D_{п}$ — диаметр полевой диафрагмы; $\beta_{об}$ — линейное увеличение объектива.

Линейное поле микроскопа окуляра

$$T = T_{в} + T_{а} = \frac{n\lambda}{2A^2} + \frac{250}{\overline{\Gamma}^2}, \tag{1.23}$$

где $T_{в}$ — волновая глубина резкости; $T_{а}$ — объем аккомодации для нормального глаза; n — показатель преломления среды; λ — длина волны; A — числовая апертура; $\overline{\Gamma}$ — видимое увеличение.

В случае проецирования изображения на экран или матовое стекло $T_{а} = 0$.

Предел разрешения

$$\Phi_{пр} = \frac{\lambda}{A_{об} + A_{к}} \approx \frac{\lambda}{2A_{об}}, \tag{1.24}$$

где $A_{об}$, $A_{к}$ — соответственно числовые апертуры объективов и конденсора.

Полезное увеличение микроскопа находят из условия полного использования разрешающей способности объектива.

Применение увеличения меньшего, чем нижний предел, не позволяет различать все детали, которые разрешает объектив. Увеличение больше полезного не только не дает никакой дополнительной информации об объекте, а, наоборот, является вредным. Кроме того, выходной зрачок становится меньше 0,5 мм, что приводит к заметной дифракционности картины. Иногда увеличение больше полезного используется в измерительных микроскопах.

1.6.4. Классификация объективов микроскопа

Принципиальная оптическая схема микроскопа состоит из трех основных оптических узлов: осветительной системы, объектива и окулярной части (монокулярной, бинокулярной или тринокулярной). Объектив является наиболее ответственным узлом микроскопа, так как от его числовой апертуры и коррекции аберраций зависят разрешающая способность и качество изображения в целом.

Объективы микроскопа классифицируются по спектральной области, для которой они рассчитаны и применяются; способу освещения наблюдаемого объекта; длине тубуса, на которую они рассчитаны; наличию покровного стекла и иммерсионной жидкости; конструктивным особенностям (линзовые, зеркально-линзовые и зеркальные).

Большое распространение получили линзовые объективы. Это вызвано прежде всего большими технологическими возможностями их изготовления по сравнению с зеркально-линзовыми. Для линзовых объективов допуски задаются значительно шире, чем для зеркально-линзовых. Кроме того, у линзовых объективов отсутствует центральное экранирование, снижающее контраст в изображении.

По степени коррекции различают следующие типы объективов: монохроматы, ахроматы, апохроматы, суперапохроматы, планобъективы. Монохроматы — это объективы, у которых аберрации исправлены для узкой спектральной области. Объективы, у которых ахроматизация выполнена для двух длин волн, называются ахроматами. У апохроматов спектральная область расширена и ахроматизация выполняется для трех длин волн. У суперапохроматов ахроматизация выполнена для видимой и ультрафиолетовой областей спектра. У объективов с плоской поверхностью изображения существенно увеличено поле.

У монохроматов в первую очередь исправляются сферическая аберрация, кома и астигматизм. У ахроматов исправлению подлежат: сферическая аберрация, кома и астигматизм, хроматизм положения и отчасти сферохроматическая аберрация. У апохроматов и суперапохроматов кроме аберраций, исправляемых у ахроматов, значительно лучше корректируются вторичный спектр и сферохроматическая аберрация.

Планобъективы по степени коррекции подразделяют на планмонохроматы, планахроматы и планапохроматы. Требования к коррекции аберраций для точки на оси планобъективов такие же, как и для соответствующих монохроматов, ахроматов и апохроматов. Но в отличие от последних у планобъективов существенно лучше исправлены кривизна поверхности и астигматизм. Оптические схемы некоторых объективов приведены на рис. 1.62.

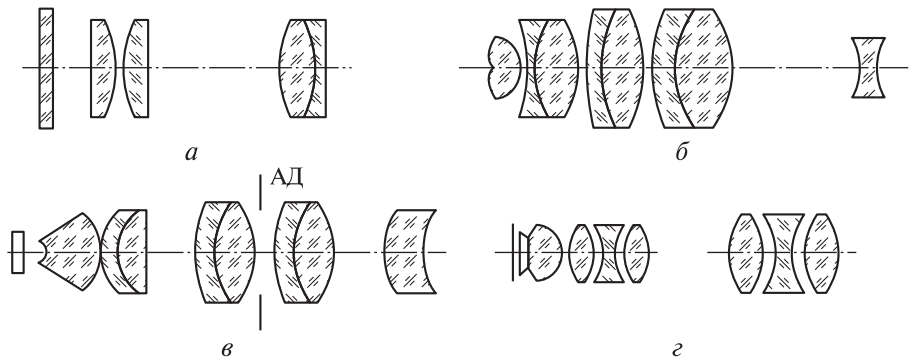


Рис. 1.62. Принципиальные оптические схемы линзовых объективов различных типов:

а — ахромат (ОХ-22); *б* — планахромат (ОПА-60); *в* — планахромат (ОПХ-25); *г* — суперахромат

Оценка качества изображения объективов микроскопа проводится в волновой мере. Для основной длины волны для точки на оси у всех объективов выполняется критерий Релея, т. е. волновая аберрация менее 0,25λ. У ахроматов для всей спектральной области, на которую они рассчитаны, аберрации не более 0,5λ. Для линии G' волновая аберрация порядка (1...2)λ. У планобъективов волновые аберрации для внеосевых точек предмета в пределах всего поля не превышают 0,5λ. Остаточный хроматизм увеличения у сильных объективов достигает 1,5...2,0 % и компенсируется применением специально рассчитанных компенсационных окуляров.

Приведенная классификация и количественные критерии оценки коррекции аберраций являются до некоторой степени условными и приближенными. Нельзя провести резкой границы, например, между ахроматом и апохроматом, ахроматом и планахроматом и т. п.

К основным оптическим и механическим характеристикам объективов относятся следующие: увеличение, или фокусное расстояние, числовая апертура, длина тубуса (механическая), высота объектива, рабочее расстояние, линейное поле (обычно в пространстве изображения), наличие покровного стекла и иммерсии.

1.6.5. Методы расчета объективов микроскопа

При расчете объективов микроскопа широко применяется метод проб, сущность которого заключается в том, что вначале выбирается аналог с возможно близкими оптическими характеристиками к рассчитываемому объективу. Далее изучается влияние изменения конструктивных элементов на аберрации и оптические характеристики. Затем путем интерполяции или экстраполяции находят новые значения конструктивных элементов и проводят контрольные расчеты хода лучей, в результате которых выясняется действительное состояние коррекции. И так повторяется несколько раз — до получения удовлетворительного решения. Этот метод достаточно эффективен, когда исходная оптическая система близка к рассчитываемой, при пересчете на планки и радиусы пробных стекол, замене марок стекол отдельных линз и в некоторых других случаях.

При расчете объективов небольшой числовой апертуры и увеличения часто используется алгебраический метод. Оптическая схема этих объективов обычно состоит из двух компонентов. Для расчета таких объективов весьма эффективна методика, основанная на применении теории аберрации третьего порядка для систем, состоящих из тонких компонентов, предложенная Г.Г. Слюсаревым.

Следующий метод расчета — *комбинированный* — представляет собой рациональное сочетание алгебраического метода и метода проб. Вначале используется алгебраический метод, и когда наступает состояние коррекции, при котором аберрации третьего порядка исправлены удовлетворительно, но в системе присутствуют остаточные аберрации высшего порядка, применяют метод проб.

В последнюю четверть века при расчете объективов микроскопа широко применяются ЭВМ. Разработан целый комплекс программ, начиная от программ для расчета хода лучей и кончая программами для автоматизированной коррекции аберраций и оценки качества изображения. Общим для всех программ, предназначенных для автоматизированной коррекции аберраций, является использование классического метода проб с применением различных математических приемов дли оптимизации оптических систем.

Наиболее ответственным моментом во всех перечисленных способах расчета является правильный выбор исходной системы, от которого в большой степени зависят и результат, и время расчета.

Сущность *метода расчета по частям.* Методика расчета объективов микроскопа по частям была разработана в СССР в начале 1960-х годов. Суть метода заключается в следующем: объектив микроскопа условно разделяют на две части, рассчитываемые в начальной стадии самостоятельно, но так, чтобы, во-первых, при соединении обеих частей у объектива были получены заданные оптические характеристики (увеличение, фокусное расстояние, числовая апертура, поле, длина тубуса, рабочее расстояние) и, во-вторых, обеспечена необходимая для данного типа коррекция аберраций. Первая часть — фронтальная, вторая — последующая. Оптические схемы обеих

частей в зависимости от оптических характеристик и типов объективов разнообразны. Различны и способы их расчета.

При расчете фронтальной части, через которую проходят пучки лучей со значительной числовой апертурой, используются свойства апланатических точек поверхностей. Благодаря этому апертурный угол для последующей части существенно снижается, при этом фронтальная часть не вносит значительных аберраций.

Последующая часть, так как числовая апертура у нее сравнительно невелика, в первом приближении может быть рассчитана алгебраическим методом с применением теории аберрации третьего порядка, которая позволяет определить необходимое число компонентов в оптической схеме и выбрать их тип.

Окончательная коррекция аберраций проводится на ЭВМ по программам для автоматизированной коррекции аберраций. Приведем некоторые соотношения, которые должны выполняться при габаритном и аберрационном расчетах по этой методике.

Фронтальная часть в виде «толстого» мениска часто используется при расчете объективов с плоским полем. Конструктивные элементы могут быть вычислены следующим образом:

$$r_1 = \frac{s_1\beta(n-1)}{n^2-\beta};\ \ r_2 = \frac{1-n}{ns_{IV} + \dfrac{1-n}{r_1}};\ \ d = \frac{s_1\beta - r_2(n+1)}{n}, \tag{1.25}$$

где r_1, r_2 — соответственно радиусы преломления поверхностей мениска; s_1 — рабочее расстояние; β – линейное увеличение; n – показатель преломления; s_{IV} — сумма Петцваля; d — толщина мениска.

Коррекционной особенностью такого мениска является то, что изображение предмета, даваемое первой поверхностью, совпадает с апланатической точкой второй поверхности.

Линейное увеличение β и задний отрезок s_2' определяют по формулам:

$$\beta = \frac{n^2}{\left[(n-1)k+1\right]};\ \ s_2' = r_2(1+n), \tag{1.26}$$

где $k = \dfrac{s_1}{r_1}$.

При расчете высокоапертурных объективов следует учитывать, что за толстым мениском располагается дополнительно один или несколько апланатических менисков. Особенностью склеенного фронтального мениска для иммерсионных объективов является то, что показатели преломления иммерсии, покровного стекла и первой линзы одинаковы. Осевая точка предмета находится в центре кривизны второй поверхности, а ее изображение совпадает с апланатической точкой третьего типа третьей поверхности.

Конструктивные элементы могут быть вычислены по следующим формулам:

$$r_1 = \infty;\ r_2 = s_1 - d_1;\ r_3 = \frac{r_2 - d_2}{1 + \frac{1}{n_2}};$$

$$d_2 = \frac{1 + \frac{1}{n_2}}{s_{IV} - \frac{\frac{1}{n_2} + \frac{1}{n_1}}{r_2}}; \qquad (1.27)$$

$$\beta = n_1 n_2;\ s_3' = r_3(1 + n_2),\ r_1 = \infty;\ r_2 = s_1 - d_1;\ r_3 = \frac{r_2 - d_2}{1 + \frac{1}{n_2}};$$

$$d_2 = \frac{1 + \frac{1}{n_2}}{s_{IV} - \frac{\left(\frac{1}{n_2} + \frac{1}{n_1}\right)}{r_2}};\ \beta = n_1 n_2;\ s_3' = r_3(1 + n_2),$$

где d_1, d_2 — толщины линз; n_1, n_2 — показатели преломления оптических сред линз; r_3 — радиус преломления поверхности мениска; s_3' — задний отрезок.

Последующая часть в виде двух компонентов, разделенная конечным воздушным промежутком, удовлетворяет всем требованиям габаритного и аберрационного расчетов.

При условии нормирования $h_1 = f' = 1$; $\alpha_1 = 0$; $\alpha_3 = 1$ (длина тубуса — «бесконечность») имеем $\Phi_1 + \Phi_2 - d\Phi_1\Phi_2 = 1$; $1 - d\Phi_1 - s_n'$. Здесь Φ_1, Φ_2 — оптические силы компонентов; d — расстояние между компонентами; s_n' — задний отрезок последующей части; h_1 — расстояние от оптической оси до точки преломления меридионального луча.

Практически удобно выразить оптические силы компонентов Φ_1 и Φ_2 через α_2. Тогда имеем одно уравнение $1 - d\alpha_2 = s_n'$.

Для его решения одной из величин следует придавать некоторые численные значения.

Реальные фокусные расстояния компонентов находятся из формул:

$$f_1' = \frac{f_п'}{\alpha_2};\ f_2' = \frac{f_п'(1 - d\alpha_2)}{1 - \alpha_2}; \qquad (1.28)$$

$$f_п' = f_0'\beta_ф;\ s_n' = -s_ф' + \delta, \qquad (1.29)$$

где f_1', f_2' — фокусные расстояния первой и второй частей; $f_п'$ — фокусное расстояние последующей части; α_2 — угол параксиального луча с осью

в пространстве предметов; f_0' — фокусное расстояние объектива; $s_ф'$ — задний отрезок фронтальной части; δ — расстояние между последней поверхностью фронтальной части и вторым компонентом последующей части.

В случае когда предмет расположен на конечном расстоянии,

$$\alpha_1 = \beta_п;\ \ \alpha_3 = 1;\ f_s' = s_1\alpha_1;\ \ s_п' = s_1\beta_п - d\alpha_2. \tag{1.30}$$

Увеличение последующей части $\beta_п$ находится из условия компоновки фронтальной и последующей частей:

$$\beta_п = \frac{\beta_ф}{\beta_o}, \tag{1.31}$$

где $\beta_ф$, β_o — соответственно увеличение фронтальной части и всего объектива.

Фокусные расстояния для этого случая определяются из выражений

$$f_1' = \frac{s_1\beta_п}{\alpha_2 - \beta_п};\ \ f_2' = (s_1 - d\alpha_2)(1 - \alpha_2). \tag{1.32}$$

Коэффициент Петцваля

$$s_{IV(n)} = \sum_1^2 Φπ \approx π(Φ_1 + Φ_2). \tag{1.33}$$

Относительные диаметры компонентов:

$$\frac{D_1}{f_1'} = \frac{2A_0(\alpha_2 - \alpha_1)}{\beta_ф};\ \ \frac{D_2}{f_2'} = (s_1 - d\alpha_2)(1 - \alpha_2), \tag{1.34}$$

где A_0 — числовая апертура объектива; α_1, α_2 — параксиальные углы; D_2 — расстояние между компонентами.

Предварительный аберрационный расчет последующей части. Аберрации последующей части рассчитывают так, чтобы в первом приближении они были равны по абсолютному значению соответствующим аберрациям фронтальной части, но противоположны по знаку (для продольных аберраций).

Условиями исправления аберрации объектива являются:

$$\Delta s_n' = -\Delta s_ф';\ \ \eta_п = \eta_ф;$$

$$(z_s' - z_m')_n = -(z_s' - z_m')_ф; \tag{1.35}$$

$$\Delta s_п' = -\Delta s_ф';\ \ \eta_п = \eta_ф;\ \ (z_s' - z_m')_п = -(z_s' - z_m')_ф;\ \ s_{IV(п)} = -s_{IV(ф)};$$

$$\Delta s_{fc(п)}' = -s_{fc(ф)}';$$

$$\Delta s_{fd(п)}' = -s_{fd(ф)}';$$

$$\Delta y_{fc(п)}' = -\Delta y_{fc(ф)}', \tag{1.36}$$

где $\Delta s'$ — продольная сферическая аберрация; η — величина, характеризующая отступление от условия изопланатизма и определяющая кому; $z_s' - z_m'$ —

астигматическая разность; $\Delta s'_{fc}$, s'_{fd} — хроматическая разность положения; $\Delta y'_{fc}$ — хроматическая разность увеличения.

Дисторсия в объективах микроскопа (за исключением объективов специального назначения), как правило, не подлежит исправлению вследствие сравнительно малого поля.

Тесты к лекции 1.6

1. ***Что принято понимать под увеличением микроскопа?***

а) отношение размера изображения предмета на сетчатке глаза при наблюдении через микроскоп к размеру изображения того же предмета, полученного невооруженным глазом;

б) числовое значение, изображенное на объективе микроскопа;

в) числовое значение, изображенное на окуляре микроскопа.

2. ***Какие объективы называются монохроматическими?***

а) объективы, у которых аберрации исправлены для узкой спектральной области;

б) объективы, которые позволяют видеть предмет только в контрастном черно-белом изображении;

в) объективы, которые позволяют видеть предмет только в полутонах серого изображения.

3. ***Какие объективы называются ахроматическими?***

а) объективы, у которых ахроматизация выполнена для двух длин волн;

б) объективы, у которых ахроматизация выполнена для трех длин волн;

в) объективы, у которых ахроматизация выполнена для пяти длин волн.

4. ***Какие объективы называются апохроматическими?***

а) объективы, у которых спектральная область расширена и ахроматизация выполняется для трех длин волн;

б) объективы, у которых спектральная область расширена и ахроматизация выполняется для четырех длин волн;

в) объективы, у которых спектральная область расширена и ахроматизация выполняется для пяти длин волн.

5. ***Какие объективы называются суперапохроматическими?***

а) объективы, у которых ахроматизация выполнена для видимой и ультрафиолетовой областей спектра;

б) объективы, у которых ахроматизация выполнена для рентгеновской области спектра;

в) объективы, у которых ахроматизация выполнена для инфракрасной области спектра.

6. ***Какие из перечисленных параметров относятся к основным характеристикам объективов?***

а) фокусное расстояние, числовая апертура;

б) диаметр линзы, угол зрения;

в) величина диафрагмы, разрешение.

1.7. ОТСЧЕТНЫЕ ИЗМЕРИТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА

Цель лекции — изучение принципов работы отсчетных измерительных устройств.

1.7.1. Измерительные марки

Задачей отсчетных оптических устройств является сопоставление измеряемого объекта с эталоном, определение различия между этим объектом и эталоном. Во всех отсчетных устройствах происходит совмещение изображения с измерительной маркой или совмещение двух изображений друг с другом.

Простейшей измерительной маркой является одиночный штрих, расположенный в плоскости изображения измеряемого объекта; более совершенной измерительной маркой является перекрестие двух штрихов или два параллельных штриха с небольшим расстоянием между ними — биссектор. В тех случаях, когда наблюдаемым объектом является изображение штрихов какой-либо шкалы, целесообразно использовать биссектор.

Картины поля зрения с различными видами измерительных марок представлены на рис. 1.63. Ошибка совмещения одиночного штриха ограничивается разрешающей способностью глаза и составляет около 1′; ошибка совмещения при использовании биссектора существенно меньше — порядка $10''$ и определяется нониальной остротой зрения.

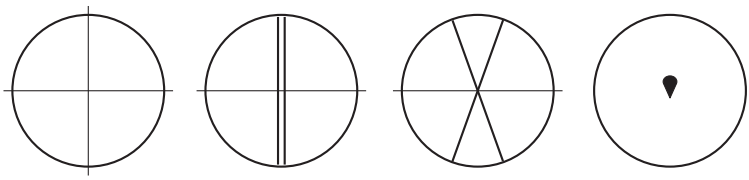


Рис. 1.63. Картины поля зрения оптических отсчетных устройств

При стереоскопическом наблюдении в качестве измерительной марки используют баллончик, острие которого подводят к измеряемой точке изображения.

Определение расхождения между размерами измеряемого объекта и эталона осуществляется путем перемещения измерительной марки относительно изображения измеряемого объекта или, наоборот, путем перемещения изображения объекта относительно марки.

1.7.2. Шкаловые отсчетные устройства

Нониус и верньер. Эти устройства предназначены для отсчетов по линейным или круговым шкалам. Эталонные шкалы, линейные и угловые (круговые) имеют значительное расстояние между штрихами. Цена деления нониусной шкалы, стыкующейся с эталонной, меньше цены деления основной шкалы и выбирается таким образом, чтобы N делений нониуса соответствовали бы N–1 делениям эталонной i-шкалы. Тогда, если начальный и конечный штрихи не будут совмещены со штрихами основной шкалы, совмещение k-го штриха нониуса с соответствующим штрихом основной шкалы определит расстояние до начального штриха нониусной шкалы от ближайшего штриха эталонной шкалы:

$$x = \frac{k}{N} a, \tag{1.37}$$

где a — цена деления эталонной шкалы.

Таким образом, нониальное отсчетное устройство позволяет осуществлять разделение интервала эталонной шкалы соответственно числу делений нониуса. Модификацией нониального устройства (верньер) является отсчетное устройство с несколькими параллельными отсчетными шкалами, сдвинутыми относительно друг друга на доли деления основной шкалы, с ценой деления, равной цене деления основной шкалы.

Трансверсальный масштаб. Вместо сдвига параллельных отсчетных шкал иногда используют широкую наклонную шкалу, угол наклона штрихов которой определяется отношением расстояния между делениями основной шкалы к расстоянию между делениями отсчетной шкалы. Такое устройство носит название трансверсального масштаба.

Муар-микрометр. Он состоит из двух перекрывающих друг друга шкал с одинаковыми по ширине прозрачными и непрозрачными полосами, но с различным шагом, как это показано на рис. 1.64.

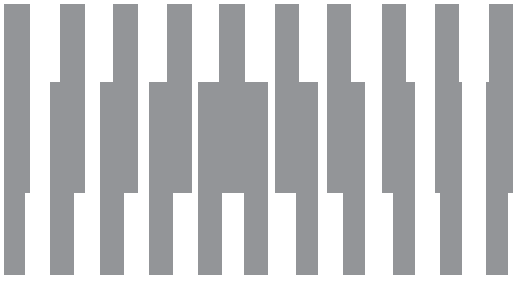


Рис. 1.64. Шкалы муар-микрометра

Если N – 1 делениям основной шкалы соответствует N делений нониальной шкалы, то в зоне перекрытия этих шкал произойдет некоторое изменение ширины светлого промежутка, начиная от наибольшей возможной

ширины до полного перекрытия светлых промежутков шкал темными. Смещение одной из этих шкал относительно другой на $1/N$ интервала будет вызывать смещение самой широкой (или самой темной) полосы на целый интервал.

Делая у таких шкал темные полосы более широкими, чем светлые, можно уменьшать число наблюдаемых светлых полос.

1.7.3. Осветительные системы микроскопов

Исследуемый под микроскопом объект должен быть освещен достаточно интенсивно и равномерно по полю. Из всех известных методов освещения наиболее рациональным является метод Кёллера, который находит широкое применение и в других оптических приборах. Принципиальная оптическая схема освещения по Кёллеру представлена на рис. 1.65. Осветитель состоит из коллектора (H_1H_1') и конденсора (H_2H_2'). Вблизи коллектора располагается ирисовая полевая диафрагма ПД, которая конденсором проектируется в плоскость объекта. Источник излучения в виде нити накаливания *AB* проектируется коллектором в плоскость апертурной диафрагмы АД, расположенной в передней фокальной плоскости конденсора. Конденсором источник света проецируется на бесконечность. Достоинствами осветительной системы по Кёллеру являются равномерное освещение объекта, возможность регулировки освещенности (числовой апертуры конденсора) и освещаемого поля объекта, обеспечение телецентрического хода лучей. В качестве коллекторов в зависимости от оптических характеристик используются одно-, двух- или трехлинзовые системы. Иногда для упрощения конструкций применяют асферические поверхности, обычно параболоидальные. В качестве конденсоров используются системы такие же, как и в других осветительных системах.

При аберрационном расчете коллекторов и конденсоров основное внимание уделяется исправлению сферической аберрации и в ряде случаев хроматизма положения и комы.

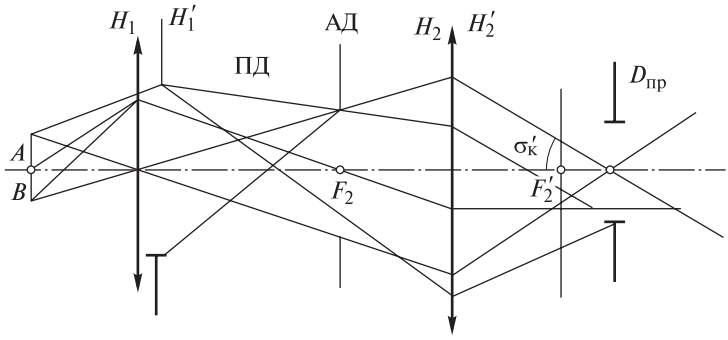


Рис. 1.65. Принципиальная схема осветительной системы по Кёллеру

Однолинзовые конденсоры со сферическими поверхностями применяют с объективами микроскопов с числовой апертурой до 0,3.

Для освещения объектов, исследуемых под большим увеличением, используют высокоапертурные иммерсионные конденсоры, например двухлинзовый конденсор с апертурой $A = 1{,}2$. Однако принцип Кёллера здесь осуществляется приближенно из-за большой сферической аберрации. Трехлинзовый иммерсионный конденсор с $A = 1{,}4$ отличается от двухлинзового наличием апланатического мениска. Двухлинзовые безиммерсионные конденсоры, неахроматизованные, с одной параболоидальной поверхностью часто применяются в поляризационных микроскопах.

Ахроматические апланатические иммерсионные конденсоры по коррекции и оптической схеме приближаются к ахроматическим объективам. Для столика Федорова применяют конденсоры с большим рабочим расстоянием. Панкратический конденсор позволяет плавно изменять и устанавливать апертуру конденсора в точном соответствии с апертурой объектива. Для темного поля используются кардиоид-конденсоры. Иногда с целью упрощения кардиоидную поверхность заменяют сферической. Метод темного поля в отраженном свете осуществляется путем освещения объектива сверху с помощью кольцевого зеркала, расположенного над объективом, и эпиконденсора с параболоидальной отражающей поверхностью.

1.7.4. Прожекторные системы

Прожекторы являются самостоятельными осветительными системами, предназначенными для освещения удаленных поверхностей и для оптической сигнализации. Прожектор состоит из источника света, лучи от которого с помощью оптической системы собираются и направляются в пределах сравнительно небольшого телесного угла.

Основными оптическими характеристиками прожекторов являются сила света, коэффициент усиления, угол рассеяния, дистанция оформления пучка и угол охвата.

Принципиальная оптическая схема прожектора представлена на рис. 1.66. Источник света в виде прямоугольной излучающей площадки размером $a \times b$, располагается в фокальной плоскости F; p_0 — расстояние до освещаемого объекта; M_0 — точка, образованная пересечением лучей, идущих в край входного зрачка в плоскости HH'.

Угол расходимости определяется из выражения

$$2\omega = \frac{D_{\text{и}}}{f'}, \tag{1.38}$$

где $D_{\text{и}}$ — диаметр источника света; f' — фокусное расстояние.

Угол рассеяния для точечного источника

$$\omega = \frac{\lambda}{D}, \tag{1.39}$$

где λ — длина волны; D — размер светового тела источника света.

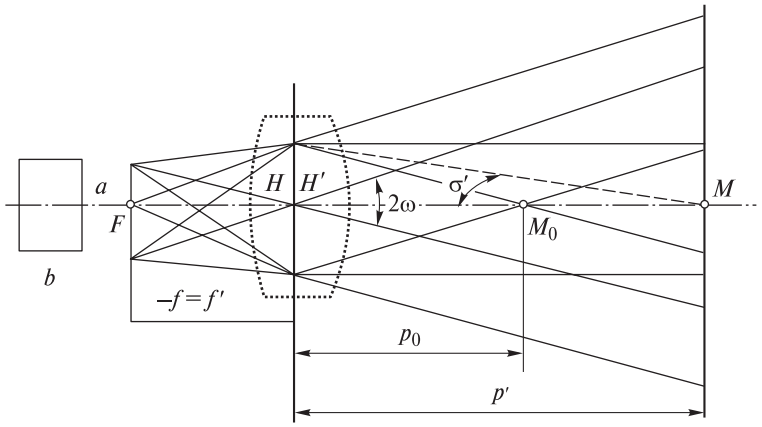


Рис. 1.66. Принципиальная оптическая схема прожектора

Если прожектор освещает предметы на расстоянии $p' > p_0$, тогда лучи, идущие от края входного зрачка, пересекают оптическую ось в точке M_0 и освещенность этих предметов

$$p_0 = \frac{D}{2\tan\omega} = \frac{D}{D_и} f'. \tag{1.40}$$

Дистанция оформления пучка

$$E' = \tau\pi L \sin^2\sigma = \frac{\tau L s_{пр}}{p'^2}, \tag{1.41}$$

где τ — коэффициент пропускания оптической системы; L — осевая сила света прожектора; σ — аппертурный угол прожектора; $s_{пр}$ — площадь отверстия прожектора.

Под коэффициентом усиления понимают отношение освещенности, получаемой с помощью прожектора, к освещенности, непосредственно получаемой от одного источника света:

$$k_{пр} = \frac{E_{пр}}{E_и} = \frac{I_{пр}}{I_и} = \frac{\tau s_{пр}}{s_и}, \tag{1.42}$$

где $E_{пр}$, $E_и$ — дистанции оформления пучка прожектора и источника света соответственно; $I_{пр}$ — сила света прожектора; $I_и$ — сила света источника.

1.7.5. Оптические системы локации с лазером

Лазер с афокальной насадкой применяют для освещения удаленных объектов в дальномерах: локаторах и др. Оптическая система локатора (рис. 1.67) включает передающую часть, состоящую из лазера *1* и афокальной насадки *2*, и принимающую часть, содержащую объектив *3* и фотоприемник *4*.

Диаметр освещаемого пятна на объекте

$$d_{\text{п}} = 2\omega' p, \tag{1.43}$$

где $2\omega'$ — угол расходимости лазера; p — расстояние до объекта.

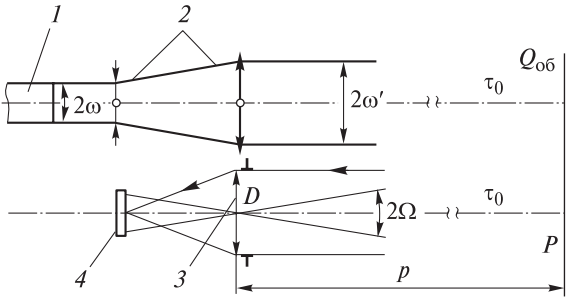


Рис. 1.67. Принципиальная оптическая схема лазерного локатора:

1 — лазер; *2* — афокальная насадка; *3* — принимающая часть, содержащая объектив; *4* — фотоприемник: *P* — отражательная плоскость объекта; *D* — диафрагма; 2ω, $2\omega'$ — углы расходимости лазерного луча до входа в афокальную насадку и после выхода из нее; 2Ω — угол сходимости лазерного луча, отраженного от объекта

Энергетическая освещенность объекта

$$E_{\text{в}} = \frac{\tau_0 I_{\text{в}}}{p^2}\cos\varepsilon, \tag{1.44}$$

где τ_0 — коэффициент пропускания атмосферы; p — расстояние до объекта; $I_{\text{в}}$ — сила света объекта.

Энергетическая яркость и сила света объекта определяются соответственно из выражений:

$$L_{\text{в}} = \frac{\sigma E_{\text{в}}}{\pi};\quad I'_{\text{в}} = L_{\text{в}} Q_{\text{об}}\cos\varepsilon, \tag{1.45}$$

где $Q_{\text{об}}$ — энергия излучения объекта, $Q_{\text{об}} = \dfrac{\pi d_{\text{п}}^2}{4}$; $d_{\text{п}}$ — площадь поверхности.

Поток излучения, попадающего в зрачок объектива,

$$\Phi'_{\text{в}} = E'_{\text{в}} Q, \tag{1.46}$$

где $E'_{\text{в}}$ — дистанция оформления светового пучка.

Из условия получения эквивалентного увеличения $\Gamma = 1$ определим n_2:

$$\Gamma = \Gamma_w \Gamma_{\text{т}} = 1 = \frac{n_w n_4}{n_2}; \;\; n_2 = n_4 n_w, \tag{1.47}$$

где Γ_w, $\Gamma_{\text{т}}$ — эквивалентное увеличение для углового увеличения и видимое увеличение телескопической системы; n_w, n_4 — коэффициент преломления для углового увеличения и коэффициент преломления оптического компонента.

В случае сдвоенных телескопических систем

$$\Gamma = \Gamma_w \Gamma_{\text{т}}^2 = 1 = \left(\frac{n_4}{n_2} \right)^2 n_w; \;\; n_2 = n_4 \sqrt{n_w}. \tag{1.48}$$

При выполнении условий (1.47) и (1.48) происходит полная взаимная компенсация дисторсии телеконцентрической системы и дисторсии плоскости раздела водной и воздушной сред. Результатом является исправление дисторсии по всему полю зрения.

Тесты к лекции 1.7

1. ***Что является задачей отсчетных оптических устройств?***

а) сопоставление измеряемого объекта с эталоном, определение различия между этим объектом и эталоном;

б) определение количества световой энергии, прошедшей через оптическую систему;

в) определение светосилы эталонной оптической системы.

2. ***Какова разрешающая способность глаза в угловых минутах?***

а) одна угловая минута;

б) 60 угловых минут;

в) 10 угловых минут.

3. ***Для чего предназначены устройства нониус и верньер?***

а) для отсчетов по линейным или круговым шкалам;

б) для настройки оптической системы на резкость изображения;

в) для цветовой фильтрации изображения.

4. ***Какое устройство называется трансверсальным масштабом?***

а) устройство, в котором используют широкую наклонную шкалу, угол наклона штрихов которой определяется отношением расстояния между делениями основной шкалы к расстоянию между делениями отсчетной шкалы;

б) устройство, в котором используют синусоидальную шкалу, в которой длина штрихов определяется амплитудой синусоиды;

в) устройство, в котором используют сетчатую шкалу, позволяющую отсчитывать масштаб в трех измерениях.

5. ***Из каких шкал состоит муар-микрометр?***

а) из двух перекрывающих друг друга шкал с одинаковыми по ширине прозрачными и непрозрачными полосами, но с различным шагом;

б) из трех шкал с одинаковыми по ширине полосами и с одинаковым шагом полос;

в) из трех не перекрывающих друг друга шкал с различными по ширине непрозрачными полосами, но с одинаковым шагом.

6. ***Что является основными оптическими характеристиками прожекторов?***

а) сила света, коэффициент усиления, угол рассеяния, дистанция оформления пучка и угол охвата;

б) диаметр прожектора, коэффициент отражения отражателя, дальность освещения;

в) диаметр отражателя, коэффициент пропускания защитного стекла, потребляемая мощность.

7. ***Для чего применяют лазер с афокальной насадкой?***

а) для освещения удаленных объектов в дальномерах, локаторах и т. д.;

б) для фокусировки излучения в точку в лазерных сварочных аппаратах;

в) для получения иммерсионного изображения.

1.8. ОПТИЧЕСКИЕ СИСТЕМЫ ДЛЯ ИНФРАКРАСНОЙ ОБЛАСТИ СПЕКТРА

Цель лекции — изучение принципов работы оптических измерительных систем для инфракрасной области спектра.

1.8.1. Материалы, применяемые для инфракрасной области спектра

Инфракрасное (ИК) излучение занимает весьма протяженную область спектра, примыкающую с одной стороны к видимому (красному) излучению, а с другой — к электромагнитным колебаниям радиодиапазона. Нижняя граница ИК-излучения совпадает с верхней границей видимого диапазона и имеет длину волны $\lambda = 0{,}76$ мкм. Верхняя граница четко не определена и у различных авторов составляет 0,75...1,00 мм.

Инфракрасную область спектра принято делить на три-четыре поддиапазона. Ниже приведено наиболее употребительное деление на поддиапазоны (мкм):

– ближний поддиапазон — 0,76–3;
– средний — 3–6;
– дальний — 6–15;
– сверхдальний поддиапазон — 15–1000.

Такое деление связано с наличием так называемых атмосферных окон, λ-участков ИК-спектра, для которых поглощение энергии в слое атмосферы минимально.

При разработке оптических систем для какого-либо ИК-поддиапазона в первую очередь необходимо учитывать возможности использования оптических материалов, обладающих достаточной прозрачностью в заданной области спектра. Для ближней ИК-области с верхней границей порядка 2,5 мкм и небольшой длиной хода в стекле (например, в микрообъективах) могут использоваться обычные бесцветные оптические стекла по ГОСТ 3514–76. Для ближней и средней областей спектра применяется флюорит (CaF_2). Кварцевое стекло марки КИ по ГОСТ 15130–79 не имеет полосы поглощения в интервале длин волн 2600...2800 нм и может использоваться при $\lambda \le 3$ мкм.

Показатели преломления ($n_{\lambda_{ср}}$, n_{λ_2} и n_{λ_1}) и коэффициенты дисперсии

$$v = \frac{\left(n_{\lambda_{ср}} - 1\right)}{\left(n_{\lambda_2} - n_{\lambda_1}\right)}$$

наиболее распространенных материалов приведены в табл. 1.11.

Таблица 1.11

Показатели преломления и коэффициенты дисперсии некоторых материалов

Материал	Рабочий диапазон длин волн, мкм	Показатель преломления в областях спектра, мкм						Коэффициенты дисперсии	
		0,75	1	2	3	4	5	$v_{0,75...2}$	$v_{3...5}$
Ge	2–23	—	—	4,116	4,045	4,025	4,016	—	104,3
Si	1,5–15	—	—	3,458	3,432	3,425	3,422	—	250,1
LiF	0,2–8	1,389	1,387	1,378	1,366	1,349	1,326	35,8	8,74
BaF_2	0,4–13	1,471	1,468	1,464	1,461	1,456	1,450	73,2	45,2
CaF_2	0,4–11,5	1,431	1,428	1,423	1,417	1,409	1,399	59,2	21,77
KRS-5	0,5–40	2,512	2,446	2,395	2,385	2,382	2,379	12,3	232,3
KRS-6	0,5–24	2,277	2,240	2,205	2,199	2,195	2,192	17,3	192,8
Al_2O_3	0,3–6	1,761	1,755	1,737	1,711	1,674	1,617	31,4	7,2
КО-2	0,4–14,5	2,304	2,290	2,263	2,255	2,250	2,244	31,6	112,6
КО-4	0,5–22	—	2,485	2,447	2,440	2,435	2,432	—	179,5
Al_2S_3	0,5–11	2,542	2,478	2,426	2,416	2,411	2,407	12,7	155,1
ИКС-25	1–17	—	2,919	2,805	2,765	2,779	2,775	—	177,9

Примечание. Ge — германий; Si — кремний; LiF — фтористый литий; BaF_2 — фтористый барий; CaF_2 — флюорит; KRS-5 и KRS-6 — сплавы, состоящие из TlBr и TlJ; $A1_2O_3$ — сапфир; КО-2 и КО-4 — оптическая керамика; As_2S_3 — трехсернистый мышьяк; ИКС-25 — бескислородное стекло.

С точки зрения разработчика оптических систем, наибольший интерес представляют материалы, обладающие существенно отличающимися от обычных стекол в видимой области спектра показателями преломления и дисперсиями. К таким материалам относятся германий и кремний, обладающие в области спектра от 8 до 14 мкм показателями преломления, соответственно равными примерно 4 и 3,4 и коэффициентами дисперсий – 860 и 1860. При столь необычных значениях оптических констант становятся возможными оптические системы, состоящие из одной-двух линз и обладающие довольно высокими оптическими характеристиками. Следует отметить, что высокая стоимость этих материалов не позволяет осуществлять в настоящее время многолинзовые системы. Поэтому рассмотрим возможности одно- и двухлинзовых систем, выполненных из германия, как материала, обладающего экстремальными оптическими характеристиками. Для упрощения вычислений примем показатель преломления для основной длины волны $n = 4$, а коэффициент дисперсии $v = 1000$.

1.8.2. Коррекционные возможности однолинзовой системы

Толщину линзы будем полагать малой, что обеспечивает минимальный расход дорогостоящего материала и позволяет использовать теорию аберраций третьего порядка для бесконечно тонких компонентов. Входной зрачок совместим с оправой первой поверхности, что позволит получить минимальный световой диаметр.

Находим, что при $n = 4$ между основными параметрами одиночной линзы существует следующая зависимость:

$$P = 0,28 + 0,96\left(W - 0,08\right)^2,$$

где P — осевая точка входного зрачка; W — угловое увеличение.

Для исправления комы примем $W = 0$, тогда значение P практически не отличается от значения P_0, т. е. $P \cong 0,29$. Внутри линзы $\alpha_2 = 0,8$. Поперечная сферическая аберрация в плоскости наилучшей установки для предмета, расположенного на бесконечности, составляет примерно (с округлением в большую сторону) $\Delta g' \cong 0,005\left(l / k\right)^3 f'$, где k — диафрагментное число.

Как известно из теории аберраций третьего порядка бесконечно тонких компонентов, астигматические составляющие в рассматриваемой системе не зависят от конструктивных параметров линзы и составляют: $Z'_m = \dfrac{-0,5\left(3+\pi\right) y'^2}{f'}$ и $Z'_s = \dfrac{-0,5\left(1+\pi\right) y'^2}{f'}$. Учитывая, что $\pi = 1 / n - 0,25$, а $y' = f' \tan\omega$, где ω — угол поля; y' — меридиональная аберрация, получаем $Z'_m = -1,62 f'^2 \mathrm{tg}^2\omega$ и $Z'_s = -0,62 f' \mathrm{tg}^2\omega$. Максимальное значение поперечной аберрации на краю поля

$$\delta g' = 0,81 \tan^2 \frac{\omega f'}{k} + 0,005\left(\frac{1}{k}\right)^3 f'. \qquad (1.49)$$

Целесообразно оценить аберрации объектива, работающего при бесконечно удаленной предметной плоскости в угловой мере в пространстве предметов (угловая величина пятна рассеяния). Эта величина примерно равна разрешающей способности объектива при условии, что волновые аберрации существенно превосходят по величине критерий Рэлея, равный 0,25λ. Из формулы (1.49) получим

$$2\sigma = 1,62 \tan^2 \frac{\omega}{k} + 0,01\left(\frac{1}{k}\right)^3. \qquad (1.50)$$

В центре поля зрения соответствующая величина

$$2\sigma = 0,01\left(\frac{1}{k}\right)^3. \qquad (1.51)$$

Дисторсия тонкой линзы с расположенным на ней зрачком практически отсутствует.

Поскольку хроматизм положения $s'_{\lambda_2} - s'_{\lambda_1} = -f'/\eta$, можно получить угловые размеры фигуры рассеяния с учетом хроматической аберрации:

– для центральной точки поля зрения

$$2\sigma = 0,01\left(\frac{1}{k}\right)^3 + \frac{0,0005}{k}; \tag{1.52}$$

– для края поля зрения

$$2\sigma = 1,62\tan^2\frac{\omega}{k} + \frac{0,01}{k^3} + \frac{0,0005}{k}. \tag{1.53}$$

Асферизация одной (или даже обеих) поверхностей одиночной линзы позволяет лишь устранить сферическую аберрацию, т. е. довести угловой размер фигуры рассеяния в центре поля до величины, определяемой хроматической аберрацией положения:

$$2\sigma = \frac{0,0005}{k}, \tag{1.54}$$

где k — поле зрения линзы.

Получим, что при асферизации первой поверхности управление сферической аберрации третьего порядка достигается при эксцентриситете $e = 0,3$. Эта асферизация не влияет на параметр W, следовательно, исправление сферической аберрации не приводит к изменению других монохроматических аберраций линзы. Таким образом, одиночная линза даже при наличии асферической поверхности может обеспечить хорошее качество изображения только при малых полях зрения. Например, при $k = 1,5$ (относительное отверстие 1:1,5) в центре поля зрения угловое разрешение составит примерно 1′. Если допустить на краю поля зрения снижение разрешающей способности в 2 раза, то $2\omega = 2°$.

1.8.3. Анастигмат из двух линз

Исправление астигматизма одиночной линзы может быть достигнуто за счет усложнения конструкции путем добавления линзы, образованной апланатической поверхностью, концентричной осевой точке предмета, и изопланатической поверхностью, концентричной центру выходного зрачка.

Рассмотрим аберрации третьего порядка такой системы. Обозначим f'_1 — фокусное расстояние первой линзы объектива. Астигматическая разность $Z'_m - Z'_s$, вносимая этой линзой, составит $Z'_m - Z'_s = \frac{-y'^2}{f'_1}$. Для устранения астигматизма в объективе необходимо, чтобы радиус апланатической поверхности второй линзы составлял $r_3 = (n-1)f'_1/n$. При $n = 4$ $r_s = 0,75/f'_1$.

Расположим входной зрачок на первой линзе. Тогда центр зрачка окажется расположенным в переднем фокусе апланатической поверхности и вторая изопланатическая поверхность второй линзы будет плоской. Линейное увеличение второй линзы $V_2 = n = 4$. Следовательно, $f_{\text{I}}' = 4f'$ и воздушный промежуток $d = f'$. Относительные оптические силы линз $\Phi_{\text{I}} = 0,25;\ \Phi_{\text{II}} = 1$. Коэффициент Петцваля $s_{\text{IV}} = \dfrac{(\Phi_{\text{I}} + \Phi_{\text{II}})}{n} = 0,31$, а кривизна изображения $Z_p' = \dfrac{-0,5 \cdot 0,31 y'^2}{f'} = \dfrac{-0,16 y'^2}{f'}$. Поперечная аберрация, вызванная кривизной изображения,

$$\delta g' = 0,16 \tan^2 \omega m, \tag{1.55}$$

где m — координата точки пересечения луча с плоскостью входного зрачка по оси Y в меридиональной плоскости.

Первую линзу, как и в рассмотренной выше системе, исправим в отношении комы. Вторая линза кому не вносит. К сферической аберрации первой одиночной линзы добавится сферическая аберрация плоской изопланатической поверхности. Эта аберрация в поперечной мере $\Delta g' \cong \dfrac{0,35m^3}{f_2'}$. Учитывая введение плоскости наилучшей установки, находим, что диаметр кружка рассеяния в центре поля за счет сферической аберрации составит в угловой мере

$$2\sigma \cong 0,022\left(\frac{1}{k}\right)^3. \tag{1.56}$$

Видно, что сферической аберрацией первой линзы, равной в угловой мере

$$2\sigma = 0,01\left(\frac{1}{k_1}\right)^3 = \left(\frac{0,01}{64}\right)\left(\frac{1}{k}\right)^3, \tag{1.57}$$

можно пренебречь.

Оценим хроматические аберрации. Для хроматизма положения имеем

$$s_{\lambda_2}' - s_{\lambda_1}' = \frac{f'\left(h_I^2 \Phi_I + h_{\text{II}}^2 \Phi_{\text{II}}\right)}{\nu} = 0,00081 f', \tag{1.58}$$

где h_{I}, h_{II} — расстояние от оптической оси до точки преломления меридионального луча.

Хроматизм увеличения вносит только второй компонент. В линейной мере эта аберрация составит

$$y_{\lambda_2}' - y_{\lambda_2}' = h_{\text{II}} y_{\text{II}} \Phi_{\text{II}} \tan \frac{\omega f'}{\nu} = -0,00075 \tan \omega.$$

Таким образом, угловые размеры фигуры рассеяния в центре поля

$$2\sigma = \frac{0,022}{k^3} + \frac{0,0004}{k}; \tag{1.59}$$

на краю поля

$$2\sigma = 0,16\tan^2\frac{\omega}{k} + 0,00075\tan\omega + \frac{0,022}{k^3} + \frac{0,0004}{k}. \tag{1.60}$$

Из полученных формул следует, что повышению светосилы двухлинзовой системы препятствует неустранимая сферическая аберрация третьего порядка, возникающая на последней плоской поверхности объектива. Устранение этой аберрации и повышение светосилы двухлинзовой системы может быть достигнуто асферизацией одной из поверхностей первой линзы. Как отмечалось выше, асферизация поверхностей компонента, с которым совмещена апертурная диафрагма, приводит только к изменению сферической аберрации. В этом случае при использовании асферики второго порядка на второй поверхности первой линзы легко устраняется сферическая аберрация третьего порядка. Относительное отверстие объектива для точки на оси ограничивается хроматизмом положения и сферической аберрацией пятого порядка.

Результаты исследований простейших систем из германия приведены в табл. 1.12. Кроме полученных выше формул, позволяющих определить разрешающую способность систем в зависимости от диафрагменного числа

Таблица 1.12

Коррекционные возможности простейших систем, выполненных из германия

Оптические схемы	Угловая разрешающая способность 2σ							
	в центре поля			на краю поля				
	формула	$k = 1$	$k = 2$	формула	$k = 1$		$k = 2$	
		ω = 0			ω, рад			
					0,05	0,1	0,05	0,1
Одна линза	$\frac{0,01}{k^3} + \frac{0,0005}{k}$	36	5	$1,62\tan^2\frac{\omega}{k} + \frac{0,01}{k^3} + \frac{5\cdot10^{-4}}{k}$	50	92	12	33
Одна линза с асферической первой поверхностью	$\frac{0,0005}{k}$	1,7	0,9	$1,62\tan^2\frac{\omega}{k} + \frac{5\cdot10^{-4}}{k}$	16	57	9	29

Окончание табл. 1.12

Оптические схемы	Угловая разрешающая способность 2σ							
	в центре поля			на краю поля				
	формула	$k=1$	$k=2$	формула	$k=1$		$k=2$	
		$\omega=0$			ω, рад			
					0,05	0,1	0,05	0,1
Две линзы с воздушным промежутком, равным фокусному расстоянию объектива	$\frac{0,022}{k^3}+\frac{0,0004}{k}$	77	10,4	$0,16\tan^2\frac{\omega}{k}+$ $+0,0008\tan\omega+$ $+\frac{0,022}{k^3}$	79	83	11	13
Две линзы с воздушным промежутком, равным фокусному расстоянию объектива, и с асферической второй поверхностью	$\frac{0,03}{k^5}+\frac{0,0004}{k}$	11,6	1	$0,16\tan^2\frac{\omega}{k}+$ $+0,0008\tan\omega+$ $+\frac{0,003}{k^5}+\frac{0,0004}{k}$	13	17	1,8	4

и угла поля ω, в таблице даны численные значения разрешающей способности при $k=1$ и $k=2$, а также при углах поля $2\omega=0,1$ рад и $2\omega=0,2$ рад.

Тесты к лекции 1.8

1. ***С чем совпадает нижняя граница ИК-излучения?***

а) с верхней границей видимого диапазона;

б) с нижней границей видимого диапазона;

в) с верхней границей рентгеновского диапазона.

2. ***Что препятствует повышению светосилы двухлинзовой системы?***

а) неустранимая сферическая аберрация третьего порядка;

б) диафрагма;

в) астигматизм.

3. ***Как может быть достигнуто повышение светосилы двухлинзовой системы?***

а) асферизацией одной из поверхностей первой линзы;

б) увеличением диафрагмы;

в) уменьшением астигматизма.

1.9. ОПТИЧЕСКИЕ ИЗМЕРИТЕЛЬНЫЕ СИСТЕМЫ

Цель лекции — изучение принципов работы оптических измерительных систем.

1.9.1. Принцип действия микроскопа

Современные микроскопы — достаточно сложные, автоматизированные и многофункциональные системы. Знание основных узлов микроскопа и понимание принципов их действия необходимы для освоения этих сложных приборов. Поэтому рассмотрим оптическую схему наиболее типичного микроскопа, представленную на рис. 1.68.

Условно микроскоп можно разбить на четыре узла: осветительная система *1–6*, препарат *7*, с плоскостью препарата сопряжена полевая диафрагма окуляра *10* и полевая осветительная диафрагма *3*, апертурная диафрагма *9*, с которой сопряжена ирисовая диафрагма *5*, окуляр *12*. Рассмотрим ход лучей в микроскопе. Объект *7′* расположен на предметном столике *7* перед микрообъективом *8*, на расстоянии несколько большем его фокусного расстояния $F_{об}$. Он строит действительное, увеличенное и перевернутое изображение *7′* в плоскости диафрагмы *10*. Данное

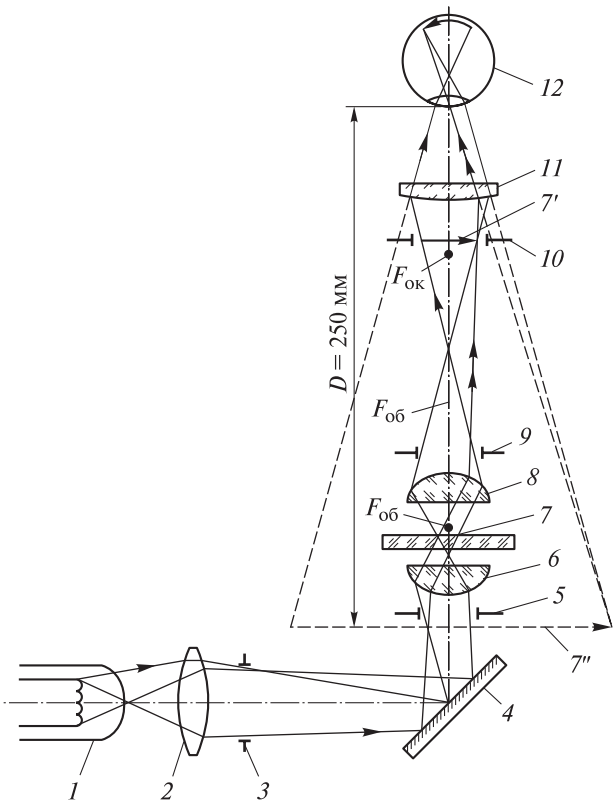


Рис. 1.68. Принципиальная оптическая схема микроскопа: *1* — лампа освещения; *2* — коллимирующая линза; *3* — полевая осветительная диафрагма; *4* — зеркало; *5* — ирисовая диафрагма; *6* — микрообъектив; *7* — прозрачный предметный столик; *7′* — объект; *8* — микрообъектив; *9* — апертурная диафрагма; *10* — диафрагма окуляра; *11* — линза окуляра; *12* — окуляр

промежуточное изображение расположено за передним фокусом окуляра *12*. Поэтому окуляр строит мнимое увеличенное изображение 7″ на расстоянии $D = 250$ мм от глаза наблюдателя. Такое расстояние считается наилучшим с точки зрения физиологических свойств глаза. Если мы хотим получить действительное изображение объекта на телевизионном приемнике или фотопленке, то достаточно окуляр сдвинуть так, чтобы изображение 7′ оказалось перед фокусом окуляра. Основные характеристики микроскопа: видимое увеличение Г, линейное поле зрения $2y$, числовая апертура NA.

Числовая апертура микроскопа определяет его основные характеристики: светосилу и разрешающую способность. Числовой апертурой называют произведение показателя преломления среды, в которой находится объект, и синуса апертурного угла.

Основными узлами микроскопа являются осветительная система, микрообъектив, предметный столик и окуляр.

Осветительная система микроскопа состоит из источника оптического излучения и оптической системы, обеспечивающей равномерное освещение объекта. Сложности, возникающие при создании осветительных систем, вызваны тем, что в микроскопах, особенно с большим увеличением, необходимо применять яркие источники света. Тело накала таких источников, например, нить лампы, имеет неравномерную яркость, поэтому оно проецируется оптической системой, которая называется конденсором, не точно в плоскость предмета, а ближе или дальше. При таком освещении образуется много рассеянного света, который ухудшает условия наблюдения. Другой проблемой является то, что числовая апертура конденсора должна быть больше или равна числовой апертуре объектива. В противном случае снижается разрешающая способность микроскопа. Решение этих задач привело к созданию различных типов осветительных систем микроскопа. Наибольшее распространение получила схема освещения по Кёллеру (см. рис. 1.68, *1–6*). Она применяется во всех отечественных микроскопах. Не вдаваясь в подробности принципа ее работы, можно сказать, что данная схема освещения позволяет получить равномерное освещение поля микроскопа от источника с неравномерной яркостью светящего тела без ухудшения качества изображения. В современных микроскопах, например конфокальных, а также при использовании лазерных источников излучения применяются другие схемы освещения.

Микрообъектив является важнейшей частью микроскопа, определяющей качество изображения и светосилу. Он представляет собой многолинзовую систему, в которой исправлены аберрации, искажающие изображение. В зависимости от вида исправленных аберраций объективы подразделяют на следующие основные виды: ахроматы, апохроматы, планахроматы, планапохроматы. Основными характеристиками объектива микроскопа являются увеличение и числовая апертура. Последняя определяет разрешающую способность микроскопа — чем больше числовая апертура, тем лучше разрешающая способность.

В зависимости от увеличения и числовой апертуры объективы микроскопов можно разбить на три группы, представленные ниже.

Группа объективов	Увеличение	Апертура
Малых увеличений и апертур	$\Gamma \le 10\times$	$NA \le 0{,}2$
Средних увеличений и апертур	$\Gamma \le 40\times$	$NA \le 0{,}65$
Больших увеличений и апертур	$\Gamma > 40\times$	$NA \le 0{,}65$

Числовая апертура объектива зависит от показателя преломления среды, в которой находится препарат. Поэтому для увеличения *NA* используют иммерсию: воду или масло, показатель преломления которых больше единицы. Микрообъективы, которые могут работать в таких условиях, называют иммерсионными. Современные микрообъективы имеют увеличение до 100× и числовую апертуру до 1,6.

Окуляр представляет собой более простую оптическую систему, чем объектив. Его роль в формировании изображения микрообъекта гораздо менее важная, и поэтому требования к нему более низкие. Основной характеристикой окуляра является увеличение, которое изменяется в зависимости от типа от 4 до 15 крат.

Предметный столик и другие юстировочные узлы микроскопа составляют основу его механической части. Предметный столик обеспечивает крепление препарата и легкий доступ к нему наблюдателя, а также точное перемещение препарата по двум координатам. В современных микроскопах требуемая точность перемещения составляет от одного до нескольких микрон, а величина перемещения — 2...3 см. В настоящее время применяется автоматическое перемещение кареток столика по двум координатам, управляемое от ЭВМ. Другим важным механическим узлом микроскопа является устройство, обеспечивающее его фокусировку. Как правило, фокусировка микроскопа проводится передвижением тубусодержателя, в котором крепятся объектив и окуляр, с помощью грубого и микротрендного механизмов. С их помощью тубус как единое целое приближается или удаляется от объекта до тех пор, пока оператор не принимает решение о наилучшей фокусировке на препарат.

1.9.2. Оценка качества изображений в микроскопии

Понятие «качество изображения» применительно к микроскопии определяет способность его оптической системы создавать геометрически подобные предмету изображения, в которых отдельные детали и контраст воспроизведены с достаточной точностью. Качество изображений, формируемых микроскопом, в идеальном случае определяется законами дифракционной оптики, однако в действительности оно зависит от таких особенностей прибора, как остаточные аберрации микрообъектива, освещенность и контраст предметов, наличие дефектов в оптическом стекле, ошибки изготовления и сборки, а также особенности приемника.

В микроскопии принято использовать для оценки качества изображения понятие «разрешающая способность». Различают два вида разрешения: латеральное (поперечное) и аксиальное (продольное) — вдоль оптической оси.

Остановимся подробнее на этих понятиях. При формировании изображения любой оптической системой, в том числе и микроскопом, каждая бесконечно малая светящаяся точка в объекте преобразуется в эллипсоид, вытянутый вдоль оптической оси. В сечении, перпендикулярном оптической оси, изображение точки представляет собой яркое пятно, которое получило название диск Эри, с концентрическими темными и светлыми кольцами, постепенно убывающими по яркости в изображении. Процесс формирования данного пятна и колец, его окружающих, хорошо описывается законами дифракционной оптики.

В диске Эри сосредоточено 84 % всей энергии и его размер определяется выражением

$$d_{\text{Э}} = 1,22\frac{\lambda}{NA}, \tag{1.61}$$

где NA — числовая апертура микрообъектива; λ — длина волны света.

Предел разрешения микроскопа определяется при сближении двух светящихся точек до такого расстояния, когда в пространстве изображений падение освещенности между ними становится незаметным для глаза и визуально две точки сливаются в одну. Для количественного определения этого предела используется критерий Рэлея. Согласно критерию Рэлея изображения двух близких самосветящихся (некогерентных) точек можно еще считать раздельными, если центр дифракционного пятна, соответствующего одной точке, совпадает с первым дифракционным минимумом для второй точки.

В этом случае поперечная разрешающая способность объектива

$$R = \frac{1,22\lambda}{2NA}. \tag{1.62}$$

Расчеты показывают, что при таком расстоянии между точками в промежутке между ними освещенность составляет 80 % освещенности в максимуме. Известно, что человеческий глаз способен различать контраст в освещенности 4 %, т. е. разрешающая способность глаза лучшая, чем по критерию Рэлея. Из формулы следует, что определяющую роль в разрешающей способности играет числовая апертура объектива. Для ее повышения в микроскопии используют иммерсионную жидкость с показателем преломления $n > 1$, которой заполняют пространство между микрообъективом и препаратом. Это позволяет довести числовую апертуру до значения 1,4, в то время как «сухие» объективы имеют $NA = 0,95$. Нетрудно рассчитать, что разрешающая способность в видимой области может достигать 0,2 мкм.

Однако все это справедливо только для абсолютного контраста, когда рассматривают две яркие точки на темном поле. Для полутонового объекта оценка качества изображения по разрешающей способности не отражает всей картины и необходимо использовать более сложные и не столь наглядные характеристики оптических систем. В качестве такой характеристики наиболее часто используют оптическую передаточную функцию (ОПФ), или частотно-контрастную характеристику (ЧКХ). Рассмотрим эту характеристику подробнее.

Пусть объект (рис. 1.69), рассматриваемый в микроскоп, представляет собой решетку PQ с абсолютным контрастом и синусоидальным пропусканием амплитуды поля A, т. е. описывается выражением

$$A = 1 + K \sin \frac{x}{S_{\text{пр}}}, \tag{1.63}$$

где $K = 1$ — коэффициент контраста; $S_{\text{пр}}$ — период решетки; x — расстояние от начала координат до выбранной точки.

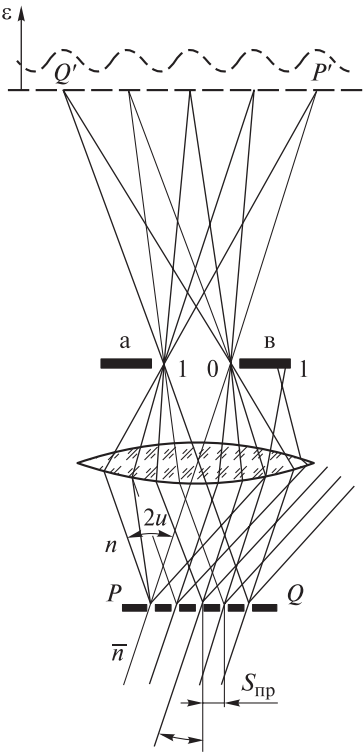


Рис. 1.69. Схема образования изображения несамосветящегося объекта по Аббе:

ε — энергия волны света; ав — аппертурная диафрагма; n, $\overline{n}$ — показатели преломления объекта и среды; $P'Q'$ — изображение дифракционной решетки; 1 и 0 — дифракционные максимумы

На него перпендикулярно плоскости, на которой он расположен, падает плоская волна света (центральное освещение по Кёллеру) с амплитудой A_0. На решетке происходит дифракция света, при этом свет «расщепляется» на три составляющие, которые получили название нулевого (0), плюс первого (+1) и минус первого (−1) порядков дифракции. Нулевой порядок распространяется без отклонений, а (+1) и (−1) порядки распространяются под углами $+\sin\theta_1 = \lambda/S_{\text{пр}}$ и $-\sin\theta_1 = \lambda/S_{\text{пр}}$ к оптической оси. Угол дифракции $2u$ зависит от периода решетки и длины волны света.

На рис. 1.69 видно, что дифрагированное излучение не попадает целиком в объектив, если период решетки достаточно большой. Это приводит к тому, что контраст изображения решетки будет меньше, чем исходный,

т. е. $K < 1$. Если построить зависимость контраста от пространственной частоты решетки $\omega = 1/S_{пр}$, то получим функцию, представленную на рис. 1.69 вверху. Данная функция, называемая оптической передаточной функцией или частотно-контрастной харакетристикой позволяет полностью определять качество изображения, формируемого любой оптической системой. Для некоторой частоты решетки $\omega_{кр} = 1/S_{кр}$ дифракционные порядки пойдут под таким большим углом к оптической оси, что не попадут в объектив микроскопа с числовой апертурой *NA*. Тогда контраст в изображении решетки будет равен нулю, и она не будет разрешаться данным прибором. Видно, что $S_{кр} = \lambda/\sin\theta_{кр}$ с точностью до константы совпадает с разрешающей способностью микроскопа, а $\sin\theta_{кр}$ равняется числовой апертуре его объектива. Фактически $\omega_{кр}$ определяет разрешающую способность микроскопа. Согласно теории рядов Фурье, каждый объект может быть представлен в виде суммы синусоидальных решеток различной частоты и контраста. Таким образом, ОПФ определяет искажение каждой частоты, составляющей объект, и всего объекта в целом при формировании изображения оптической системой микроскопа. В оптике принято считать, что ОПФ наиболее полно определяет качество изображения и позволяет судить о том, какие детали изображения искажаются в большей степени. Как правило, ОПФ определяют экспериментально для каждого конкретного прибора, что дает возможность учитывать аберрации, недостатки сборки и стекла и т. д. Вид ОПФ может существенно изменяться от прибора к прибору, при этом $\omega_{кр}$ и разрешающая способность остаются неизменными при неизменной числовой апертуре объектива. Поэтому микроскопы различных фирм с одинаковой разрешающей способностью строят различные по качеству изображения. Тем не менее в повседневной практике использование ОПФ не очень удобно и применяется понятие разрешающей способности.

Исследования в области радиофизических и оптических измерений показали, что при достаточно точной регистрации рэлеевский предел может быть существенно превзойден. Было доказано, что разрешающая способность микроскопа определяется не аппаратными свойствами самого прибора, т. е. его ОПФ, а точностью измерения выходного сигнала. Следовательно, при высокоточных измерениях изображения принципиально возможно достижение сверхразрешения в оптической микроскопии.

Восстановление изображения со сверхвысоким разрешением представляет собой двухэтапный процесс. На первом этапе осуществляется регистрация изображения с максимально высокой точностью. На втором этапе на ЭВМ решается обратная задача редукции к идеальному прибору, которая сводится к компенсации ОПФ. Такая реконструкция изображений осуществляется при знании передаточной функции с использованием специальных алгоритмов. Теоретические оценки и экспериментальные исследования данного метода показали возможность получения разрешающей способности в оптическом микроскопе примерно равной 0,1...0,01 мкм. Фактически появляется возможность изучения микрообъектов с детализацией аналогичной электронной микроскопии на базе оптического микроскопа.

Однако получение сверхразрешения предъявляет определенные требования к прибору: необходимы, во-первых, высокая точность регистрации изображений в микроскопе и, во-вторых, полная автоматизация процесса измерения.

Продольное разрешение микроскопа в литературе называют также «глубиной резкого изображения». Оно характеризует возможные пределы перемещения плоского объекта без заметного ухудшения резкости изображения. Определить продольное разрешение можно по аналогии с поперечным — по размеру диска Эри вдоль оптической оси. Дифракционная теория формирования изображения дает следующую величину:

$$R_z = \frac{\lambda}{2NA^2}. \tag{1.64}$$

Из формулы (1.64) следует, что разрешающая способность по глубине обратно пропорциональна квадрату числовой апертуры микрообъектива. Поэтому для микрообъективов с большой числовой апертурой глубина резкости составляет величину порядка длины волны, что требует очень точной фокусировки при анализе изображений. Определить аксиальную разрешающую способность по аналогии с критерием Релея невозможно, так как при наблюдении двух светящихся объектов, расположенных вдоль оптической оси, они будут затенять друг друга, и различить их практически нельзя.

Приведенные выражения для разрешающей способности были получены для плоских объектов согласно дифракционной теории формирования изображения. Их использование для оценки качества изображений трехмерных объектов, каковыми являются живые клетки, требует большой осторожности. В частности, для исследования фазовых объектов, ход лучей в которых описывается эйкональным уравнением, необходимо применять другие оценки.

1.9.3. Зеркальные и зеркально-линзовые объективы

В связи с развитием ИК-техники, высокотемпературной металлографии, микроанализаторов возросла роль зеркальных и зеркально-линзовых объективов. Эти объективы (рис. 1.70) имеют ряд преимуществ перед линзовыми системами:

– рабочее расстояние этих объективов может в несколько раз превышать фокусное расстояние;

– широкая область ахроматизации, возможность наблюдения объектов в УФ- и ИК-областях спектра без перефокусировки микроскопа;

– возможность создания высокоапертурных объективов для видимой и ИК-областей спектра с апохроматической коррекцией и уменьшенной кривизной поверхности изображения.

Особый интерес представляют высокоапертурные зеркальные системы — апланаты, содержащие несферические поверхности, применяемые для любой области спектра.

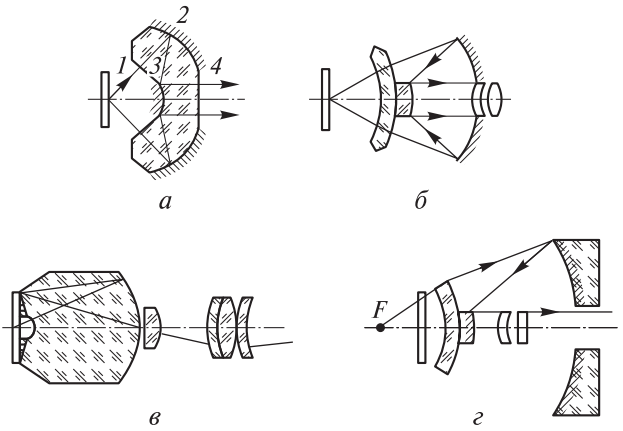


Рис. 1.70. Принципиальные оптические схемы некоторых зеркальных и зеркально-линзовых объективов: *а* — объектив Максутова; *б* — объектив Волосова; *в* — объектив Русинова; *г* — объектив Попова; *1* — зеркало; *2*, *3* — внешняя и внутренняя зеркальные поверхности линзы; *4* — выход луча

Однако изготовление указанных объективов сопровождается значительными технологическими трудностями, вызываемыми высокими требованиями к качеству отражательных поверхностей, центрировке, а также сложностью механических узлов. Во избежание паразитной засветки эти объективы требуют специальных оправ и экранов. Наличие центрального экранирования снижает контраст в изображении. Светопропускание зеркально-линзовых объективов ниже, чем линзовых с такими же оптическими характеристиками. Поэтому выбор зеркально-линзовых систем должен быть тщательно обоснован. Теория и методы расчета зеркальных и зеркально-линзовых объективов широко представлены в литературе.

1.9.4. Окуляры, применяемые в микроскопах

Применяемые в микроскопах окуляры можно разделить на две основные группы: визуальные, служащие для наблюдения изображения глазом, и окуляры, используемые в микрофотографии, микропроекционных устройствах.

Поскольку через окуляры проходят узкие пучки лучей, их сферическая и сферохроматическая аберрации малы по сравнению с остаточными аберрациями объектива. В некоторых окулярах исправляются хроматизм увеличения и дисторсия. Применение окуляра определяется типом объектива и характером исправления аберраций.

Визуальные окуляры должны давать неискаженное изображение по всему полю. При этом допускается некоторая кривизна поля благодаря аккомодационной способности глаза. Кроме того, при визуальном наблюдении всегда

имеется возможность установить микроскоп на центр или край поля. Фотографические и проекционные окуляры, а также окуляры, применяемые с план-объективами, должны давать плоскую поверхность изображения. Иногда это достигается за счет увеличения астигматизма.

Наиболее распространенными в микроскопах являются следующие типы окуляров: Гюйгенса, Кёльнера, компенсационные, ортоскопические, симметричные, панкратические, специальные и отрицательные (гомалы).

Окуляры Гюйгенса применяются с ахроматами (рис. 1.71, *а*). Они состоят из двух плосковыпуклых линз. Линейное поле окуляра $2y = D_{\text{пд}}/\beta_k$, где $D_{\text{пд}}$ — диаметр полевой диафрагмы; β_k — линейное увеличение коллективной линзы. Угловое поле окуляров Гюйгенса порядка 30°, а увеличение не более 7–10 крат из-за небольшого удаления выходного зрачка. Хроматизм увеличения исправлен.

Окуляры Кёльнера (рис. 1.71, *б*) состоят из простой коллективной линзы и двухсклеенной глазной. Угловое поле колеблется в пределах 40...50°. В этих пределах аберрация исправлена достаточно хорошо. Полевая диафрагма находится в передней фокальной плоскости.

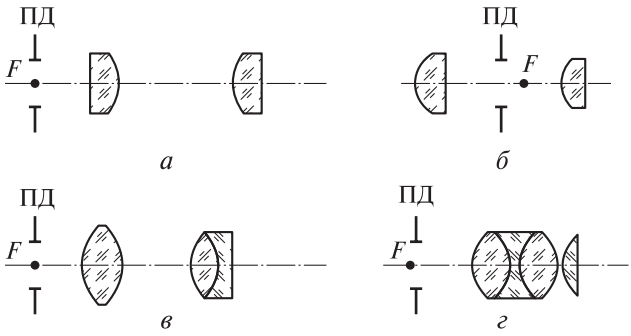


Рис. 1.71. Оптические схемы окуляров, применяемых в микроскопах:

а — окуляр Гюйгенса; *б* — окуляр Кёльнера; *в* — окуляр Гюйгенса компенсационный; *г* — окуляр Аббе

Компенсационные окуляры применяются с апохроматами, планобъективами и ахроматами больших увеличений. Они компенсируют хроматизм увеличения объективов. Наибольшее применение получили компенсационные окуляры, выполненные по схеме Гюйгенса и Аббе (рис. 1.72, *в*, *г*). Эти окуляры имеют удовлетворительную коррекцию аберраций, но хроматизм увеличения не постоянен по полю, например, если в центре поля он равен 1 %, то на краю поля — порядка 2 %. При использовании таких окуляров с планапохроматами появляется окраска, снижающая качество изображения.

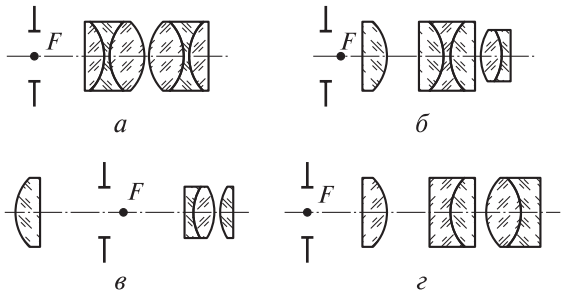


Рис. 1.72. Оптические схемы компенсационных окуляров с улучшенной коррекцией аббераций:
а — Кёльнера; *б*, *в* — Гюйгенса; *г* — Аббе

Гомалы — отрицательные оптические системы — используются в микроскопах вместо окуляров для компенсации кривизны изображения и хроматизма увеличения, даваемых апохроматическими объективами. Выходной зрачок гомалов расположен внутри, поэтому они применяются главным образом для фотографирования.

1.9.5. Унификация оптических узлов микроскопов

При разработке новых моделей микроскопов большое внимание уделяется унификации, агрегатизации и стандартизации оптических узлов микроскопов. Ряд увеличений объективов и окуляров строится на основе геометрической прогрессии предпочтительных чисел (ГОСТ 6636–69), что позволяет сократить номенклатуру изделий, не ущемляя интересов потребителей.

Объективы микроскопов. В настоящее время применяются объективы, рассчитанные на три длины тубуса: 160, 190 мм и «бесконечность». Объективы для длины тубуса 160 мм используются в биологических микроскопах для исследования в проходящем свете биологических объектов, находящихся под покровным стеклом. Объективы для длины тубуса 190 мм применяются в рудных и других микроскопах, работающих в отраженном свете для исследования непрозрачных объектов. Объективы для длины тубуса «бесконечность» предназначены в основном для работы в отраженном свете.

В настоящее время все ведущие фирмы выпускают объективы высотой 45 мм.

Увеличение объективов (для проходящего света) и фокусные расстояния (для отраженного света) изменяются в геометрической прогрессии со знаменателем 1,6. Это соответствует ряду Ra 5 (ГОСТ 6636–69 «Нормальные линейные размеры»). Номинальные значения тубусного коэффициента следует выбирать из ряда Ra 10 (ГОСТ 8032–84) и соответствовать кратности 0,4; 0,63; 1,6.

Окуляры микроскопов. Опорный торец окуляра должен быть расположен выше переднего фокуса на 13 мм. Номинальные значения видимых увели-

чений окуляров рекомендуется выбирать из ряда Ra 10 с кратностью 4; 6,3; 10; 12,5; 16; 20; 25.

Хроматизм увеличения у всего комплекта окуляров, входящих в прибор, должен быть одинаковым и постоянным по полю. Существуют комплекты окуляров с хроматизмом увеличения 0, 1 и 2 %.

Коэффициент камеры микроскопа (отношение фокусного расстояния объектива камеры к расстоянию наилучшего видения 250 мм). Номинальные значения коэффициента камеры микроскопа рекомендуется выбирать из следующего ряда Ra 10: 0,4; 0,5; 0,63; 0,7; 1; 1,25; 1,6; 2; 2,5; 3,2; 4,0. У камеры без объектива под коэффициентом камеры следует понимать отношение оптической длины камеры к расстоянию наилучшего видения 250 мм. При использовании проекционного окуляра за оптическую длину камеры принимается расстояние между задней фокальной плоскостью проекционного окуляра и плоскостью изображения.

Некоторые типы микроскопов. Биологические микроскопы составляют наиболее распространенную группу приборов как по числу разнообразных моделей, так и по массовости промышленного выпуска. Ниже приведены некоторые биологические микроскопы, отличающиеся комплектами насадок, объективов и окуляров: Биолам-Р-1; Биолам-Р-5; Биолам-Р-6; Биолам-С-1; Биолам-С-3; Биолам-С-4; Биолам-Д-1; Биолам-Д-2; Биолам-Д-3; Биолам-Л-211; Биолам-Л-212; Биолам-Л-213; МББ-1; МББ-А; МБИ-11; МБИ-15; МБИ-17.

Микроскопы поляризационные серии ПОЛАМ являются более совершенными моделями по сравнению с ранее выпускаемыми. Производятся рабочие модели ПОЛАМ-Р; студенческие ПОЛАМ-С; ПОЛАМ-Л, ПОЛАМ-И — лабораторные и исследовательские.

Существуют микроскопы люминесцентные агрегатные серии ЛЮМАМ. Принцип действия микроскопов ЛЮМАМ основан на использовании люминесценции биологических объектов, возникающей под действием лучей определенного спектрального состава. Промышленность выпускает следующие модели: ЛЮМАМ-Р, ЛЮМАМ-И.

Металлографические микроскопы предназначены для контроля качества металлов и сплавов и исследования их структуры. Выпускаются серийно следующие типы микроскопов: ММУ-3; ММР-2; МИМ-9; ММР-3; ОРИМ.

Кроме перечисленных микроскопов производятся ультрафиолетовые и инфракрасные микроскопы; стереоскопические микроскопы; фазовоконтрастные и интерференционные микроскопы и принадлежности; микроскопы для исследования в области ядерной физики; высокотемпературные микроскопы; микроскопы сравнения, микроскопы контактные для прижизненных исследований и др.

Тесты к лекции 1.9

1. ***Что называют числовой апертурой?***

а) произведение показателя преломления среды, в которой находится объект, и синуса апертурного угла;

б) отношение показателя преломления среды, в которой находится объект, к показателю преломления линзы объектива;

в) произведение фокусного расстояния объектива и фокусного расстояния окуляра.

2. ***Какое понятие принято использовать в микроскопии для оценки качества изображения?***

а) понятие разрешающей способности;

б) понятие резкости;

в) понятие контрастности.

3. ***Для чего в микроскопе используют иммерсионную жидкость?***

а) для повышения разрешающей способности объектива;

б) для увеличения яркости исследуемого объекта;

в) для увеличения контрастности исследуемого объекта.

4. ***Для чего в микроскопах используются гомалы?***

а) вместо окуляров для компенсации кривизны изображения и хроматизма увеличения;

б) для повышения коэффициента увеличения микроскопа;

в) для усиления освещенности исследуемого объекта.

1.10. МЕТОДЫ СВЕТОВОЙ МИКРОСКОПИИ

Цель лекции — изучение принципов световой микроскопии.

1.10.1. Метод светлого поля в проходящем свете

Этот метод применяется при изучении прозрачных препаратов с включенными в них абсорбирующими (поглощающими свет) частицами и деталями. Это могут быть, например, тонкие окрашенные срезы животных и растительных тканей, тонкие шлифы минералов и т. д. При отсутствии препарата пучок света из конденсора, проходя через объектив, дает вблизи фокальной плоскости окуляра равномерно освещенное поле. При наличии в препарате абсорбирующего элемента происходит частичное поглощение и частичное рассеивание падающего на него света, что обусловливает появление изображения. Возможно применение метода и при наблюдении неабсорбирующих объектов, но лишь в том случае, если они рассеивают освещающий пучок настолько сильно, что значительная часть его не попадает в объектив.

Метод косого освещения — разновидность предыдущего метода. Различие между ними состоит в том, что свет на объект направляют под большим углом к направлению наблюдения. Иногда это помогает выявить «рельефность» объекта за счет образования теней.

Метод светлого поля в отраженном свете применяется при исследовании непрозрачных, отражающих свет объектов, например шлифов металлов или руд. Освещение препарата (от осветителя и полупрозрачного зеркала) производится сверху через объектив, который одновременно играет и роль конденсора. В изображении, создаваемом в плоскости объективом совместно с тубусной линзой, структура препарата видна из-за различия в отражающей способности ее элементов; на светлом поле выделяются также неоднородности, рассеивающие падающий на них свет.

1.10.2. Метод темного поля в проходящем свете

Данный метод используется для получения изображений прозрачных неабсорбирующих объектов, которые не могут быть видны, если применить метод светлого поля. Зачастую это биологические объекты. Свет от осветителя и зеркала направляется на препарат конденсором специальной конструкции — так называемым конденсором темного поля. По выходе из конденсора основная часть лучей света, не изменившая своего направления при

прохождении через прозрачный препарат, образует пучок в виде полого конуса и не попадает в объектив, который находится внутри этого конуса. Изображение в микроскопе формируется с помощью лишь небольшой части лучей, рассеянных микрочастицами находящегося на предметном стекле препарата внутрь конуса и прошедшими через объектив. В поле зрения на темном фоне видны светлые изображения элементов структуры препарата, отличающихся от окружающей среды показателем преломления. У крупных частиц видны только светлые края, рассеивающие лучи света. Используя этот метод, нельзя определить по виду изображения, прозрачны частицы или непрозрачны, больший или меньший показатель преломления они имеют по сравнению с окружающей средой.

1.10.3. Метод ультрамикроскопии

В основе метода ультрамикроскопии лежит тот же принцип — препараты в ультрамикроскопах освещаются перпендикулярно направлению наблюдения. При этом методе можно обнаружить (но не «наблюдать» в буквальном смысле слова) чрезвычайно мелкие частицы, размеры которых лежат далеко за пределами разрешающей способности наиболее сильных микроскопов. С помощью иммерсионных ультрамикроскопов удается зарегистрировать присутствие в препарате частицы размером 10^{-9} м. Но форму и точные размеры таких частиц с помощью этого метода определить невозможно. Их изображения представляются наблюдателю в виде дифракционных пятен, размеры которых зависят не от размеров и формы самих частиц, а от апертуры объектива и увеличения микроскопа. Поскольку подобные частицы рассеивают очень мало света, то для их освещения требуются чрезвычайно сильные источники света, например угольная электрическая дуга. Ультрамикроскопы применяются в основном в коллоидной химии.

Непрозрачные препараты (например, шлифы металлов), наблюдаемые по методу темного поля в отраженном свете, освещают сверху — через специальную кольцевую систему, расположенную вокруг объектива и называемую эпиконденсором.

1.10.4. Поляризационная микроскопия

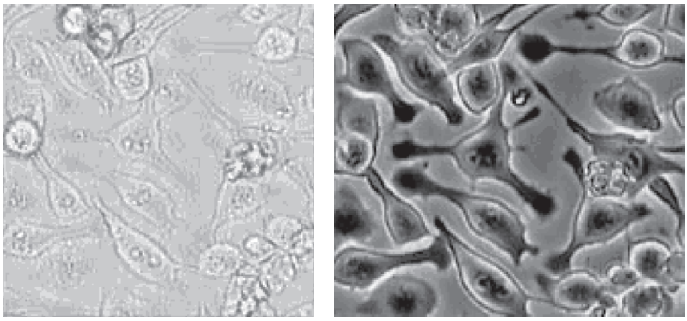
Поляризационная микроскопия — метод наблюдения в поляризованном свете для микроскопического исследования препаратов, включающих оптически анизотропные элементы (или целиком состоящих из таких элементов). Таковыми являются многие минералы, зерна в шлифах сплавов, некоторые животные и растительные ткани и пр. Оптические свойства анизотропных микрообъектов различны в различных направлениях и проявляются по-разному в зависимости от ориентации этих объектов относительно направления наблюдения и плоскости поляризации света, падающего на них. Наблюдение можно проводить как в проходящем, так и в отраженном свете. Свет, излучаемый осветителем, пропускают через поляризатор. Сообщенная

ему при этом поляризация изменяется при последующем прохождении света через препарат (или отражении от него). Эти изменения изучают с помощью анализатора и различных оптических компенсаторов. Анализируя такие изменения, можно судить об основных оптических характеристиках анизотропных микрообъектов: силе двойного лучепреломления, числе оптических осей и их ориентации, вращении плоскости поляризации, дихроизме.

1.10.5. Метод фазового контраста

Метод фазового контраста и его разновидность — так называемый метод аноптрального контраста — предназначен для получения изображений прозрачных и бесцветных объектов, невидимых при наблюдении по методу светлого поля. К таковым относятся, например, живые неокрашенные животные ткани. Суть метода состоит в том, что даже при очень малых различиях в показателях преломления разных элементов препарата световая волна, проходящая через них, претерпевает разные изменения по фазе (приобретает так называемый фазовый рельеф). Не воспринимаемые непосредственно ни глазом, ни фотопластинкой, эти фазовые изменения с помощью специального оптического устройства преобразуются в изменения амплитуды световой волны, т. е. в изменения яркости (амплитудный рельеф), которые уже различимы глазом или фиксируются на фоточувствительном слое. Другими словами, в получаемом видимом изображении распределение яркостей (амплитуд) воспроизводит фазовый рельеф. Получаемое таким образом изображение называется фазово-контрастным (рис. 1.73).

Типичная схема работы метода: в переднем фокусе конденсора устанавливается апертурная диафрагма, отверстие которой имеет форму кольца. Ее изображение возникает вблизи заднего фокуса объектива, и там же устанавливается так называемая фазовая пластинка, на поверхности которой имеется кольцевой выступ или кольцевая канавка, называемая фазовым кольцом. Фазовая пластинка не всегда помещена в фокусе объектива, часто фазовое кольцо ставят прямо на поверхность одной из линз объектива. В любом случае неотклоненные в препарате лучи от осветителя, дающие изображение диафрагмы, должны полностью проходить через фазовое кольцо, которое значительно ослабляет их (его делают поглощающим) и изменяет их фазу на $\lambda/4$ — длина волны света. А лучи, отклоненные (рассеянные) в препарате, проходят через фазовую пластинку, минуя фазовое кольцо, и не претерпевают дополнительного сдвига фазы. С учетом фазового сдвига в материале препарата полная разность фаз между отклоненными и неотклоненными лучами близка к 0 или $\lambda/2$, и в результате интерференции света в плоскости изображения препарата они заметно усиливают или ослабляют друг друга, давая контрастное изображение структуры препарата. Отклоненные лучи имеют значительно меньшую амплитуду по сравнению с неотклоненными, поэтому ослабление основного пучка в фазовом кольце, сближая значения амплитуд, также приводит к большей контрастности изображения.



а *б*

Рис. 1.73. Пример измерения методом фазового контраста: *а* — клетки, освещенные по методу светлого поля; *б* — по методу фазового контраста

Метод дает возможность различать малые элементы структуры, чрезвычайно слабо контрастные в методе светлого поля. Прозрачные частицы, сравнительно немалые по размерам, рассеивают лучи света на столь небольшие углы, что эти лучи проходят вместе с неотклоненными через фазовое кольцо. Для таких частиц фазово-контрастный эффект имеет место только вблизи их контуров, где происходит сильное рассеяние.

1.10.6. Метод интерференционного контраста

Метод интерференционного контраста состоит в том, что каждый луч раздваивается, входя в микроскоп. Один из полученных лучей направляется сквозь наблюдаемую частицу, другой — мимо нее по той же или дополнительной оптической ветви микроскопа. В окулярной части микроскопа оба луча вновь соединяются и интерферируют между собой.

Результат интерференции определяется разностью хода лучей δ ($\delta = (n_0 - n_m)d$, где n_0, n_m — показатели преломления частицы и окружающей среды; d — толщина частицы), по формуле $\lambda = N\delta$, где N — так называемый порядок; λ — длина волны света. Опишем схему одного из способов интерференции — осуществления интерференционного контраста. Конденсор и объектив снабжены двоякопреломляющими пластинками, из которых первая расщепляет исходный световой луч на два луча, а вторая — воссоединяет их. Один из лучей, проходя через объект, запаздывает по фазе (приобретает разность хода по сравнению со вторым лучом). Величина этого запаздывания измеряется компенсатором. Можно сказать, что метод интерференционного контраста сходен с методом фазового контраста — они оба основаны на интерференции лучей, прошедших через микрочастицу и миновавших ее. Как и фазово-контрастная микроскопия, этот метод дает возможность наблюдать прозрачные и бесцветные объекты, но их изображения могут быть

и разноцветными (интерференционные цвета). Оба метода пригодны для изучения живых тканей и клеток и применяются во многих случаях именно с этой целью. Главное отличие интерференционной микроскопии от метода фазового контраста — это возможность, используя компенсаторы, с высокой точностью измерять разности хода, вносимые микрообъектами, с точностью до $\frac{1}{300}\lambda$. Это дает широкие возможности количественных исследований — на основании таких измерений могут быть рассчитаны общая масса и концентрация сухого вещества в микрообъекте (например, в растительной или животной клетке), показатель преломления и размеры объекта. Метод интерференционного контраста часто применяют совместно с другими методами микроскопии, в частности с наблюдением в поляризованном свете. Его применение в сочетании с микроскопией в ультрафиолетовых лучах позволяет, например, определить содержание нуклеиновых кислот в общей сухой массе объекта. К интерференционной микроскопии относятся также методы использования микроинтерферометров.

1.10.7. Метод исследования в свете люминесценции

Люминесцентная микроскопия, или флюоресцентная микроскопия, состоит в наблюдении под микроскопом зелено-оранжевого свечения микрообъектов, которое возникает при их освещении сине-фиолетовым светом или невидимыми глазом УФ-лучами. В оптическую схему микроскопа вводятся два светофильтра. Один из них помещают перед конденсором. Он пропускает от источника-осветителя излучение только тех длин волн, которые возбуждают люминесценцию либо самого объекта (собственная люминесценция), либо специальных красителей, введенных в препарат и поглощенных его частицами (вторичная люминесценция). Второй светофильтр, который установлен после объектива, пропускает к глазу наблюдателя (или на фоточувствительный слой) только свет люминесценции. В люминесцентной микроскопии используют освещение препаратов как сверху (через объектив, который в этом случае служит и конденсором), так и снизу, через обычный конденсор. Наблюдение при освещении сверху иногда называют «люминесцентной микроскопией в отраженном свете» (этот термин условен — возбуждение свечения препарата не является простым отражением света). Его часто используют совместно с наблюдением по фазово-контрастному методу в проходящем свете.

Метод нашел широкое применение в микробиологии, вирусологии, гистологии, цитологии, в пищевой промышленности, при исследовании почв, в микрохимическом анализе, в дефектоскопии. Такое многообразие применений объясняется очень высокой цветовой чувствительностью глаза и высокой контрастностью изображения самосветящегося объекта на темном нелюминесцирующем фоне. Кроме того, информация о составе и свойствах исследуемых веществ, которую можно получить, зная интенсивность и спектральный состав их люминесцентного излучения, имеет значительную ценность.

1.10.8. Метод наблюдения в ультрафиолетовых лучах

Данный метод делает возможным увеличение предельной разрешающей способности микроскопа, т. е. предлагаемый метод позволяет понизить предельное разрешение применяемого микроскопа, которое зависит от длины волны, путем использования $\lambda = 400...250$ нм, тогда как для используемых в микроскопии УФ-лучей видимого света $\lambda = 700...400$ нм. Но главное преимущество метода состоит в том, что частицы многих веществ, прозрачные в видимом свете, сильно поглощают УФ-излучение определенных длин волн и, следовательно, легко различимы в УФ-изображениях. Характерными спектрами поглощения в УФ-области обладают многие вещества, содержащиеся в растительных и животных клетках (пуриновые основания, пиримидиновые основания, большинство витаминов, ароматические аминокислоты, некоторые липиды, тироксин и др.). Этим обусловлено широкое применение УФ-микроскопии в качестве одного из методов цитохимического анализа.

Поскольку УФ-лучи невидимы для человеческого глаза, то изображения в УФ-микроскопии регистрируют либо фотографически, либо с помощью электронно-оптического преобразователя или люминесцирующего экрана. Опишем один из наиболее распространенных способов цветового представления таких изображений. Препарат фотографируется в трех длинах волн УФ-области спектра. Каждый из полученных негативов освещается видимым светом определенного цвета (например, синим, зеленым и красным), и все они одновременно проектируются на один экран. В результате получают цветное изображение объекта в условных цветах, зависящих от поглощающей способности препарата в ультрафиолете.

1.10.9. Конфокальная микроскопия

Конфокальный микроскоп отличается от «классического» оптического микроскопа (рис. 1.74) тем, что в каждый момент времени регистрируется изображение одной точки объекта, а полноценное изображение строится путем сканирования (движения образца или перестройки оптической системы). Для того чтобы регистрировать свет только от одной точки, после объективной линзы располагается диафрагма малого размера таким образом, что свет, испускаемый анализируемой точкой (красные лучи на рис. 1.75), проходит через диафрагму и будет зарегистрирован, а свет от остальных точек (например, синие лучи на рис. 1.75) в основном задерживается диафрагмой. Вторая особенность состоит в том, что осветитель создает не равномерную освещенность поля зрения, а фокусирует свет в анализируемую точку (рис. 1.76). Это может достигаться расположением второй фокусирующей системы за образцом, но при этом требуется, чтобы образец был прозрачным. Кроме того, объективные линзы обычно сравнительно дорогие, поэтому использование второй фокусирующей системы для подсветки мало предпочтительно. Альтернативой является использование светоделительной пластинки так, чтобы и падающий и отраженный свет фокусировались одним объективом (рис. 1.77). Такая схема к тому же облегчает юстировку.

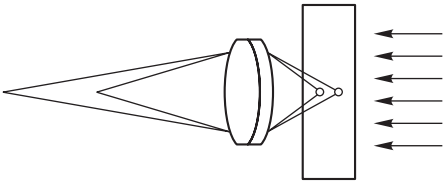


Рис. 1.74. Ход лучей в обычном оптическом микроскопе, когда в фотоприемное устройство попадает свет из различных точек образца

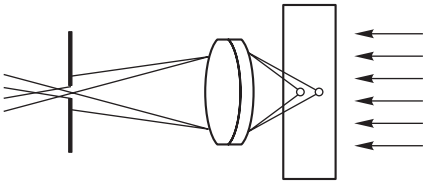


Рис. 1.75. Применение диафрагмы позволяет существенно снизить фоновую подсветку от точек образца вне анализируемой области

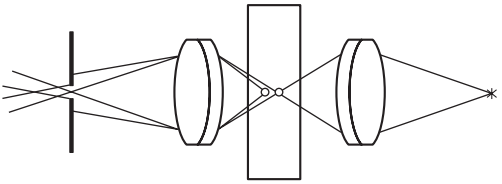


Рис. 1.76. Дополнительное повышение контраста достигается применением подсветки, фокусирующей свет в анализируемую точку

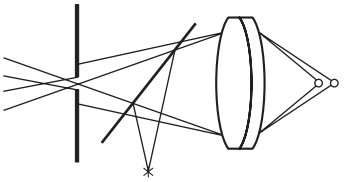


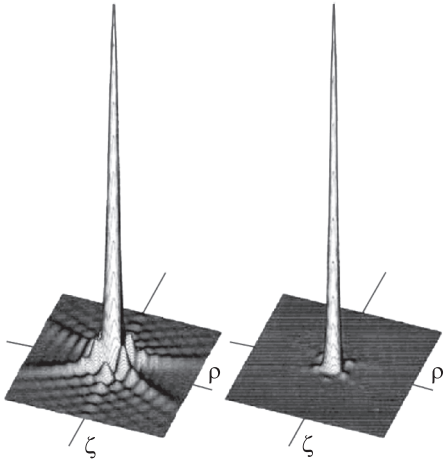
Рис. 1.77. Схема со светоделительной пластинкой упрощает конструкцию микроскопа и процесс юстировки за счет двойного использования объектива (для подсветки и сбора отраженного сигнала)

Качественно понятно, что применение конфокальной схемы должно приводить к увеличению контрастности изображения за счет того, что «паразитный» свет от точек, соседних с анализируемой, перестает попадать в детектор. Однако увеличение контрастности обусловливает необходимость применения достаточно сложных схем сканирования либо образцом, либо световым пучком. Детальное рассмотрение существующих технических решений построения конфокальных микроскопов выходит за рамки данного учебного пособия [43].

Разрешение и контрастность в конфокальном микроскопе. Рассмотрим математически, каким образом и насколько количественно изменяется контрастность при применении конфокальной микроскопии. Во-первых, так как в конфокальном микроскопе свет дважды проходит через объектив, то функция размытия точки (далее обозначаемая PSF) имеет вид

$$p_{\text{conf}}(\zeta, \rho) = p(\zeta, \rho)p(\zeta, \rho). \tag{1.65}$$

Для качественного понимания удобно рассматривать каждую PSF как вероятность того, что фотон либо попадет в точку с координатами (ζ, ρ), либо фотон будет зарегистрирован из точки с координатами (ζ, ρ); тогда конфокальная PSF есть произведение независимых вероятностей. Изображения обычной PSF и конфокальной PSF приведены на рис. 1.78.



а *б*

Рис. 1.78. Конфокальная PSF $p_{\text{conf}}(\zeta, \rho) = p(\zeta, \rho)p(\zeta, \rho)$ (*а*) и обычная PSF $p(\zeta, \rho)$ (*б*)

Если использовать критерий Рэлея для разрешения (провал 26 % от максимума распределения), то получим, что разрешение в конфокальном микроскопе увеличивается, но не существенно. Для конфокального микроскопа

$$r_{\text{conf}} = 0,44\frac{\lambda}{n\sin\theta} = 0,88\frac{\lambda'}{D}F, \tag{1.66}$$

а для обычного микроскопа

$$r_{\text{resel}} = 0,61\frac{\lambda}{n\sin\theta} = 1,22\frac{\lambda'}{D}F, \tag{1.67}$$

где $\lambda' = \dfrac{\lambda}{n}$.

Однако основным достоинством конфокального микроскопа является не увеличение разрешения в смысле критерия Рэлея, а существенное увеличение контрастности. В частности, для обычной PSF в фокальной плоскости отношение амплитуды в первом боковом максимуме к амплитуде в центре составляет 2 %, для случая конфокального микроскопа это отношение будет равно 0,04 %. На рис. 1.79 приведен практический пример, когда это важно. На рис. 1.79, *а* видно, что тусклый объект (интенсивность в 200 раз меньше, чем у яркого) невозможно обнаружить в обычный микроскоп, хотя расстояние между объектами существенно больше того, что предписано критерием Рэлея. В то же самое время в конфокальный микроскоп (рис. 1.79, *б*) данный объект должен хорошо регистрироваться.

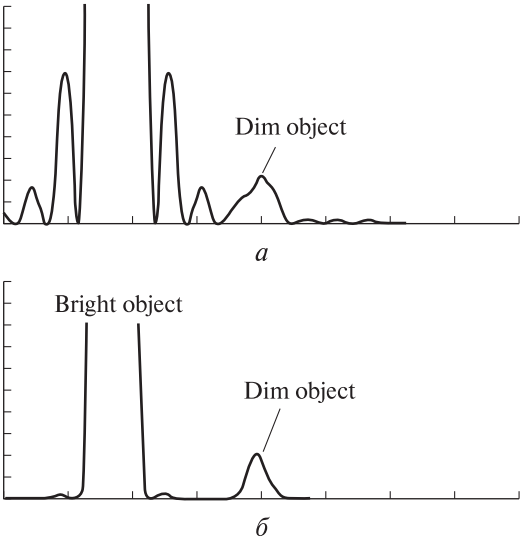


Рис. 1.79. Распределение интенсивности для случая обычного микроскопа (*а*) и конфокального микроскопа (*б*). Максимум интенсивности тусклого объекта в 200 раз меньше, чем интенсивность яркого

Распределение интенсивности вдоль оптической оси для конфокального микроскопа определяется выражением

$$p_{\text{conf}}(\zeta,\ 0) \approx \left(\frac{\sin\left(\frac{\zeta}{4}\right)}{\frac{\zeta}{4}} \right)^4 . \quad (1.68)$$

Тогда, пользуясь критерием Рэлея, получим разрешение вдоль оптической оси:

$$\Delta z_{\text{conf}} = 1{,}5\frac{\lambda}{n\sin^2\theta} = 1{,}5\frac{n\lambda}{NA^2} = 6\lambda'\left(\frac{F}{D}\right)^2 . \quad (1.69)$$

Необходимо отметить, что не следует путать разрешение вдоль оптической оси и глубину фокуса в обычном микроскопе. Обычно глубина фокуса в сотни раз превышает разрешение вдоль оптической оси [43].

Влияние диафрагмы в фокальной плоскости. В приведенном выше описании не учитывали размер диафрагм в фокальной плоскости облучающей и собирающей линз. При анализе предполагали источник точечным и получили функцию размытия точки (PSF) для обычного и конфокального микроскопа. Полученные PSF описывают свойства объективной линзы, а изображение диафрагмы в плоскости объекта определяет, свет из каких областей регистрируется фотодетектором. Очевидно, однако, что уменьшение размера диафрагмы приводит к уменьшению количества проходящего света, увеличивает уровень шума и в конечном итоге может нивелировать все достигнутые преимущества по контрастности. Таким образом, стоит вопрос об оптимальном выборе размера диафрагмы и разумном компромиссе.

Диафрагма с отверстием меньше размера пятна Эйри просто приводит к потере интенсивности и никак не влияет на разрешение. Диафрагма размером в одно пятно Эйри позволяет по максимуму использовать разрешающую способность объективной линзы. Однако размер диафрагмы примерно в 3–5 раз больше пятна Эйри представляется наиболее подходящим компромиссом. Следует понимать, что обсуждаемый здесь размер имеет смысл размера изображения в плоскости объекта, поэтому реальный размер отверстия в диафрагме зависит от увеличения линзы. В частности, при использовании 100-кратной линзы диафрагма с отверстием 1 мм будет спроецирована в плоскость объекта в круг радиусом 10 мкм.

Для того чтобы учесть наличие диафрагмы математически и построить новую функцию распределения интенсивности, следует выполнить свертку:

$$P(\rho, \zeta) = p \otimes S = \int p(\rho - \rho_S, \zeta) S(\rho_S, \Phi_S) \rho_S d\Phi_S d\rho_S, \qquad (1.70)$$

а для конфокального микроскопа уже полученную функцию $P(\rho, \zeta)$ умножать на $p(\rho, \zeta)$. Результирующее распределение интенсивности для случая диафрагмы с размером, равным пяти пятнам Эйри, приведено на рис. 1.80.

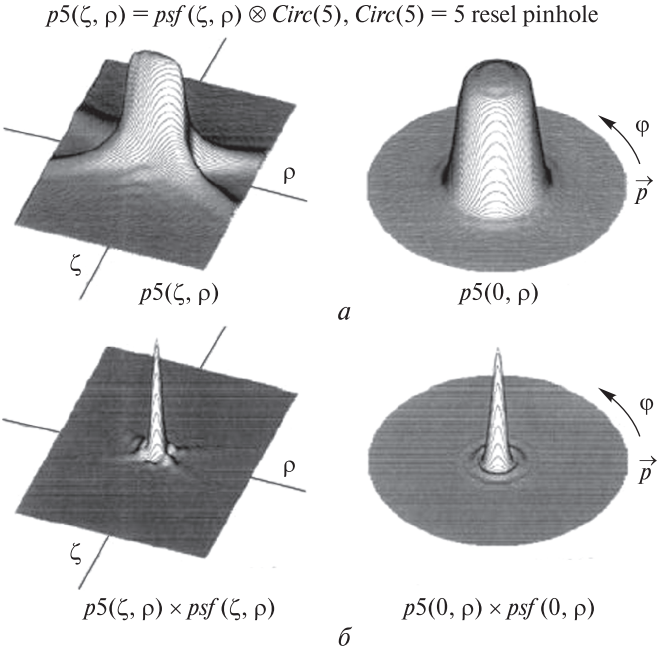


Рис. 1.80. Функции размытия точки для обычного микроскопа с диафрагмой размером, равным пяти пятнам Эйри (*а*), и для конфокального микроскопа (*б*) [43]

Конфокальная микроскопия обеспечивает увеличение контраста изображения за счет применения подсветки сфокусированной объективной линзой в область анализа и размещения диафрагмы в плоскости наблюдения перед фотодетектором. Такое увеличение контрастности обусловливает возможность разрешения объектов, имеющих разницу в интенсивности до 200:1.

В конфокальной микроскопии несколько улучшается разрешение в плоскости объекта (в 1,5 раза) и достигается высокое разрешение вдоль оптической оси.

Однако полученные улучшения приводят к необходимости применения схем сканирования — либо путем перемещения образца, либо путем перестройки оптической системы. Применение сканирования позволяет увеличить поле зрения по сравнению с обычными оптическими микроскопами.

1.10.10. Сканирующая ближнепольная оптическая микроскопия

Традиционные методы получения оптических изображений объектов имеют существенные ограничения, связанные с дифракцией света. Одним из основополагающих законов оптики является существование так называемого дифракционного предела, который устанавливает минимальный размер R объекта, изображение которого может быть построено оптической системой при использовании света с длиной волны λ:

$$R \approx \frac{\lambda}{2n}, \tag{1.71}$$

где n — показатель преломления среды. Для оптического диапазона длин волн предельный размер составляет порядка 200...300 нм.

В **ближнепольной оптической микроскопии** используются другие принципы построения изображения объекта, которые позволяют преодолеть трудности, связанные с дифракцией света, и реализовать пространственное разрешение на уровне 10 нм и лучше. Ближнепольный оптический микроскоп (БОМ) был изобретен Д. Полем (IBM, Цюрих, Швейцария) в 1982 г. сразу вслед за изобретением туннельного микроскопа. В основе работы данного прибора используется явление прохождения света через *субволновые диафрагмы* (отверстия с диаметром намного меньше длины волны падающего излучения) (рис. 1.81).

При прохождении света через субволновое отверстие наблюдается ряд особенностей. Электромагнитное поле в области диафрагмы имеет сложную структуру. Непосредственно за отверстием на расстояниях $Z < 100\,\text{Å}$ располагается так называемая *ближняя зона*, в которой электромагнитное поле существует в основном в виде эванесцентных (не распространяющихся) мод, локализованных вблизи поверхности диафрагмы (рис. 1.82). В области расстояний $Z > 100\,\text{Å}$ располагается *дальняя зона*, в которой наблюдаются лишь излучательные моды. Мощность излучения за субволновой диафрагмой в дальней зоне

$$P_{tr} = \frac{128}{47\pi} k^4 a^6 w_0, \tag{1.72}$$

где k — волновой вектор; w_0 — плотность мощности падающего излучения.

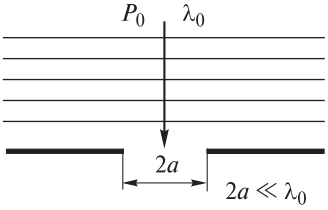


Рис. 1.81. Прохождение света через отверстие в экране с субволновой апертурой [43]

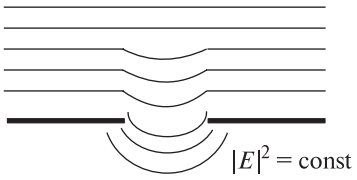


Рис. 1.82. Линии постоянной интенсивности оптического излучения в области субволнового отверстия [43]

Оценки показывают, что для излучения с длиной волны порядка 500 нм и диафрагмы с отверстием ~5 нм мощность излучения в дальней зоне составляет по порядку величин 10^{-10} от мощности падающего излучения. Поэтому кажется, что использование малых отверстий для построения растровых оптических изображений исследуемых образцов практически невозможно. Однако если поместить исследуемый объект непосредственно за отверстием в ближней зоне, то вследствие взаимодействия эванесцентных мод с образцом часть энергии электромагнитного поля переходит в излучательные моды, интенсивность которых может быть зарегистрирована оптическим фотоприемником.

Таким образом, ближнепольное изображение формируется при сканировании исследуемого образца диафрагмой с субволновым отверстием и регистрируется в виде распределения интенсивности оптического излучения в зависимости от положения диафрагмы $I(x, y)$. Контраст на БОМ-изображениях определяется процессами отражения, преломления, поглощения и рассеяния света, которые, в свою очередь, зависят от локальных оптических свойств образца [43].

Ближнепольное изображение формируется при сканировании исследуемого образца диафрагмой с субволновым отверстием и регистрируется в виде распределения интенсивности оптического излучения в зависимости от положения диафрагмы.

Тесты к лекции 1.10

1. ***В каких случаях применяется метод светового поля в проходящем свете?***

а) при изучении прозрачных препаратов с включенными в них абсорбирующими (поглощающими свет) частицами и деталями;

б) при изучении непрозрачных препаратов, хорошо отражающих падающий свет;

в) при изучении светопоглощающих препаратов.

2. ***В каких случаях применяется метод светлого поля в отраженном свете?***

а) при исследовании непрозрачных, отражающих свет объектов;

б) при исследовании прозрачных, не отражающих свет объектов;

в) при исследовании поглощающих свет объектов.

3. ***В чем суть метода поляризационной микроскопии?***

а) это метод наблюдения в поляризованном свете для микроскопического исследования препаратов, включающих оптически анизотропные элементы;

б) это метод, в котором используются поляризационные объективы;

в) это метод, в котором используются поляризационные окуляры.

4. ***Для чего предназначен метод фазового контраста?***

а) для получения изображений прозрачных и бесцветных объектов, невидимых при наблюдении по методу светлого поля;

б) для получения изображений непрозрачных объектов путем их окрашивания фазоконтрастным красителем;

в) для получения изображений объектов с высокой отражающей поверхностью, путем их окрашивания фазоконтрастным красителем.

5. ***В чем суть метода исследования в свете люминесценции?***

а) в наблюдении под микроскопом зелено-оранжевого свечения микрообъектов, которое возникает при их освещении сине-фиолетовым светом или невидимыми глазом УФ-лучами;

б) в наблюдении под микроскопом красного свечения микрообъектов, которое возникает при их освещении ИК-излучением;

в) в наблюдении под микроскопом синего свечения микрообъектов, которое возникает при их облучении рентгеновским излучением.

6. ***В чем главное преимущество метода наблюдения в УФ-лучах?***

а) частицы многих веществ, прозрачных в видимом свете, сильно поглощают УФ-излучение определенных длин волн и, следовательно, легко различимы в УФ-изображениях;

б) позволяет исследовать непрозрачные объекты в проходящих УФ-лучах;

в) позволяет исследовать прозрачные объекты в отраженном свете.

7. ***Чем конфокальный микроскоп отличается от классического оптического микроскопа?***

а) в каждый момент времени регистрируется изображение одной точки объекта, а полноценное изображение строится путем сканирования;

б) позволяет исследовать сразу два объекта;

в) конфокальный микроскоп значительно проще по конструкции.

1.11. ИССЛЕДОВАНИЕ ФУНКЦИОНАЛЬНЫХ СТРУКТУР С ПОМОЩЬЮ СКАНИРУЮЩЕЙ ЗОНДОВОЙ МИКРОСКОПИИ

Цель лекции — изучение принципов сканирующей зондовой микроскопии.

1.11.1. Основные теоретические положения о методах микроскопии

В настоящее время существует ряд способов получения информации о структуре вещества в микрометровом диапазоне размерностей. Среди них сканирующая зондовая и электронная микроскопии, различные виды спектроскопии, рентгеноструктурный анализ, ядерный магнитный резонанс и др. Рассмотрим базовые средства и методы сканирующей зондовой микроскопии (СЗМ).

Сканирующая зондовая микроскопия обладает достаточно широким набором методик для исследования поверхностей. Общим для всех методов является наличие заостренного зонда как инструмента работы с поверхностью образцов. Существуют контактные, полуконтактные и бесконтактные режимы работы, а также различные режимы работы, среди которых туннельный режим, атомно-силовой режим, режим спектроскопии*, метод зонда Кельвина, режимы: электросиловой, магнитносиловой, ближнепольной оптической, конфокальной микроскопии и др. С помощью этих методик можно измерять не только топологию структуры, но и множество специальных свойств, таких как модули упругости, распределение различных веществ по поверхности, параметр шероховатости поверхности, распределение статического заряда, ориентация магнитных доменов и др. (табл. 1.13) [43].

Таблица 1.13

Характеристики основных методов и методик микроскопии

№ п / п	Наименование	Общие характеристики
1. Сканирующая туннельная микроскопия (СТМ)		
1.1	Метод постоянного тока (*Constant Current Mode*)	Измерение рельефа поверхности при сканировании образца проводящим зондом, при этом система обратной связи поддерживает постоянным значение туннельного тока между зондами и поверхностью

* Здесь под спектроскопией понимается измерение зависимости сил от расстояния.

Продолжение табл. 1.13

№ п / п	Наименование	Общие характеристики
1.2	Метод постоянной высоты (*Constant Height Mode*)	Измерение рельефа поверхности при сканировании образца проводящим зондом, при этом система обратной связи поддерживает постоянным значение туннельного тока между зондом и поверхностью, z-координата сканера поддерживается постоянной
1.3	Метод отображения работы выхода	Измерение рельефа поверхности получается путем поточечного измерения логарифмических изменений туннельного тока при изменении расстояния зонд–образец
1.4	Метод $I(z)$-спектроскопии	Измеряет туннельный ток в зависимости от расстояния зонд–образец в каждой точке СТМ-изображения
1.5	Метод $I(V)$-спектроскопии (*Current Imaging Tunneling Spectroscopy*, *CITS*)	Предполагает одновременное получение обычного изображения рельефа при фиксированных значениях тока I_0 и напряжения смещения V_0
	2. Контактная сканирующая атомно-силовая микроскопия (КАСМ)	
2.1	Метод постоянной силы (*Constant Force Mode*)	Измерение рельефа поверхности при сканировании образца зондом, находящимся с ним в непосредственном контакте, при этом система обратной связи поддерживает постоянной силу прижима зонда к поверхности
2.2	Метод постоянной высоты (*Constant Height Mode*)	Измерение рельефа поверхности при сканировании образца зондом, находящимся с ним в непосредственном контакте, при этом система обратной связи разомкнута и z-координата сканера поддерживается постоянной
2.3	Контактный метод рассогласования (*Contact Error Mode*)	Отображение сигнала рассогласования на входе системы обратной связи в процессе реализации метода постоянной силы, обеспечивает подчеркивание малоразмерных деталей рельефа поверхности
2.4	Микроскопия латеральных сил (*Lateral Force Microscopy*)	Отображение распределения локальной силы трения по поверхности образца
2.5	Метод модуляции силы (*Force Modulation Mode*)	Отображение распределения локальной упругости по поверхности образца
2.6	Отображение силы растекания (*Spreading Resistance Imaging*)	Отображение распределения локальной проводимости образца
2.7	Контактная электростатическая силовая микроскопия (ЭСМ) (*Contact EFM*)	Отображение распределения электрического потенциала по поверхности образца, характеризуется повышенным разрешением

Продолжение табл. 1.13

№ п / п	Наименование	Общие характеристики
2.8	Атомно-силовая акустическая микроскопия (АСАМ) (*Atomic-Force Acoustic Microscopy*, *AFAM*)	Отображение распределения локальной упругости по поверхности образца
2.9	АСАМ-резонансная спектроскопия (*AFAM Resonance Spectroscopy*)	Отображение распределения локальной упругости по поверхности образца с возможностью получения количественных данных по распределению приведенного модуля Юнга
3. Прерывисто-контактная сканирующая силовая микроскопия		
3.1	Прерывисто-контактный метод	Измерение рельефа поверхности с использованием колеблющегося с резонансной частотой зонда. В процессе сканирования острие зонда в нижней точке колебаний слегка касается поверхности образца
3.2	Прерывисто-контактный метод рассогласования (*Semicontact Error Mode*)	Отображение сигнала рассогласования на входе системы обратной связи в процессе реализации прерывисто-контактного метода, обеспечивает подчеркивание малоразмерных деталей рельефа поверхности
3.3	Метод отображения фазы (*Phase Imaging Mode*)	Отображение особенностей рельефа, поверхностной адгезии и вязкоупругости, определяющих фазовую задержку колебаний зонда
4. Бесконтактная атомно-силовая микроскопия (*Noncontact AFM*)		
4.1	Бесконтактный метод АСМ (*Noncontact Mode*)	Измерение рельефа поверхности с использованием колеблющегося с резонансной частотой зонда. В процессе сканирования острие зонда не касается поверхности образца, а обратная связь поддерживает постоянную амплитуду колебания зонда
5. Многопроходные методики (*Many-pass Techniques*)		
5.1	Статическая магнитно-силовая микроскопия (СМСМ) (*DC Magnetic Force Microscopy*, *DC MFM*)	Отображает распределение магнитной структуры поверхности, связанной с локальными различиями распределения первой производной магнитного поля
5.2	Динамическая магнитно-силовая микроскопия (ДМСМ) (*AC Magnetic Force Microscopy*, *AC MFM*)	Отображение распределения магнитной структуры поверхности, связанной с локальными различиями распределения второй производной магнитного поля

Окончание табл. 1.13

№ п / п	Наименование	Общие характеристики
5.3	Электростатическая силовая микроскопия (ЭСМ) (*Electrostatic Force Microscopy*, *EFM*)	Отображает распределение электрического потенциала по поверхности образца
5.4	Метод зонда Кельвина (*Kelvin Probe Microscopy*)	Измерение распределения электрического потенциала по поверхности образца
5.5	Сканирующая емкостная микроскопия (СЭМ) (*Scanning Capacitance Microscopy*, *SCM*)	Отображение распределения локальной поверхностной электрической емкости в системе проводящий образец – проводящее острие
6. Ближнепольная оптическая микроскопия (БОМ)		
6.1	Ближнепольная оптическая микроскопия (БОМ)	В качестве зонда используют диафрагму с отверстием несколько нанометров. В соответствии с законами оптики видимый свет проникает в такое маленькое отверстие на расстояние, сопоставимое с его размерами. Если в пределах этого расстояния, в так называемом ближнем поле, поместить образец, то рассеиваемый им свет будет регистрироваться. Перемещая диафрагму в непосредственной близости от образца, получим растровое изображение поверхности

Представленные в сводной таблице методы являются базой для реализации на их основе различных спектроскопических и литографических операций. Рассмотрим на возможностях отдельных СЗМ совокупности методик и оборудования для исследования и модификации поверхности твердотельных объектов на размерном уровне более подробно.

Основными методами СТМ являются методы постоянного тока и постоянной высоты для получения данных о рельефе, дополняемые методиками спектроскопических измерений для получения распределений «работы выхода» (высоты барьера) и «локальной плотности состояний» (ЛПС), $I(z)$- и $I(V)$-кривые отображают химические и электронные свойства поверхности.

СТМ-метод постоянного тока (МПТ) предполагает поддержание в процессе сканирования постоянного значения туннельного тока I с помощью системы обратной связи. При этом вертикальное смещение сканера z (сигнал обратной связи) отражает рельеф поверхности (рис. 1.83). Скорость сканирования в МПТ ограничивается использованием системы обратной связи. Большие скорости сканирования могут быть достигнуты при использовании метода постоянной высоты (МПВ), однако МПТ позволяет исследовать образцы с развитым рельефом.

При использовании **СТМ-метода постоянной высоты** сканер СТМ перемещает зонд только в плоскости так, что изменения тока между острием зонда и поверхностью образца отражают рельеф поверхности (рис. 1.84).

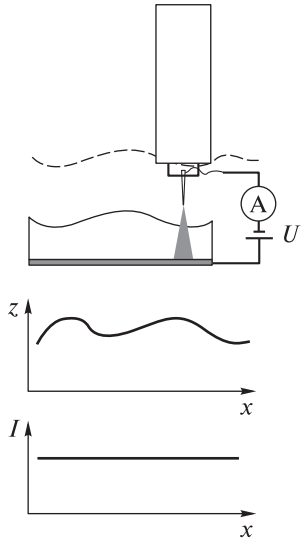


Рис. 1.83. Обобщенная схема МПТ

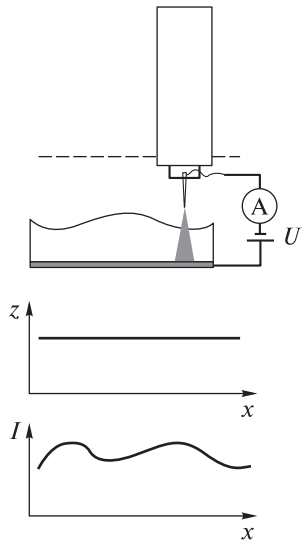


Рис. 1.84. Обобщенная схема МПВ

Поскольку при этом нет необходимости отслеживать зондом расстояние до поверхности образца, скорости сканирования могут быть более высокими. Таким образом, МПВ может быть применен к образцам с очень ровной поверхностью, поскольку неоднородности поверхности выше 5...10 Å будут приводить к разрушению кончика зонда.

СТМ-отображение работы выхода получается путем поточечного измерения логарифмических изменений туннельного тока при изменении расстояния зонд–образец, т. е. наклона кривой зависимости $\log I$ от z (рис. 1.85). При проведении измерений локальной высоты барьера расстояние зонд — образец варьируется синусоидально, например, путем приложения дополнительного переменного напряжения к сигналу обратной связи, подаваемому на z-секцию пьезосканера. Частоту модуляции выбирают намного больше полосы пропускания системы обратной связи СТМ.

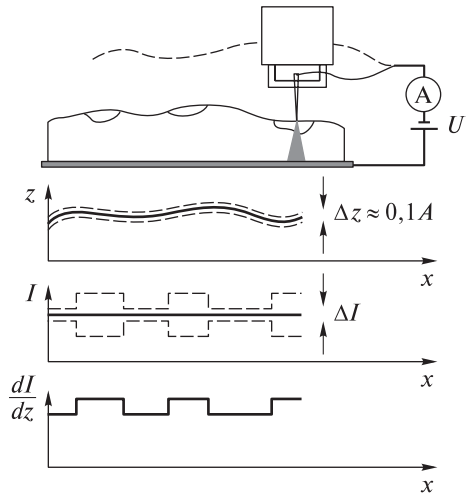


Рис. 1.85. Схема СТМ-отображения работы выхода

СТМ-отображение плотности состояний (рис. 1.86) основывается на том, что измеряемый в СТМ ток определяется процессами туннелирования через зазор зонд–поверхность образца. Его значение зависит не только от высоты барьера, но также и от плотности

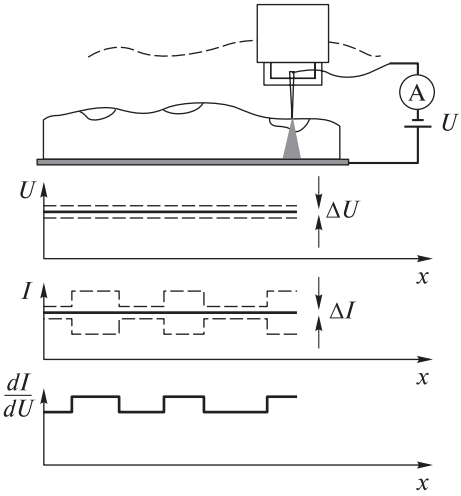


Рис. 1.86. Схема СТМ-отображения плотности состояний

электронных состояний. Соответственно, получаемые в СТМ изображения являются не просто изображениями рельефа поверхности образца, на эти изображения может сильно влиять распределение плотности электронных состояний по поверхности образца. Определение локальной плотности состояний (ЛПС) может также помочь в различении химической природы поверхностных атомов. Метод основывается на измерении распределения ЛПС и проводится одновременно с получением СТМ-изображения. В процессе сканирования напряжение смещения модулируется на величину dU. Частоту модуляции выбирают намного больше полосы пропускания системы обратной связи СТМ. Результирующую модуляцию туннельного тока dI измеряют, делят на dU, и результат представляется в качестве ЛПС-изображения.

Характерные значения туннельных токов при СТМ, регистрируемых в процессе измерений, являются достаточно малыми — вплоть до 0,03 нА (а со специальными измерительными СТМ-головками — до 0,01 нА), что позволяет также исследовать плохо проводящие поверхности, в частности биологические объекты. Среди недостатков СТМ можно отметить сложность интерпретации результатов измерений некоторых поверхностей, поскольку СТМ-изображение определяется не только рельефом поверхности, но также и плотностью состояний, значением и знаком напряжения смещения, значением тока. Например, на поверхности высокоориентированного пиролитического графита (ВОПГ) можно видеть обычно только каждый второй атом. Это связано со спецификой распределения плотности состояний (рис. 1.87).

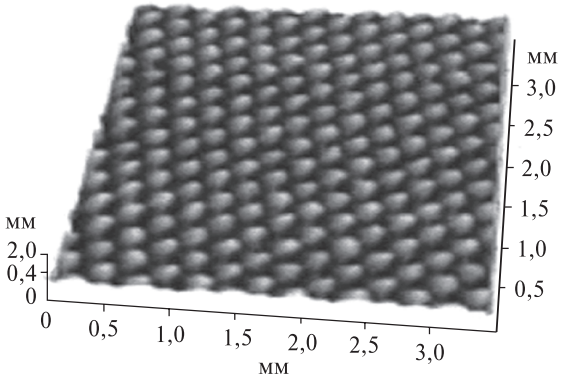


Рис. 1.87. Атомарное разрешение на ВОПГ

При этом СТМ способен формировать изображения отдельных атомов на поверхностях металлов, полупроводников и других проводящих образцов путем сканирования образца остроконечной иглой на высоте порядка нескольких атомных диаметров, так что между острием и образцом протекает туннельный ток.

Преимуществами метода являются возможность получения сверхвысоких (атомарных) разрешений, недостатками — возможность работы только с проводящими образцами, высокие требования к чистоте поверхности.

Спектроскопические измерения локальной высоты барьера (ЛВБ-спектроскопия) позволяют получать информацию о пространственном распределении микроскопической работы выхода поверхности. Туннельный ток I_t в СТМ экспоненциально затухает с расстоянием z зонд–образец: $I_t \sim e^{(-2kz)}$, где константа затухания $k = \sqrt{\frac{(2mU)}{h}}$.

При отображении ЛВБ измеряется чувствительность туннельного тока к вариациям расстояния зонд–образец в каждом пикселе СТМ-изображения. Получаемая по этому методу ЛВБ является так называемой видимой высотой барьера U и определяется выражением

$$U = 0{,}95\left(\frac{1}{I_t}\right)^2\left(\frac{dI_t}{dz}\right)^2.$$

Эта величина обычно сравнивается со средней работой выхода

$$U_{av} = \frac{(U_p + U_s)}{2},$$

где U_p, U_s — работа выхода материала зонда и образца соответственно. Во многих случаях экспериментальная величина U не равна точно U_{av}, но меньше ее. Тем не менее известно, что U близка к локальному поверхностному потенциалу (локальной работе выхода) и является его хорошей мерой.

СТМ-$I(z)$-спектроскопия (рис. 1.88) позволяет измерять туннельный ток в зависимости от расстояния z зонд–образец в каждой точке СТМ-изображения. Для $U_{av} = 1$ эВ имеем $2k = 1{,}025\ A$. Зависимость $I(z)$ позволяет определить качество острия зонда. Установлено эмпирически, если туннельный ток I_t снижается в 2 раза при $z < 3\ A$, то острие рассматривается как очень хорошее; если $z < 10\ A$, то использование острия возможно для получения атомарного разрешения на ВОПГ. Если же ток снижается в 2 раза при $z > 20\ A$, то этот зонд может использоваться и подлежит замене.

СТМ-$I(U)$-спектроскопия (*Current Imaging Tunneling Spectroscopy*, *CITS*) предполагает одновременное получение обычного изображения рельефа при фиксированных значениях тока I_0 и напряжения смещения U_0 (рис. 1.89). В каждой точке изображения обратная связь разрывается, и напряжение смещения проходит ряд значений U_i, при этом записываются соответствующие значения тока I_i. Затем напряжение возвращается к значению U_0, и обратная связь включается снова.

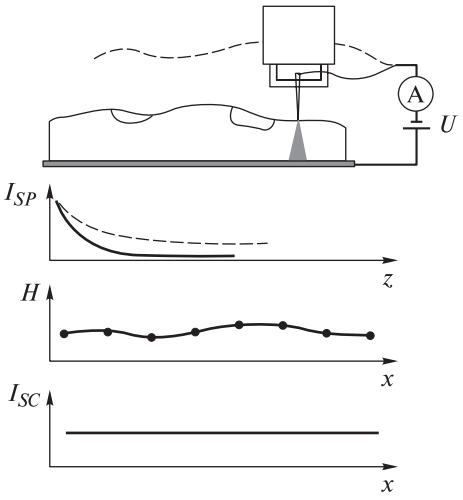


Рис. 1.88. Схема СТМ-$I(z)$-спектроскопии [43]

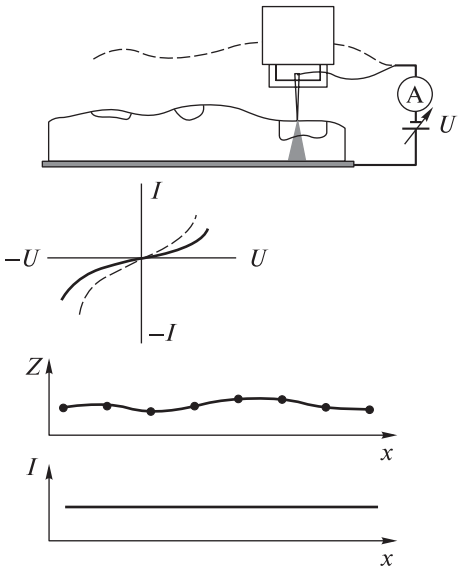


Рис. 1.89. Схема СТМ-$I(U)$-спектроскопии [43]

Каждая I–U-кривая может быть получена за несколько миллисекунд, поэтому дрейф положения зонда не оказывает существенного влияния. Эта процедура генерирует полное токовое изображение $I_i\,(x, y)$ для каждого значения напряжения U_i в дополнение к изображению рельефа $z(x, y)\,|\,U_0\,I_0$. CITS-значения могут быть использованы для расчета токового разностного изображения $dI[U_i, U_j](x, y)$, где U_i, U_j ограничивают частные поверхностные состояния, производя реальное пространственное отображение поверхностных состояний с атомарным разрешением. Эта методика может быть использована, например, в сверхвысоком вакууме для отображения заполненных состояний атомов или ненасыщенных связей для реконструкций кремния.

АСМ — атомная силовая микроскопия. В реальных условиях (в условиях окружающей атмосферы) в воздухе практически всегда присутствует некоторая влажность, а на поверхностях образца и иглы — слои адсорбированной воды. Когда кантилевер достигает поверхности образца, возникают капиллярные силы, которые удерживают иглу кантилевера в контакте с поверхностью и увеличивают минимально достижимую силу взаимодействия. Электростатическое взаимодействие между зондом и образцом проявляется довольно часто. Оно может быть как притягивающим, так и отталкивающим. Ван-дер-ваальсовы силы притяжения, капиллярные, электростатические и силы отталкивания в точке, где зонд касается образца, в равновесии уравновешиваются силой, действующей на кончик зонда со стороны изогнутого кантилевера. Недостатки туннельного режима были преодолены с изобретением *атомно-силового микроскопа*.

При взаимодействии с поверхностью образца макроскопическая гибкая консоль (кантилевер) с острой иглой под действием атомных сил может быть изогнута на достаточно большую величину, чтобы быть измеренной с помощью обычных средств. При работе в контактном методе изгиб кантилевера отражает отталкивающую силу и используется непосредственно, в системе обратной связи или в их комбинации для отображения рельефа поверхности.

Наряду с отображением рельефа в процессе сканирования могут отображаться и другие характеристики исследуемого образца. Если кантилевер с зондом являются проводящими, появляется возможность отображения сопротивления растекания образца. Если сканирование проводится в направлении, перпендикулярном продольной оси кантилевера (в латеральном направлении), силы трения вызывают его скручивание. Измеряя это скручивание с помощью четырехсекционного фотодетектора, можно одновременно с отображением рельефа отображать также и распределение сил трения по поверхности образца.

Сила отталкивания F, действующая на зонд, связана с отклонением кантилевера x по закону Гука: $F = -kx$, где k — жесткость кантилевера (рис. 1.90). Значение жесткости для различных кантилеверов варьируется от 0,01 до нескольких Н/м. Основным достоинством метода постоянной высоты является высокая скорость сканирования. Она ограничивается практически только резонансными свойствами кантилевера.

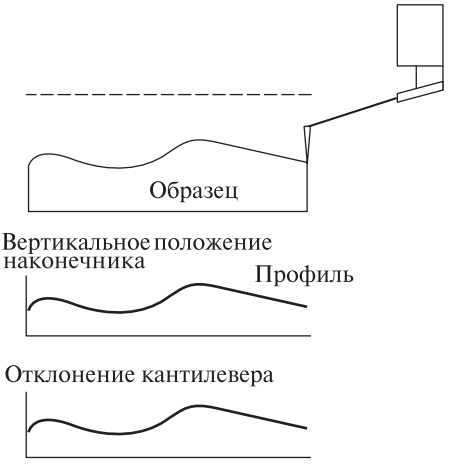


Рис. 1.90. Схема АСМ-метода постоянной высоты [43]

К недостаткам метода постоянной высоты относится требование достаточной гладкости поверхности образцов. При исследованиях достаточно мягких образцов (подобных полимерам, биологическим объектам, ЛБ-пленкам и т. д.) они могут разрушаться (процарапываться), поскольку зонд находится в непосредственном механическом контакте с поверхностью. При сканировании относительно мягких образцов с развитой поверхностью сила давления зонда на поверхность варьируется, одновременно неравномерно прогибается и поверхность образца. В результате полученный рельеф поверхности может быть искажен. Возможное наличие существенных капиллярных сил, обусловленных наличием слоя воды, также приводит к ухудшению разрешения.

При использовании **АСМ-метода постоянной силы** (рис. 1.91) значение изгиба кантилевера поддерживается в процессе сканирования постоянным с помощью системы обратной связи. Таким образом, вертикальные смещения сканера отражают рельеф поверхности исследуемого образца.

Основным достоинством метода постоянной силы является возможность наряду с измерениями рельефа поверхности проводить измерения и других характеристик: сил трения, сопротивления растекания и др.

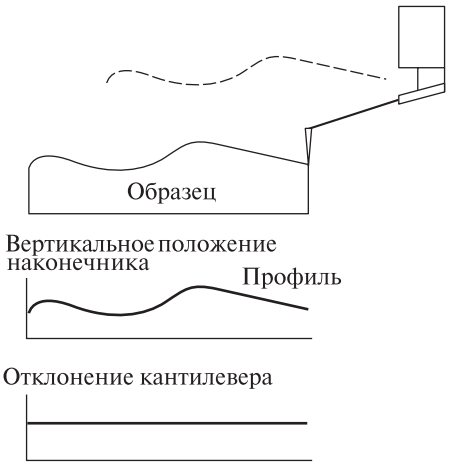


Рис. 1.91. Схема АСМ-метода постоянной силы [43]

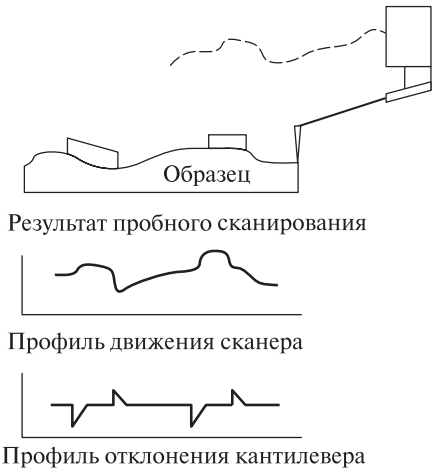


Рис. 1.92. Схема АСМ-контактного метода рассогласования [43]

АСМ-контактный метод рассогласования (рис. 1.92) можно рассматривать как промежуточный между методом постоянной силы и методом постоянной высоты, если коэффициент усиления системы обратной связи (т. е. скорость отработки сигнала рассогласования) устанавливается таким, чтобы система была способна отрабатывать относительно гладкие особенности рельефа и в то же время быть достаточно медленной, чтобы отрабатывать крутые ступеньки. В результате сигнал рассогласования будет плохо отображать особенности гладкого рельефа и с высоким контрастом — резкую шероховатость. Такой способ отображения может быть полезным для поиска небольших неоднородностей на большом относительно гладком фоне.

АСМ-метод латеральных сил (рис. 1.93) позволяет различать области с различными коэффициентами трения, а также подчеркивать особенности рельефа поверхности. Эти возможности могут быть использованы одновременно с получением рельефа поверхности для более полной характеризации исследуемого образца. При сканировании гладкой поверхности с участками с различными коэффициентами трения угол скручивания изменяется на каждом участке. Это позволяет проводить измерения локальной силы трения. Если же поверхность не гладкая, то такая интерпретация затруднена. Для того чтобы различить участки с различными коэффициентами трения и неоднородности рельефа, необходимо использовать второй проход в противоположном направлении. Кроме того, измерения латеральных сил позволяют относительно просто достигать атомарного разрешения на слюде и на других слоистых материалах. Метод латеральных сил имеет важное значение при исследованиях полупроводников, полимеров, пленочных покрытий, запоминающих сред, при изучениях поверхностных загрязнений, химических особенностей и фрикционных характеристик, а также находит постоянно

растущий ряд новых применений. Физические основы метода латеральных сил заключаются в следующем. При сканировании по методу постоянной силы перпендикулярно продольной оси кантилевера помимо изгиба кантилевера в нормальном направлении происходит также и его торсионный изгиб. Он обусловлен моментом силы, действующей на зонд. Для малых отклонений угол закручивания пропорционален поперечной (латеральной) силе. Торсионное закручивание кантилевера измеряется оптической следящей системой микроскопа.



Рис. 1.93. Схема АСМ-метода латеральных сил [43]

АСМ-отображение сопротивления растекания (рис. 1.94) возможно при использовании проводящего зонда АСМ, находящегося в контакте с поверхностью образца. К зонду прикладывается напряжение смещение и проводятся измерения результирующего тока через образец в зависимости от положения зонда одновременно с получением данных о рельефе по методу постоянной силы. При постоянном контактном сопротивлении зонд–поверхность при заданном смещении значение тока пропорционально локальному сопротивлению исследуемого образца. Отображение сопротивления растекания может быть также использовано и при анализе сложных структур, таких как ИС.

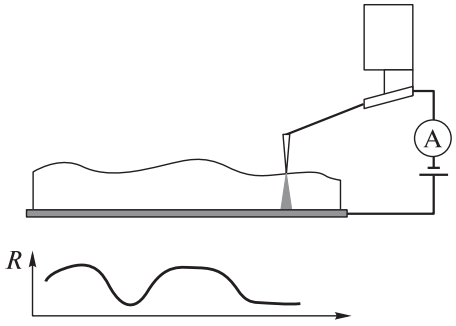


Рис. 1.94. Схема АСМ-отображения сопротивления растекания [43]

АСМ-контактная емкостная микроскопия. В процессе проведения контактной емкостной микроскопии (КЕМ) определяется изменение реакции зонда над поверхностью образца при приложении различных напряжений (рис. 1.95). В результате строится относительная характеристика изменения поверхностной электрической емкости. Данный метод позволяет определять зоны с различной электрической емкостью, такие как зоны различной степени легирования в полупроводнике.

АСМ-метод модуляции силы (рис. 1.96). В процессе реализации метода модуляции силы одновременно со сканированием образца в соответствии с методом постоянной силы сканер (или образец) совершает вертикальные периодические колебания. При периодическом движении кантилевер «чувствует»

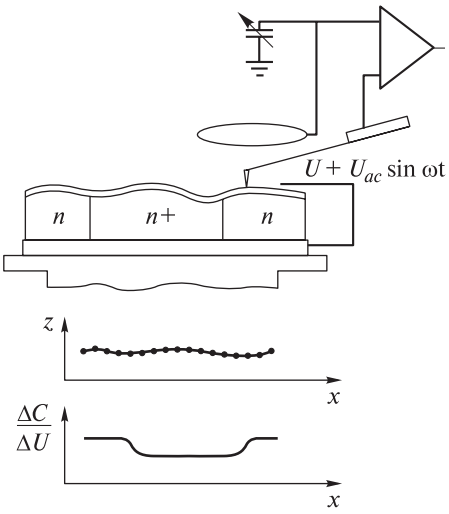


Рис. 1.95. Схема АСМ-контактной емкостной микроскопии [43]



Рис. 1.96. Схема АСМ-метода модуляции силы [43]

поверхность образца. При этом давление зонда на поверхность образца не остается постоянным, но содержит периодическую (обычно синусоидальную) компоненту. В соответствии с локальной жесткостью образца величина соответствующих вмятин будет изменяться в процессе сканирования. На жестких участках поверхности образца вмятины будут мельче, а на мягких участках — глубже. Отслеживание рельефа поверхности образца проводится с использованием усредненного изгиба кантилевера в системе обратной связи. Если известны значения вертикального смещения сканера D_z, вертикального смещения зонда D и жесткость кантилевера K_c, то можно определить локальную жесткость исследуемого образца K_s:

$$K_s = K_c \left(\frac{D_z}{D} - 1 \right).$$

В свою очередь, при известной локальной жесткости можно определить модуль упругости образца. Это может быть сделано с использованием калибровочных измерений или модели Герца. Метод модуляции силы широко применяется при исследованиях полимеров, полупроводников, биообъектов, особенно при исследованиях композиционных материалов.

АСМ-полуконтактные методы (рис. 1.97) основаны на использовании колеблющегося кантилевера в сканирующей силовой микроскопии. Впервые метод был предложен Биннигом. Он показал влияние градиентов сил на сдвиг резонансной частоты кантилевера и возможность бесконтактного сканирования поверхности образца. Была найдена возможность сканирования поверхности образца не только в притягивающих, но и в отталкивающих силах. Относительно слабый сдвиг частоты колебаний под влиянием отталкивающих

сил означает, что контакт зонда с поверхностью образца в процессе колебаний не является постоянным. Только в течение короткой части периода колебаний зонд «ощущает» контактные отталкивающие силы. Особенно это касается колебаний с большой амплитудой. Сканирование поверхности образца с колеблющимся таким образом кантилевером является не бесконтактным, а скорее прерывисто-контактным. Соответствующий метод сканирующей силовой микроскопии (прерывисто-контактный или полуконтактный метод) довольно часто используется на практике.

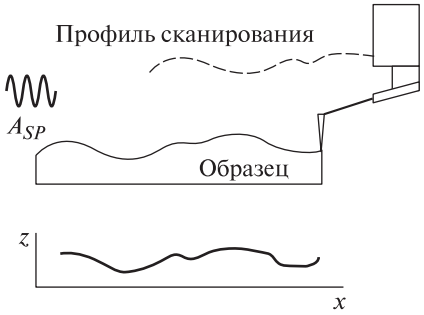


Рис. 1.97. Схема АСМ-полуконтактного метода [43]

Полуконтактный метод обладает определенными преимуществами по сравнению с контактными методами. Прежде всего при использовании этого метода давление кантилевера на поверхность образца существенно меньше, что позволяет работать с более мягкими и легко разрушающимися материалами, такими как полимеры и биоматериалы. Полуконтактный метод также более чувствителен к различным взаимодействиям с поверхностью, что дает возможность получить ряд характеристик поверхности — распределения вязкости и упругости, электрических и магнитных доменов.

АСМ-метод отображения фазы (рис. 1.98). Когда в процессе колебаний кончик зонда касается поверхности образца, он испытывает не только отталкивающие, но и адгезионные, капиллярные силы и др. В результате взаимодействия зонда с поверхностью образца происходит сдвиг фазы колебаний. Если поверхность образца является неоднородной по своим свойствам, соответствующим будет и фазовый сдвиг. Распределение фазового сдвига по поверхности отражает распределение характеристик материала образца, позволяет получать информацию в широкой области применений: для исследований биологических объектов, образцов с магнитными и электрическими характеристиками и др.

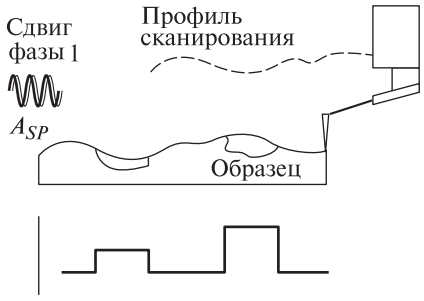


Рис. 1.98. Схема АСМ-метода отображения фазы [43]

Широко используемый **прерывисто-контактный (полуконтактный)** метод имеет определенные недостатки, связанные с использованием системы обратной связи. Скорость сканирования в полуконтактном методе ограничивается временем срабатывания обратной связи. Однако в результате правильного подбора коэффициента усиления обратной связи этот недостаток может быть устранен. Также возможна настройка для оптимального отображения пологих и незначительных изменений рельефа (рис. 1.99).

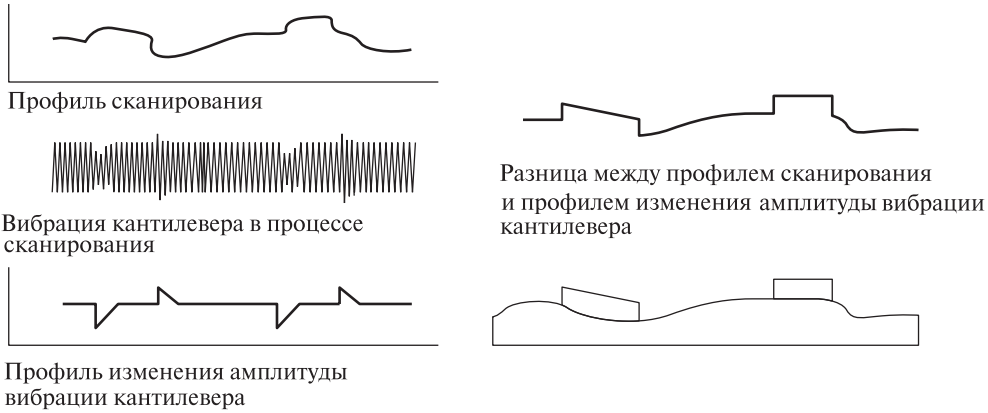


Рис. 1.99. Схема АСМ-полуконтактного метода рассогласования [43]

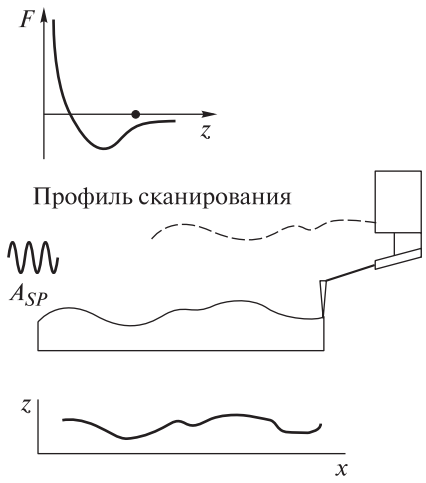


Рис. 1.100. Схема АСМ-бесконтактного метода [42]

АСМ-бесконтактные методы (рис. 1.100). Бесконтактная ССМ (БК ССМ), предложенная в 1987 г., обладает уникальными возможностями по сравнению с другими методами зондовой микроскопии, такими как контактная ССМ и СТМ. Отсутствие сил отталкивания в БК ССМ позволяет использовать при исследовании «мягких образцов», при этом в БК ССМ, в отличие от СТМ, не требуется наличия проводящих образцов. Метод БК ССМ основан на принципе определения «модуляции амплитуды». Соответствующая измерительная схема использует изменения амплитуды A колебаний кантилевера, обусловленные взаимодействием зонда с образцом. Работа по методу БК ССМ может быть описана в терминах градиентно-силовой модели (рис. 1.100, верхний), показывающий изменение силы взаимодействия между зондом и образцом в зависимости от расстояния между ними. В соответствии с этой моделью в пределе малых A при приближении кантилевера к образцу его резонансная частота f_0 сдвигается на величину df к своему новому значению в соответствии с выражением

$$f_{\text{eff}} = f_0 \left(1 - \frac{F'(z)}{k_0}\right)^{\frac{1}{2}},$$

где f_{eff} — новое значение резонансной частоты кантилевера с номинальной жесткостью k_0; $F'(z)$ — градиент силы взаимодействия кантилевера с образцом.

Величина z — эффективный зазор зонд–образец, для случая сил притяжения между зондом и образцом $df = f_{\text{eff}} - f_0$ отрицательная величина.

Если возбуждающая частота колебаний кантилевера $f_{\text{set}} > f_0$, то сдвиг резонансной частоты в сторону меньших значений приводит к уменьшению амплитуды колебаний кантилевера с частотой f_{set} при приближении к образцу. Эти изменения амплитуды A используются в качестве входного сигнала в системе обратной связи. Для получения сканированного изображения по методу БК ССМ необходимо прежде всего выбрать некую амплитуду A_{set} в качестве уставки, при этом $A_{\text{set}} < A(f_{\text{set}})$, когда кантилевер находится вдали от поверхности образца. Система обратной связи подводит кантилевер поближе к поверхности, пока его мгновенная амплитуда A не станет равной амплитуде A_{set} при заданной частоте возбуждения колебаний f_{set}. С этой точки, может начаться сканирование образца в x–y-плоскости с удержанием системой обратной связи $A = A_{\text{set}} = \text{const}$ для получения БК ССМ-изображения. Система обратной связи подводит кантилевер ближе к образцу (в среднем), если A_{set} уменьшается в какой-либо точке, и отодвигает кантилевер от образца (в среднем), если A_{set} увеличивается. В целом как следствие вышеизложенной модели в пределе малых A сканированное изображение может рассматриваться как рельеф постоянного градиента силы взаимодействия системы зонд–образец. Преимущество метода БК ССМ заключается в том, что зонд не контактирует с образцом и поэтому не разрушает его и не искажает его изображения. В частности, это может быть важным при исследовании биологических образцов.

Электростатическая силовая микроскопия (ЭСМ) используется в нескольких вариантах, в зависимости от типа исследуемого образца и вида необходимой информации.

Наиболее распространеной является бесконтактная ЭСМ, основанная на двухпроходной методике. На втором проходе кантилевер приводится в колебательное состояние на резонансной частоте, при этом он заземлен или находится под действием постоянного смещения потенциала U. Емкостная сила взаимодействия системы зонд–образец (точнее ее производная) приводит к сдвигу резонансной частоты. Соответственно амплитуда колебаний кантилевера уменьшается и фаза его колебаний сдвигается. При этом и амплитуда и фаза колебаний могут быть измерены и использованы для отображения распределения электрического потенциала по поверхности образца.

Отображение отклонений амплитуды или фазы определяются емкостной зонд–образец силовой производной, т. е. второй производной емкости системы зонд–образец. В результате бесконтактная ЭСМ приводит к более высокому разрешению, поскольку отношение паразитной емкости конуса зонда и плоской части кантилевера к полезной емкости системы кончик зонда–образец минимизируется.

Магнитно-силовая микроскопия (МСМ) может быть статической и динамической. Статическая магнитно-силовая микроскопия (СМСМ) является эффективным средством исследований магнитных структур на субмикронном уровне. Получаемые с помощью МСМ изображения являются прост-

ранственным распределением некоторого параметра, характеризующего магнитное взаимодействие системы зонд–образец, например, силу взаимодействия, амплитуду колебаний магнитного зонда и т. д. Магнитно-силовая микроскопия позволяет проводить исследования магнитных доменных структур с высоким пространственным разрешением, записи и считывания информации в магнитной среде, процессов перемагничивания и т. д. Например, можно четко увидеть доменную структуру поверхности магнитного диска, полученную с применением МСМ.

В СМСМ на втором проходе регистрируется отклонение неколеблющегося кантилевера. Это отклонение обусловлено магнитным взаимодействием зонда с образцом (подобно взаимодействию, регистрируемому в контактном методе). Величина магнитной силы, действующей на зонд, может быть определена путем умножения отклонения кантилевера на значение его жесткости. Вследствие малой величины магнитного зонда его можно рассматривать как точечный магнитный диполь.

В динамической МСМ (ДМСМ) на втором проходе для детектирования магнитного поля используется колеблющийся с резонансной частотой кантилевер (как в бесконтактном или прерывисто-контактном методах). При этом детектируется производная магнитной силы.

Метод зонда Кельвина был предложен для измерения контактной разности потенциалов между зондом и образцом. Применяемый в настоящее время метод зонда Кельвина основан на двухпроходной методике. В первом проходе определяется рельеф поверхности образца с использованием прерывисто-контактного метода (колебания кантилевера возбуждаются механически). На втором проходе этот рельеф отслеживается при прохождении над образцом на некоторой высоте для определения поверхностного электрического потенциала $\Phi(x)$. В течение этого второго прохода колебания кантилевера возбуждаются не механически, а электрически путем приложения к зонду напряжения смещения, содержащего статическую и динамическую компоненты. В результате распределение $U_{dc}(x)$ будет отражать распределение поверхностного потенциала по поверхности образца. Если на зонд не подается постоянное смещение, то это распределение представляет распределение контактной разности потенциалов.

Режим спектроскопии может быть использован не только в качестве инструмента для получения рельефа поверхности, но также и для картирования ряда других характеристик и материальных свойств образца, в частности, зарядовой плотности, адгезии и упругости, а также сил разрыва связей системы лиганд–рецептор. Режим спектроскопии применяется также в качестве инструмента силовой спектроскопии — для измерений зависимости сил от расстояния. Для колеблющегося кантилевера сила взаимодействия системы зонд–поверхность может оказывать влияние также и на некоторые другие характеристики: амплитуду, частоту, фазу, добротность и т. д. Соответствующие зависимости этих характеристик от расстояния можно также рассматривать как спектроскопические данные.

Ближнепольная оптическая микроскопия (СБОМ). Разрешение классических оптических микроскопов ограничивается дифракционным пределом на уровне примерно половины длины волны. (Дифракционный предел — минимально возможный размер светового пятна электромагнитного излучения (света) заданной длины волны λ в среде с показателем преломления n: $d\frac{\lambda}{2n_{\min}}$ был открыт в 1873 г. Э. Аббе.) Однако этот предел может быть преодолен. Изображение со сверхвысоким разрешением может быть получено путем регистрации излучения, проходящего через отверстие с размерами менее длины волны при сканировании объекта. Сканирующая ближнепольная микроскопия, основанная на этом принципе, продемонстрировала возможность применения микроволнового излучения 1/60 длины волны. В световой области длин волн этот принцип (оптической стетоскопии, ближнепольная оптическая микроскопия, СБОМ) использовали с применением оптического волокна для отображения ряда образцов с различными механизмами получения оптического контраста.

Для того чтобы такая система была практичной и могла быть использована для образцов с самым различным рельефом, необходим механизм, обеспечивающий автоматизированный подвод малоразмерной диафрагмы к исследуемой поверхности на заданное расстояние и поддерживающий это расстояние постоянным в процессе сканирования. Был предложен ряд таких механизмов для СБОМ и соответствующих методик, основанных на использовании затухающих волн, включая туннелирование электронов, фотонное туннелирование, измерения емкости, ближнепольное отражение и пр.

В настоящее время наиболее применим метод поддержания расстояния зонд–образец, основанный на измерении поперечно-силового взаимодействия ближнепольного зонда и образца. Использование данной системы измерений позволяет проводить определение рельефа поверхности образца. Она же наряду с поперечно-силовой микроскопией позволяет осуществлять ближнепольные измерения с помощью метода пропускания — для прозрачных образцов, метода отражения — для непрозрачных образцов и люминесцентного метода — для дополнительной характеризации образцов.

Таким образом, сканирующая зондовая микроскопия является одним из наиболее эффективных и информативных средств изучения поверхностей структур, особенно учитывая имеющееся разнообразие подходов и методик, что будет практически исследовано студентами при выполнении заданий данного лабораторного практикума.

1.11.2. Краткие характеристики оборудования для сканирующей микроскопии

При изучении курсов в области технологии и основ электроники немаловажное значение имеет решение прикладных задач в рамках упражнений и лабораторных практикумов. Выполнение конкретных исследований, практических упражнений и лабораторных работ способствует более глубокому усвоению основных теоретических положений. В процессе выполнения

практических упражнений создаются определенные условия для получения студентами необходимых навыков в пользовании специализированными измерительными приборами, накапливается определенный опыт экспериментирования и развивается критический подход к результатам проведенного эксперимента, формируются навыки по его анализу и интерпретации. Данный практикум составлен применительно к специализированным учебным лабораторным комплексам Nano Educator (фирмы NT-MDT), однако он может быть использован и при наличии профессионального СЗМ-оборудования.

В настоящее время СЗМ используется как в фундаментальных научных исследованиях, так и в прикладных высокотехнологичных разработках. Многие научно-исследовательские институты страны оснащаются аппаратурой для зондовой микроскопии. В связи с этим постоянно растет спрос на высококлассных специалистов. Для его удовлетворения фирмой НТ-МДТ (г. Зеленоград, Россия) разработана и создана специализированная учебно-научная лаборатория сканирующей зондовой микроскопии Nano Educator.

Сканирующая зондовая микроскопия Nano Educator специально разработана для проведения лабораторных работ студентов (рис. 1.101, 1.102, 1.103, 1.104). Линейка приборов СЗМ Nano Educator ориентирована на студенческую аудиторию: они полностью управляются с помощью компьютера, имеют простой и наглядный интерфейс, анимационную поддержку, предполагают поэтапное освоение методик, отсутствие сложных настроек и недорогие расходные материалы. В система обратной связяи (ОС) зондового микроскопа (см. рис. 1.101) формируется разностный сигнал, пропорциональный $\Delta P = P - P_0$, где P — реальная сила взаимодействия ИЭ с образцом; P_0 — усилие ИЭ, задаваемое оператором. Этот сигнал усиливается до необходимого значения и подается на исполнительный элемент ИЭ. Задача системы ОС — поддерживать значение P постоянным.

Принцип работы туннельной микроскопии заключается в следующем (см. рис. 1.102): при сближении зонда и поверхности объекта на расстояние $L = 0{,}5$ нм (когда волновые функции электронов ближайших друг к другу атомов зонда и объекта перекроются) и приложении разности потенциалов

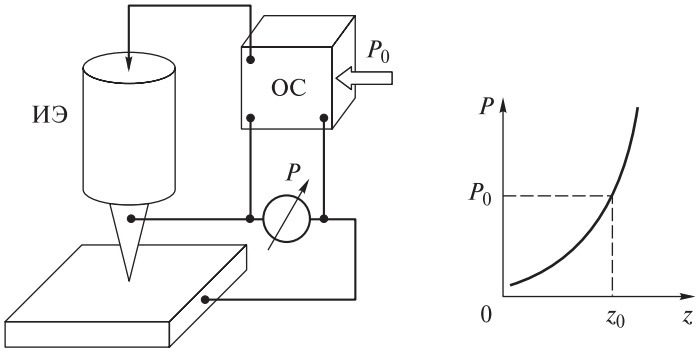


Рис. 1.101. Схема организации обратной связи зондового микроскопа [44]

$U = 0{,}1...1{,}0$. В между зондом и объектом возникает ток, обусловленный туннельным эффектом:

$$I_т \approx envDF,$$

где $e = 1{,}6 \cdot 10^{-19}$ Кл — заряд электрона; $n = 1028$ м$^{-3}$ — концентрация электронов проводимости; $v = 106$ м/с — скорость электронов; D — вероятность прохождения электронов через зазор L; F — площадь поперечного сечения пучка электронов.

Туннельный ток экспоненциально зависит от расстояния между зондом и образцом. При работе СТМ расстояние между объектом и зондом $L = 0{,}3...1{,}0$ нм.

Для детального ознакомления с принципами работы имеющегося оборудования студенты должны изучить руководства для пользователей, поставляемые вместе с оборудованием, либо познакомиться с их электронными вариантами, размещенными на сайте: http://www.nt-mdt.ru.

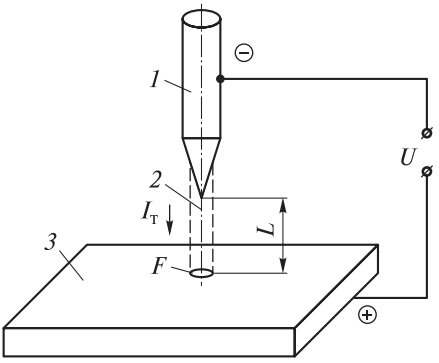


Рис. 1.102. Принцип работы туннельного микроскопа:

1 — зонд; *2* — пучок электронов; *3* — объект (образец); U — разность потенциалов между зондом и объектом; $I_т$ — туннельный ток; L — расстояние между зондом и объектом; F — площадь туннельного контакта

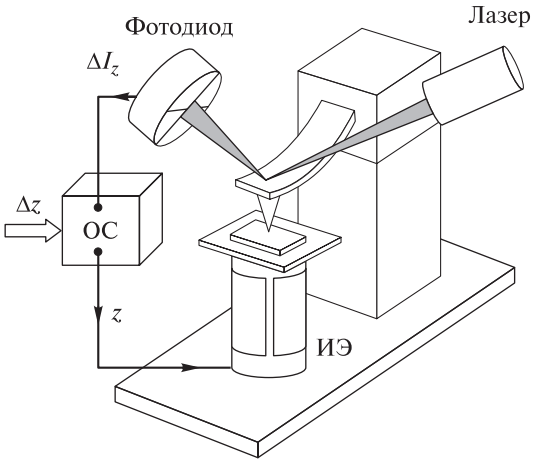


Рис. 1.103. Упрощенная схема обратной связи в АСМ [44]

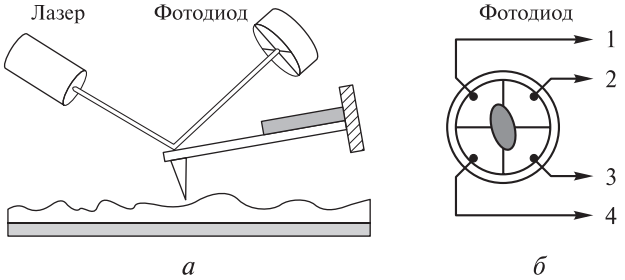


Рис. 1.104. Схема регистрации отклонений кантилевера (*а*) на основе четырех секционного фотодиода (*б*)
1–4 — номера секций фотодиода [43, 44]

Тесты к лекции 1.11

1. ***В чем заключается метод постоянного тока?***

а) система обратной связи поддерживает постоянным туннельный ток между зондом и поверхностью;

б) для питания туннельного микроскопа используется стабилизированный постоянный ток;

в) для освещения объекта используется постоянный ток.

2. ***В чем заключается метод постоянной высоты?***

а) система обратной связи поддерживает постоянной значение z-координаты сканера;

б) между зондом и поверхностью поддерживается постоянный зазор;

в) исследуемый объект должен иметь постоянную высоту.

3. ***В чем заключается метод постоянной силы?***

а) система обратной связи поддерживает постоянной силу прижима зонда к поверхности;

б) исследуемый объект закрепляется на предметном столике с постоянным усилием;

в) зонд закрепляется в измерительной головке с постоянным усилием.

4. ***В чем заключается метод отображения работы выхода?***

а) в поточечном измерении логарифмических изменений туннельного тока при изменении расстояния зонд–образец;

б) в измерении контактной разности потенциалов;

в) в измерении латерального усилия при перемещении зонда.

5. ***В чем заключается контактный метод рассогласования?***

а) в отображении сигнала рассогласования на входе системы обратной связи в процессе реализации метода постоянной силы;

б) в измерении контактной разности потенциалов в месте контакта зонда с образцом;

в) в отображении распределения контактной разности потенциалов зонда с образцом.

6. ***В чем заключается микроскопия латеральных сил?***

а) в отображении распределения локальной силы трения по поверхности образца;

б) в измерении усилия прижима зонда к образцу;

в) в измерении усилия отрыва зонда от поверхности образца.

7. ***В чем заключается метод зонда Кельвина?***

а) в измерении распределения электрического потенциала по поверхности образца;

б) в измерении распределения градиента температуры по поверхности образца в градусах Кельвина;

в) в измерении распределения градиента температуры по толщине образца в градусах Кельвина.

1.12. ИССЛЕДОВАНИЯ ФУНКЦИОНАЛЬНЫХ СТРУКТУР МЕТОДАМИ ЭЛЕКТРОННОЙ МИКРОСКОПИИ

Цель лекции — изучение методов электронной микроскопии.

1.12.1. Введение в электронную микроскопию

Электронная микроскопия — совокупность электронно-зондовых методов исследования микроструктуры твердых тел, их локального состава и микрополей (электрических, магнитных и др.) с помощью электронных микроскопов (ЭМ) — приборов, в которых для получения увеличенного изображения используют электронный пучок. Электронная микроскопия включает также методики подготовки изучаемых объектов, обработки и анализа результирующей информации. Различают два основных направления электронной микроскопии: трансмиссионную (просвечивающую) и растровую (сканирующую), основанных на использовании соответствующих типов электронных микроскопов. Они дают качественно различную информацию об объекте исследования и часто применяются совместно. Известны также отражательная, эмиссионная, оже-электронная, лоуренцова и другие виды электронной микроскопии.

Электронный луч — направленный пучок ускоренных электронов, применяемый для просвечивания образцов или возбуждения в них вторичных излучений (например, рентгеновского).

Ускоряющее напряжение — напряжение между электродами электронной пушки, определяющее кинетическую энергию электронного луча.

Разрешающая способность (разрешение) — наименьшее расстояние между двумя элементами микроструктуры, видимыми на изображении раздельно (зависит от характеристик электронного микроскопа, режима работы и свойств образцов).

Светлопольное изображение — увеличенное изображение микроструктуры, сформированное электронами, прошедшими через объект с малыми энергетическими потерями (структура изображается на экране электронно-лучевой трубки (ЭЛТ) темными линиями и пятнами на светлом фоне).

Темнопольное изображение формируется рассеянными электронами (основной пучок электронов при этом отклоняют или экранируют) и используется при изучении сильнорассеивающих объектов (например, кристаллов); по сравнению со светлопольным выглядит как негативное.

Хроматическая аберрация — снижение скорости электронов после просвечивания объекта, приводящее к ухудшению разрешения; усиливается с увеличением толщины объекта и уменьшением ускоряющего напряжения.

Контрастирование (химическое и физическое) — обработка исследуемых образцов для повышения общего контраста изображения и (или) выявления отдельных элементов их структуры.

Оттенение — физическое контрастирование микрочастиц, макромолекул, вирусов, состоящее в том, что на образец в вакуумной установке напыляется тонкая пленка металла; при этом «тени» (ненапыленные участки) прорисовывают контуры частиц и позволяют измерять их высоту.

Негативное контрастирование — обработка микрочастиц или макромолекул на пленке-подложке растворами соединений тяжелых металлов (U и др.), в результате чего частицы будут видны как светлые пятна на темном фоне (в отличие от позитивного контрастирования, делающего темными сами частицы).

Ультрамикротом (ультратом) — прибор для получения ультратонких (0,01...0,1 мкм) срезов объектов с помощью стеклянных или алмазных ножей.

Реплика — тонкая, прозрачная для электронов, пленка из полимерного материала либо аморфного углерода, повторяющая микрорельеф массивного объекта или его скола.

Сканирование — последовательное облучение изучаемой поверхности узким электронным лучом — зондом с помощью развертки (в трансмиссионных приборах все поле зрения облучается одномоментно).

Развертка — периодическое отклонение электронного луча по осям X и Y в целях формирования электронного растра.

Растр — система линий сканирования на поверхности образца и на экране ЭЛТ.

Трансмиссионная микроскопия реализуется с помощью трансмиссионных (просвечивающих) электронных микроскопов (ТЭМ), в которых тонкопленочный объект просвечивается пучком ускоренных электронов с энергией 50...200 кэВ. Электроны, отклоненные атомами объекта на малые углы и прошедшие сквозь него с небольшими энергетическими потерями, попадают в систему магнитных линз, которые формируют на люминесцентном экране (и на фотопленке) светлопольное изображение внутренней структуры объекта. При этом удается достичь разрешения порядка 0,1 нм, что соответствует увеличениям до $1{,}5 \cdot 10^6\times$. Рассеянные электроны задерживаются диафрагмами, от диаметра которых в значительной степени зависит контраст изображения.

При изучении сильно рассеивающих объектов более информативны темнопольные изображения. Разрешение и информативность ТЭМ-изображений во многом определяются характеристиками объекта и способом его подготовки. При исследовании тонких пленок и срезов полимерных материалов и биологических тканей контраст возрастает пропорционально их толщине, но одновременно снижается разрешение. Поэтому применяют очень тонкие (не более 0,01 мкм) пленки и срезы, повышая их контраст обработкой соединений тяжелых металлов (Os, U, Pb и др.), которые избирательно взаимодействуют с компонентами микроструктуры (химическое контрастирование). Ультратонкие срезы полимерных материалов (10...100 нм)

получают с помощью ультрамикротомов, а пористые и волокнистые материалы предварительно пропитывают и заливают в эпоксидные компаунды. Металлы исследуют в виде получаемой химическим или ионным травлением ультратонкой фольги. Для изучения формы и размеров микрочастиц (микрокристаллы, аэрозоли, вирусы, макромолекулы) их наносят в виде суспензий либо аэрозолей на пленки-подложки из формвара (поливинилформаль) или аморфного углерода, проницаемые для электронного луча, и контрастируют методом оттенения или негативного контрастирования.

Перспективные направления развития. К ним относятся: повышение разрешающей способности ТЭМ и растровых электронных микроскопов (РЭМ) и других видов электронных микроскопов; совершенствование способов подготовки образцов; разработка методов получения качественно новой информации и повышения чувствительности методов анализа с помощью спектрометрической системы; разработка методов компьютерной обработки полученных изображений для выявления содержащейся в них количественной информации о структуре объекта; автоматизация РЭМ и соединенной с ними аналитической аппаратуры.

Повышение разрешающей способности микроскопов достигается главным образом совершенствованием электронной оптики и применением новых видов электронных пушек. Замена традиционных вольфрамовых термокатодов на ориентированные катоды из LaB_6 позволила повысить электронную яркость пушек в 5–7 раз, а переход к пушкам на полевой эмиссии (автоэмиссии) с холодными катодами из монокристаллического W — в 50–100 раз, что дало возможность уменьшить диаметр электронного зонда и довести разрешение РЭМ до 1 нм, существенно снизив при этом лучевую нагрузку на образец.

Развитие способов подготовки образцов наиболее активно происходит в области электронно-микроскопического исследования структуры полимерных материалов и влагосодержащих объектов и связано преимущественно с разработкой криогенных методов (сверхбыстрое замораживание в струе хладона, прижим к металлическому блоку, охлаждаемому жидким He, низкотемпературное замещение воды органическими растворителями, криоультратомия, криомикроскопия и др.). Эти методы позволяют избежать нарушений структуры и локального состава образцов, наблюдаемых при химической фиксации и нанесении электропроводных покрытий.

Развитие компьютерной техники обусловило значительный прогресс в области математической обработки электронных изображений (компьютерная морфометрия). Разработанные аппаратно-программные комплексы позволяют запоминать изображения, корректировать их контраст; расширять диапазон яркостей путем введения условных цветов; устранять шумы; подчеркивать границы микроучастков, выделять детали микроструктуры в заданном диапазоне размеров и оптической плотности; проводить статистическую обработку изображений и строить гистограммы распределения микрочастиц по размерам, форме и ориентации; реконструировать объемные изображения структуры композиционных материалов и других объектов

по микрофотографиям серийных срезов; реконструировать объемные изображения микрорельефа и строить профилограммы сечений по стереомикрофотографиям; рассчитывать локальные микроконцентрации элементов по элементно-селективным изображениям и спектрам; определять параметры кристаллических решеток по электронограммам и др.

Виды электронных микроскопов. Просвечивающий электронный микроскоп — прибор, в котором электронный луч пропускается через ультратонкий образец, при этом взаимодействуя с ним. Образ формируется из электронов, проходящих через образец, увеличивается и усиливается собирательными линзами и появляется на экране, флюоресцентном в большинстве просвечивающих электронных микроскопов. Также может быть использован сенсор, например CCD-камера. Первый практический просвечивающий электронный микроскоп был построен А. Пребусом и Дж. Хиллиером в университете Торонто (Канада) в 1938 г., используя концепции, предложенные ранее М. Кноллом и Э. Руска.

Растровый электронный микроскоп (англ. *Scanning Electron Microscope*, *SEM*) — прибор, позволяющий получать изображения поверхности образца с большим разрешением (менее микрометра). Ряд дополнительных методов позволяет получать информацию о химическом составе приповерхностных слоев.

Отражательный электронный микроскоп — вакуумный электронно-оптический прибор для наблюдения и фотографирования многократно (до 106 раз) увеличенного изображения объектов, полученного с помощью пучков электронов, ускоренных до больших энергий. Разрешающая способность электронного микроскопа в несколько тысяч раз больше, чем у обычного оптического микроскопа; предел разрешения электронного микроскопа составляет примерно 0,01...0,1 нм.

Растровый просвечивающий электронный микроскоп является комбинацией соответственно растрового и просвечивающего электронных микроскопов.

Фотоэмиссионный электронный микроскоп — электронно-оптический микроскоп, в котором изображение формируется потоком частиц, испускаемых поверхностью объекта при нагревании, наложении сильного электрического поля и т. п.

1.12.2. Просвечивающая электронная микроскопия

Основы просвечивающей электронной микроскопии. Теоретически максимально возможное разрешение в оптическом микроскопе было ограничено длиной волны фотонов, используемых для облучения образца, и угловой апертурой оптической системы. В начале XX в. ученые обсуждали вопрос преодоления ограничений относительно большой длины волны видимого света (длины волн 400...700 м) через использование электронов. Подобно любому веществу, электроны имеют волновые и корпускулярные свойства (как было показано де Бройлем), и их волновые свойства означают, что

электронный луч может вести себя подобно лучу электромагнитного излучения. Электроны генерируются в электронном микроскопе посредством термоэлектронной эмиссии из нити накаливания, обычно сделанной из вольфрама, так же как и через *light bulb* или посредством полевой эмиссии. Электроны затем ускоряются электрическим потенциалом (измеряемым в вольтах) и фокусируются электростатическими или электромагнитными линзами на образце. Прошедший через образец луч содержит информацию об электронной плотности, фазе и периодичности, которые используются при формировании изображения.

Конструкция просвечивающего электронного микроскопа. Просвечивающая электронная микроскопия (ПЭМ) работает по схеме проходящих электронных лучей в отличие от светового металлографического микроскопа, в котором изображение формируется отраженными световыми лучами. Источник света в электронном микроскопе заменен источником электронов, вместо стеклянной оптики используются электромагнитные линзы (для преломления электронных лучей).

Просвечивающий электронный микроскоп состоит из электронной пушки — устройства для получения пучка быстрых электронов и системы электромагнитных линз, размещенных в колонне микроскопа, в которой в процессе работы микроскопа поддерживается вакуум $10^{-2}...10^{-3}$ Па.

Принципиальная оптическая схема ПЭМ показана на рис. 1.105. В электронной пушке катод *1* — раскаленная вольфрамовая нить — испускает электроны, которые ускоряются на пути к аноду мощным электрическим полем и проходят через отверстие анода. Полученный узкий интенсивный пучок быстро летящих электронов вводится в систему электромагнитных линз электронного микроскопа. После фокусирования двухступенчатой электромагнитной линзой (конденсором) *2* электронные лучи, проходя через объект *3*, рассеиваются и далее фокусируются объективной линзой *4*, формирующей первичное изображение *5* просвечиваемой электронами части объекта. Объективная линза дает увеличение примерно в 100 раз. Следующая за объективной промежуточная линза перебрасывает промежуточное изображение с небольшим увеличением (обычно до 10 раз) *6* в предметную плоскость проекционной линзы *7*, которая формирует окончательное сильно увеличенное изображение (проекционная линза дает увеличение до 100×). Таким образом, общее увеличение электронного микроскопа может достигать 100 000×.

В связи с тем что обычные микрошлифы для исследования структуры металлов и сплавов с помощью просвечивающего электронного микроскопа непригодны, необходимо приготовлять специальные очень тонкие, прозрачные для электронов объекты. Такими объектами являются реплики (слепки) с поверхности хорошо отполированных и протравленных микрошлифов (косвенный метод электронно-микроскопических исследований металлов и сплавов) или металлические фольги, полученные путем утонения исследуемых массивных образцов (прямой метод электронно-микроскопических исследований).

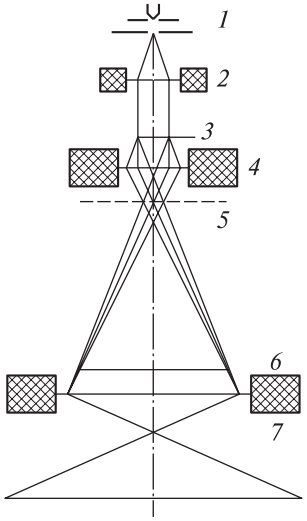


Рис. 1.105. Принципиальная оптическая схема ПЭМ:

1 — катод; *2* — двухступенчатая электромагнитная линза (конденсор); *3* — объект; *4* — объективная линза; *5* — первичное изображение; *6* — промежуточное изображение; *7* — проекционная линза

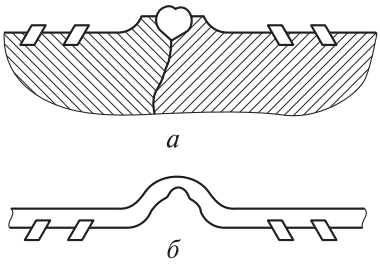


Рис. 1.106. Схема получения электронно-микроскопических препаратов (реплик):

а — исходный образец в поперечном сечении; *б* — готовая реплика

Реплика должна полностью воспроизводить рельеф поверхности микрошлифа. Схема воспроизведения рельефа поверхности микрошлифа репликой приведена на рис. 1.106. Толщина реплики должна быть порядка 0,01 мкм. Реплики могут быть одноступенчатыми (слепки непосредственно с исследуемой поверхности) или двухступенчатыми (сначала получают отпечаток поверхности, на который наносят реплику, копирующую рельеф поверхности первого отпечатка).

Одноступенчатые реплики изготовляют путем распыления вещества (углерода, кварца, титана и других веществ) в вакуумированной испарительной камере (ВИК) и осаждения его на поверхность шлифа. Для изготовления углеродных реплик на поверхность шлифа в испарительной камере напыляют уголь с угольных стержней, нагретых пропусканием тока. Пары углерода конденсируются на поверхности шлифа, и образуется тонкая углеродная пленка (реплика). Полученные путем распыления вещества реплики позволяют воспроизводить даже самые мелкие детали рельефа поверхности исследуемого образца.

В качестве реплики для ряда материалов (алюминия и его сплавов, меди и др.) можно использовать оксидную пленку, которая создается на подготовленной поверхности образца путем анодирования в соответствующем растворе. Применяют также лаковые реплики, которые получают нанесением на поверхность шлифа тонкого слоя лака (4%-ного раствора коллодия в амилацетате).

При изготовлении двухступенчатой реплики (рис. 1.106, *а*) в качестве материала для первой ступени можно использовать, например, отмытую от фотоэмульсии фотографическую или рентгеновскую пленку. Ее размягчают в ацетоне и накладывают на исследуемую поверхность образца под некоторым давлением. После высыхания такой отпечаток осторожно механически снимают с поверхности и на полученный оттиск напыляют в вакууме определенное вещество, например углерод. Затем подложку (фотопленку) растворяют в ацетоне, а реплику промывают и подвергают исследованию.

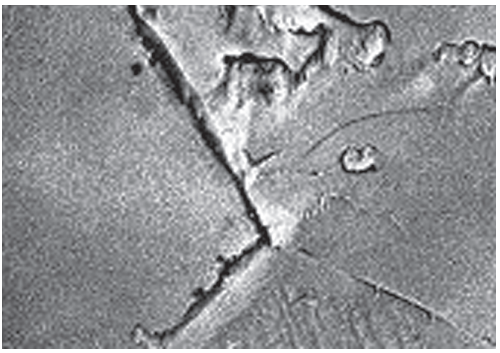


Рис. 1.107. Изображение стыка трех зерен, полученное с помощью ПЭМ на двухступенчатой реплике

Наибольшую информацию о структуре металла дает прямой метод электронно-микроскопического исследования, когда объектом исследования служит тонкая металлическая фольга (рис. 1.107).

Подготовка объектов для исследований и особые требования к ним. Фольгу чаще всего приготовляют следующим образом. Из образца, подлежащего изучению, вырезают круглую заготовку диаметром 3 мм и толщиной 0,2...0,3 мм, которую затем утоняют шлифованием до 0,1...0,15 мм. Окончательное утонение пластинки осуществляют химическим или электролитическим (наиболее частый случай) полированием в подходящем реактиве (по химическому составу, температуре). Подготовленную пластинку погружают в электролит в качестве анода. Катодами служат две металлические пластинки, расположенные по обе стороны от образца (фольги). Электрополирование при оптимальном соотношении тока и напряжения продолжают до появления в центральной части полируемой пластинки одного или нескольких небольших отверстий (диаметром 0,2...0,8 мм). По краям таких отверстий участки фольги получаются наиболее тонкими и могут быть использованы для просмотра в электронном микроскопе.

При рассмотрении реплик и фольг под электронным микроскопом при больших увеличениях вид микроструктуры значительно изменяется. Поэтому для правильной расшифровки структуры необходимо начинать исследование с небольших увеличений, постепенно переходя к большим.

Для металлофизических исследований обычно используют микроскопы с ускоряющим напряжением 100...200 кВ, позволяющие просвечивать электронными лучами объекты толщиной 0,2...0,4 мкм (предельная толщина зависит от атомной массы материала). С увеличением ускоряющего напряжения возрастает проникающая способность электронов, что дает возможность изучать объекты большей толщины. Широкое применение получили электронные микроскопы УЭМВ-100, ПЭМ-100, ЭМ-200 и др. Известны электронные микроскопы с ускоряющим напряжением 500, 1000, 1500 и даже 3500 кВ. Такие микроскопы позволяют изучать объекты толщиной до нескольких микрометров.

Формирование луча. Над ПЭМ расположен источник излучения, который может быть вольфрамовой нитью или катодом из гексаборида лантана (LaB_6). При приложении высокого напряжения к ЭЛТ (~120 кВ для большинства установок) она начинает испускать термоэлектроны. Это излучение обычно собирается в пучок с помощью цилиндра Венельта. После экстракции электронов верхняя линза ПЭМ формирует электронный пучок заданного размера в заданном месте для последующего взаимодействия с образцом.

Управление электронным пучком основано на двух физических эффектах. Взаимодействие электронов с сильным магнитным полем подчиняется правилу правой руки. Этот эффект используется для управления электронным пучком с помощью системы электромагнитов. Применение магнитных полей позволяет создать магнитные линзы переменной мощности фокусировки, а также объективы, способные придавать электронному пучку определенную форму путем перераспределения силы магнитного потока. Кроме того, электростатические поля могут давать постоянный угол преломления электронного пучка. Комбинирование этих двух эффектов позволяет сдвигать пучок электронов, что обеспечивает возможность управляемого сканирования — это чрезвычайно важно для ПЭМ.

Изменяя угол наклона квадрипольной или гексапольной линзы в ТЭМ, воздействуем на проходящий поток электронов, что обусловливает изменение увеличения. Квадрипольный объектив представляет собой электромагнитную катушку с возможностью изменения силы магнитного поля. Использование гексапольной линзы просто повышает точность изменения силы.

Обычно в ТЭМ есть три ступени линзирования: первая — коллимирующие линзы; вторая — объективные линзы; третья — проекционные линзы.

Конденсорные линзы отвечают за коллимирование и формирование первичного пучка электронов. Объективные линзы окончательно фокусируют пучок на образце. Проекционные линзы используются для вывода изображения на сторонние мультимедийные устройства. Увеличение в ТЭМ определяется соотношением расстояния между образцом и объективными линзами.

Методы визуализации. *Метод контрастирования* в основном зависит от режима работы ПЭМ, поскольку в зависимости от режима работы активируются или деактивируются различные группы линз. Использование визуализационного комплекса совместно с уникальными возможностями линз, такими как изменение силы или отключение отдельных линз, создает широкие возможности для исследований в различных режимах.

Метод светлого поля является наиболее часто используемым, в котором контрастность формируется непосредственно окклюзиями. Области образца и области с более высоким атомным номером на изображении будут выглядеть темными участками, в то время как в местах, где образца нет, будут светлые области, отсюда и термин «светлое поле».

Метод светлого пятна позволяет увеличить детальность изображения, используя физико-химические особенности образцов поглощать свет. Таким

образом можно значительно повышать контрастность областей. Участок поглощает электроны через фононное взаимодействие, непоглощенная часть пучка попадает на проекционные линзы, давая изображение участка. Соединения тяжелых металлов, таких как осмий, свинец, уран, могут быть использованы в ПЭМ для выборочной расстановки атомов в образце или на его поверхности. Электронный пучок, смещенный электростатическими линзами, взаимодействует с положительно заряженными атомами и отрицательно заряженными электронными облаками. Электроны с более плотными облаками выглядят на экране более темными пятнами.

Недостатки и ограничения, особенности применения ПЭМ. Отметим недостатки просвечивающего электронного микроскопа. Для материалов требуется особая подготовка перед непосредственными исследованиями, поскольку необходимо изготовлять образец такой толщины, чтобы электроны в достаточной степени проходили сквозь него. Исследуемые образцы могут быть расположены только на графене — углеродном материале в один атом толщиной, чтобы обеспечить достаточную пропускную способность. Поле зрения ПЭМ является ограниченным, что не позволяет сделать оценку всей поверхности образца. В случае с биоматериалами велика вероятность нанесения повреждений образцу.

Рассмотрим ограничения по разрешению. Разрешение ПЭМ зачастую ограничивается сферическими и хроматическими аберрациями. Новое поколение корректоров уже позволяет преодолеть значительную часть сферических аберраций. Программное обеспечение для коррекции сферических аберраций позволило получить изображение атома углерода в алмазе с достаточно высоким разрешением. Раньше этого сделать не удавалось, поскольку межатомное расстояние составляло 0,89 ангстрем = 89 пм (1 ангстрем = = 100 пикаметров = 10^{-10} м). Увеличение в этом случае составляло 50 миллионов раз. Способность определять расположение атомов в материалах сделала ПЭМ незаменимым инструментом для технологий, для научных исследований и разработок во многих областях, в том числе и в области гетерогенного катализа, а также в области разработки полупроводниковых приборов для электроники и фотоники.

Рассмотрим применение просвечивающей электронной микроскопии. Если растровая электронная микроскопия позволяет понять, как произошло разрушение в исследуемом материале изделия, как металлическая поверхность детали откликается на термопластическое воздействие внешней среды, то просвечивающая электронная микроскопия позволяя объяснить, почему это происходит, как этому способствует структурно-фазовое состояние материала.

Метод просвечивающей электронной микроскопии дает возможность изучать внутреннюю структуру исследуемых металлов и сплавов, в частности:

– определять тип и параметры кристаллической решетки матрицы и фаз;

– определять ориентационные соотношения между фазой и матрицей;

– изучать строение границ зерен;

– определять кристаллографическую ориентацию отдельных зерен, субзерен;

– определять углы разориентировки между зернами, субзернами;
– определять плоскости залегания дефектов кристаллического строения;
– изучать плотность и распределение дислокаций в материалах изделий;
– изучать процессы структурных и фазовых превращений в сплавах;
– изучать влияние на структуру конструкционных материалов технологических факторов (прокатки, ковки, шлифовки, сварки и т. д.).

Все перечисленные выше задачи постоянно встречаются в практической деятельности исследователей металлов и сплавов. Главной из них является задача выбора материала конструкций с заданными механическими свойствами, такими, чтобы готовая конструкция смогла стабильно работать в условиях дальнейшей ее эксплуатации. Эту задачу можно решить только совместными усилиями кристаллографов, металловедов и технологов. Успех ее решения зависит:

– от правильного выбора металла основы с требуемым типом кристаллической решетки (ОЦК, ГЦК) — это область кристаллографии;
– легирования и термопластической обработки металла для формирования в нем заданной структуры — это область металловедения;
– разработки технологических процессов изготовления конструкции — это область технологии.

Задача создания сплава с заданными механическими свойствами подразумевает создание материала с необходимой внутренней структурой, поскольку практически все механические свойства являются структурночувствительными. Все без исключения изменения свойств металлов и сплавов в глубинных или поверхностных слоях — это отклик на изменение их внутреннего строения на макро- и микроскопическом уровнях.

Изучение микротопографии поверхности и внутренней структуры конструкционных материалов является одним из наиболее эффективных приложений мощных современных и быстро развивающихся методов растровой и просвечивающей электронной микроскопии.

1.12.3. Растровая электронная микроскопия

Физические основы растровой электронной микроскопии

Принцип действия основан на использовании некоторых эффектов, возникающих при облучении поверхности объектов тонко сфокусированным пучком электронов — зондом. Как видно на рис. 1.108, в результате взаимодействия электронов *1* с образцом (веществом) *6* генерируются различные сигналы. Основными из них являются поток электронов: отраженных *2*, вторичных *3*, оже-электронов *4*, поглощенных *5*, прошедших через образец *7*, а также излучений: катодолюминесцентного *8* и рентгеновского *9*.

Для получения изображения поверхности образца используются вторичные, отраженные и поглощенные электроны. Остальные излучения применяются в РЭМ как дополнительные источники информации.

Важнейшей характеристикой любого микроскопа является его разрешающая способность, которая определяется:

1) площадью сечения зонда или его диаметром;

2) контрастом, создаваемым образцом и детекторной системой;

3) областью генерации сигнала в образце.

Диаметр зонда в основном зависит от конструктивных особенностей и качества узлов микроскопа и прежде всего электронной оптики. В современных РЭМ достигнуто высокое совершенство компонентов конструкции, что позволило уменьшить диаметр зонда до 5...10 нм.

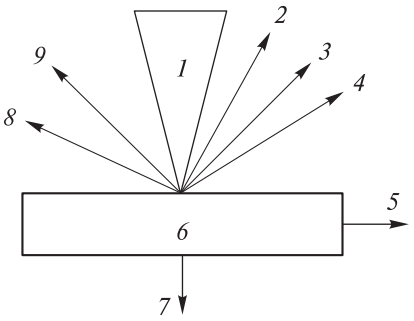


Рис. 1.108. Эффекты взаимодействия электронного луча с объектом: *1* — электронный луч; *2* — отраженные электроны; *3* — вторичные электроны; *4* — оже-электроны; *5* — ток поглощенных электронов; *6* — объект; *7* – прошедшие электроны; *8* — катодолюминесцентное излучение; *9* — рентгеновское излучение

Влияние контраста на разрешающую способность проявляется в следующем. Формирование контраста в РЭМ определяется разностью детектируемых сигналов от соседних участков образца: чем она больше, тем выше контраст изображения. Контраст зависит от нескольких факторов: топографии поверхности, химического состава объекта, поверхностных локальных магнитных и электрических полей, кристаллографической ориентации элементов структуры. Важнейшими из них являются топографический, зависящий от неровностей поверхности образца, а также композиционный, зависящий от химического состава. Уровень контраста определяется также и эффективностью преобразования падающего на детектор излучения, которое создает сигнал на его выходе. Если получаемый контраст недостаточен, то его можно повысить, увеличив ток зонда. Однако большой поток электронов вследствие особенностей электронной оптики нельзя хорошо сфокусировать, т. е. диаметр зонда возрастет и соответственно снизится разрешающая способность.

Другой фактор, ограничивающий разрешение, зависит от размеров области генерации сигнала в образце. Схема генерации различных излучений при воздействии электронного пучка на образец представлена на рис. 1.109. При проникновении первичных электронов в образец они рассеиваются во всех направлениях, поэтому внутри образца происходит расширение пучка электронов. Участок образца, в котором первичные электроны тормозятся до энергии $E = 0$, имеет грушевидную форму. Боковое расширение электронного пучка в образце в этом случае составляет 1...2 мкм, даже когда диаметр зонда $d = 10$ нм. Расхождение электронов приводит к тому, что площадь выхода на поверхность образца электронов будет больше фокуса электронного пучка. В связи с этим процессы рассеивания электронов внутри образца оказывают большое влияние на разрешающую способность изображений, получаемых в отраженных, вторичных и поглощенных электронах.

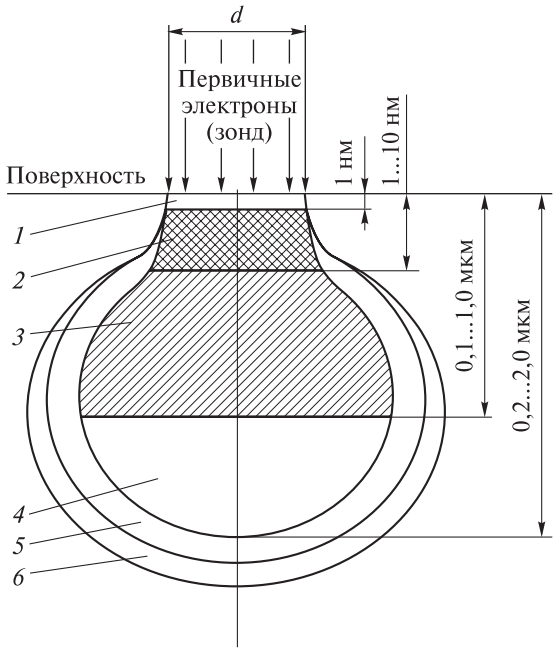


Рис. 1.109. Области сигналов и пространственное разрешение при облучении поверхности объекта потоком электронов (зонд). Области генерации:

1 — оже-электронов; *2* — вторичных электронов; *3* — отраженных электронов; *4* — характеристического рентгеновского излучения; *5* — тормозного рентгеновского излучения; *6* — флюоресценции

Отраженные электроны. Они образуются при рассеивании первичных электронов на большие (до 90°) углы в результате однократного упругого рассеивания или в результате многократного рассеивания на малые углы. В конечном итоге первичные электроны, испытав ряд взаимодействий с атомами образца и теряя при этом энергию, изменяют траекторию своего движения и покидают поверхность образца. Размеры области генерации отраженных электронов (см. рис. 1.109) значительны и зависят от длины пробега электронов в материале образца. Протяженность области возрастает с увеличением ускоряющего первичные электроны напряжения и уменьшения среднего атомного номера Z элементов, входящих в состав образца. Протяженность области может изменяться от 0,1 до 1 мкм. Электроны, потерявшие в процессе отражения часть энергии, покидают образец на относительно больших расстояниях от места падения электронного зонда. Соответственно сечение, с которого получают сигнал (см. рис. 1.109), будет существенно больше сечения зонда. Поэтому разрешение РЭМ в режиме регистрации отраженных электронов небольшое и изменяется от десятков метров при

работе с невысокими ускоряющими напряжениями и тяжелыми материалами до сотен метров при работе с большими ускоряющими напряжениями и легкими материалами. Важной особенностью эмиссии отраженных электронов является ее зависимость от атомного номера элементов. Если атомный номер атомов материала в точке падения первичного пучка электронов мал (легкие атомы), то образуется меньшее число отраженных электронов с малым запасом энергии. В областях образца, содержащих высокую концентрацию атомов с большим атомным номером (тяжелые атомы), большее число электронов отражается от этих атомов и на меньшей глубине в образце, поэтому потери энергии при их движении к поверхности меньше. Эти закономерности используются при получении изображений в отраженных электронах.

Вторичные электроны. Первичные электроны, проникающие в образец, взаимодействуют с электронами внешних оболочек атомов объекта, передавая им часть своей энергии. Происходит ионизация атомов образца, а высвобождающиеся в этом случае электроны могут покинуть образец и быть выявлены в виде вторичных электронов. Они характеризуются очень малой энергией (до 50 эВ) и поэтому выходят из участков образца, очень близких к поверхности (см. рис. 1.109). Глубина слоя, рассеивающего вторичные электроны, составляет 1...10 нм. В пределах этого слоя рассеивание электронов пренебрежимо мало, поэтому при получении изображений во вторичных электронах разрешающая способность определяется прежде всего диаметром первичного зонда. Вторичные электроны обеспечивают максимальную по сравнению с другими сигналами разрешающую способность порядка 5...10 нм. Поэтому они являются в РЭМ главным источником информации для получения изображения поверхности объекта, и именно для этого случая приводятся паспортные характеристики прибора. Число образующихся вторичных электронов слабо зависит от атомного номера элемента. Основным параметром, определяющим выход вторичных электронов, является угол падения пучка первичных электронов на поверхность объекта. Таким образом, вариации наклона микроучастков поверхности вызывают резко выраженные изменения в выходе вторичных электронов. Этот эффект используется для получения информации о топографии поверхности. Для увеличения эмиссии вторичных электронов часто образец устанавливают под углом к оси зонда. При этом будет ухудшаться резкость изображения — размытие по краям. Для ее исправления в РЭМ предусмотрена система компенсации угла наклона. Метод наклона образца применяют при исследовании плоских объектов (металлографических шлифов и др.). Для образцов с сильно развитым рельефом полностью провести коррекцию угла наклона не удается.

Поглощенные электроны. При воздействии зонда часть генерируемых электронов остается в объеме образца (см. рис. 1.109). Так, при энергиях первичного пучка 10...20 кэВ примерно 50 % общего числа образующихся вторичных и отраженных электронов достигают поверхности образца и покидают ее. Оставшиеся электроны образуют ток поглощенных электронов

(см. рис. 1.109). Его величина равна разности между током зонда и токами отраженных и вторичных электронов. Эта разность является сигналом для получения изображения, на которое оказывают влияние как топографический, так и композиционный эффекты.

Поглощенные электроны генерируются в большом объеме (см. рис. 1.109). Разрешающая способность при получении изображений в этом случае имеет такой же порядок, как и для отраженных электронов. Данный метод получения изображений используется редко из-за малой разрешающей способности.

Устройство и работа растрового электронного микроскопа

Принципиальная схема растрового электронного микроскопа приведена на рис. 1.110. Он состоит из следующих основных узлов: электронной пушки *1–3*, эмиттирующей электроны; электронно-оптической системы *4–10*, формирующей электронный зонд и обеспечивающей его сканирование на поверхности образца *12*; системы, формирующей изображение *11–17*. Вакуумная

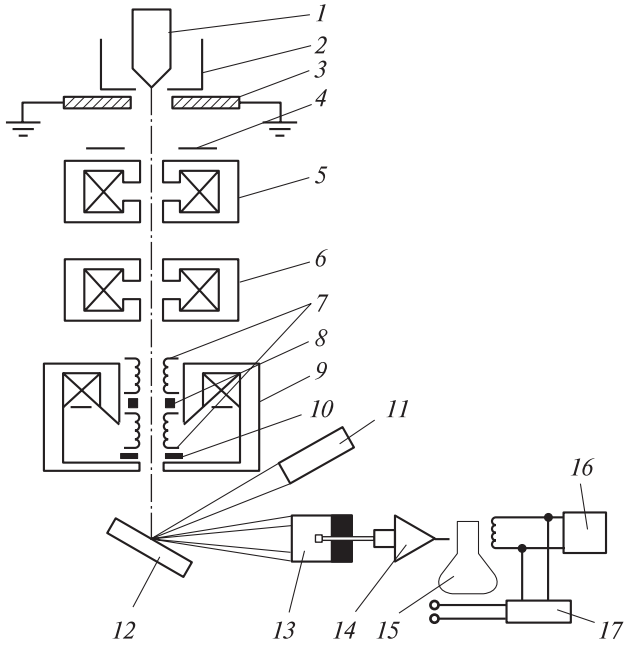


Рис. 1.110. Принципиальная схема растрового электронного микроскопа:

1 — катод; *2* — цилиндр Венельта; *3* — анод; *4*, *10* — диафрагмы; *5*, *6*, *9* — электромагнитные линзы; *7* — электромагнитная отклоняющая катушка; *8* — стигматор; *11* — рентгеновский спектрометр; *12* — образец; *13* — вторичные электроны; *14* — усилитель; *15* — электронно-лучевая трубка; *16* — генератор развертки; *17* — блок управления увеличением

камера РЭМ служит для создания необходимого разряжения (~10^{-3} Па) в рабочем объеме электронной пушки и электронно-оптической системы. Составными частями микроскопа являются механические узлы (шлюзы, гониометрический стол и т. д.), обеспечивающие установку и перемещение образца.

Электронная пушка состоит из катода *1*, цилиндра Венельта *2* и анода *3*. Обычно в качестве катода используется вольфрамовая V-образная проволока, согнутая под углом, как показано на рисунке. При нагреве катода прямым пропусканием тока происходит термоэмиссия электронов. Электроны ускоряются напряжением, приложенным между катодом и анодом, которое можно изменять от 1 до 50 кВ. Цилиндр Венельта имеет высокий отрицательный потенциал и служит для регулировки потока электронов. Пучок электронов от пушки проходит через три электромагнитные линзы *5*, *6*, *9*. Фокусировка потока электронов осуществляется магнитным полем, имеющим осевую симметрию. Оно создается электромагнитной линзой, которая представляет собой соленоид. Магнитное поле возникает при пропускании электрического тока через обмотку соленоида, концентрируется с помощью так называемого полюсного наконечника и воздействует на проходящий через него поток электронов. Фокусное расстояние линзы можно плавно регулировать путем изменения силы тока в обмотке соленоида. В системе имеются две диафрагмы *4*, *10*, ограничивающие расходимость пучка электронов.

Несовершенства электронной оптики, как указывалось ранее, оказывают влияние на разрешающую способность микроскопа. К несовершенствам оптики относятся хроматическая, сферическая аберрации и астигматизм.

Хроматическая аберрация возникает из-за различной скорости (т. е. длины волны) электронов и изменении ее по времени, что приводит к непостоянству фокусных расстояний линз. Хроматическую аберрацию уменьшают путем стабилизации ускоряющего электроны напряжения и электрического тока в линзах.

Сферическая аберрация возникает вследствие того, что электроны проходят на различных угловых расстояниях от оптической оси линзы и поэтому по разному фокусируются. Сферическую аберрацию уменьшают наложением строгих ограничений на геометрию полюсных наконечников линз, увеличением ускоряющего напряжения и уменьшением диафрагмы. В этом случае поток формируется электронами, в меньшей степени отклоненными от оптической оси линзы.

Возникновение астигматизма связано с нарушением магнитной или геометрической симметрии линзы. Устранение асимметрии достигается обеспечением высокой геометрической точности изготовления полюсного наконечника линзы и введением специальной системы, называемой стигматором *8*, который корректирует магнитное поле линзы, восстанавливая его симметрию.

Стигматор расположен в объективной линзе *9*. Внутри нее также находятся две пары электромагнитных отклоняющих катушек *7*, каждая из которых служит для отклонения зонда соответственно в x и y направлениях в плоскости, перпендикулярной оси потока электронов. Катушки соединены

с генератором *16*, обеспечивающим синхронность передвижения электронного зонда по образцу и электронного луча по экрану электронно-лучевой трубки *15*.

Образец *12* крепится на предметном столике, который может перемещаться в трех взаимно перпендикулярных направлениях, допускает наклон образца до 90° к электронно-оптической оси и вращение вокруг оси от 0 до 360°. Электронный пучок, сфокусированный на поверхности образца, вызывает появление отраженных, вторичных и поглощенных электронов, которое используется для получения изображения поверхности образца. Эти сигналы улавливаются специальными детекторами. На схеме РЭМ (см. рис. 1.110) представлен только один из возможного набора тип детектора, применяемый для регистрации вторичных электронов *13*. В детекторе поток электронов преобразуется в электрический сигнал (ток). После прохождения тока через усилитель *14* модулируется яркость экрана.

В качестве детектора вторичных электронов используется детектор Эверхарта — Торнли. Схема детектора представлена на рис. 1.111. Коллектор *1* имеет положительный потенциал, приблизительно +250 В, вследствие чего траектории вторичных электронов искривляются, и они попадают в коллектор. На первичные и отраженные электроны, имеющие высокие значения энергии, этот потенциал существенного влияния не оказывает.

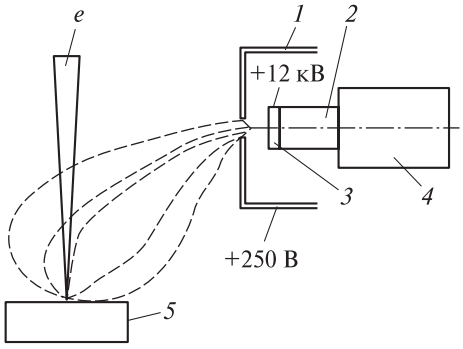


Рис. 1.111. Схема детектора эмиттированных электронов Эверхарта – Торнли:
1 — коллектор; *2* — световод; *3* — сцинтиллятор; *4* — фотоумножитель; *5* — образец

Внутри коллектора электроны ускоряются. Для этого на сцинтиллятор *3* подается высокое напряжение порядка 12 кВ. Его влияние на электронный зонд экранируется корпусом коллектора. Вследствие ускорения вторичные электроны получают достаточную энергию, чтобы вызвать световое излучение материала сцинтиллятора, которое по световоду *2* попадает на фотоумножитель *4*, где преобразуется в электрический сигнал. Мощность этого сигнала и, следовательно, яркость соответствующей точки на экране при

использовании вторичных электронов определяется топографическим контрастом. Характерная особенность топографического контраста в РЭМ — повышенная яркость изображения острых вершин и выступов рельефа поверхности образца вызывается увеличением выхода электронов с этих участков.

Большая разрешающая способность РЭМ при работе в режиме регистрации вторичных электронов обусловливает его использование для изучения топографии поверхности (поверхность излома, протравленного шлифа и др.). При формировании изображения в режиме детектирования вторичных электронов возможно появление композиционного контраста. Однако он относительно невелик.

Для регистрации отраженных электронов применяются различные типы детекторов, в том числе и детектор Эверхарта — Торнли, но с некоторым изменением. Это вызвано тем, что отраженные электроны имеют высокую энергию, движутся прямолинейно, не отклоняясь электрическим полем, в отличие от вторичных электронов. Поэтому нет необходимости использовать в детекторе высокие напряжения и, следовательно, коллектор. Эффективность сбора отраженных электронов зависит от угла наклона детектора к поверхности генерации электронов и расстояния между ними.

Получение изображения в отраженных электронах вызвано тем, что эмиссия этих электронов зависит от порядкового номера химического элемента. Поэтому, например, на плоской поверхности образца участок материала с более высоким средним порядковым номером атомов отражает большее количество электронов. Он выглядит на экране более светлым относительно других участков образца. Полученный контраст называют композиционным.

Изображение в отраженных электронах позволяет определить число фаз в материале, наблюдать микроструктуру материала без предварительного травления шлифа и др. Выявление структуры материала становится возможным, поскольку химический состав зерен в многокомпонентных системах отличается от химического состава их границ.

В том случае, когда поверхность образца имеет ярко выраженные неровности, дополнительно к композиционному возникает топографический контраст. Для разделения композиционного и топографического контрастов применяют два детектора отраженных электронов Эверхарта — Торнли.

Пример разделения контрастов приведен на рис. 1.112. В случае сложения сигналов детекторов D_1 и D_2 усиливается композиционный и устраняется топографический контраст. При вычитании сигналов аннулируется композиционный и усиливается топографический контраст.

При получении изображения в поглощенных электронах сигналом служит ток поглощенных электронов, который равен разности тока первичных электронов и тока отраженных и вторичных электронов. В итоге он зависит от числа эмиттированных отраженных и вторичных электронов. Соответственно в сигнале присутствуют как композиционная, так и топографическая составляющая, причем они не разделяются.

При сканировании зонда по поверхности образца, имеющего химическую неоднородность и сильно выраженный рельеф, интенсивность сигнала

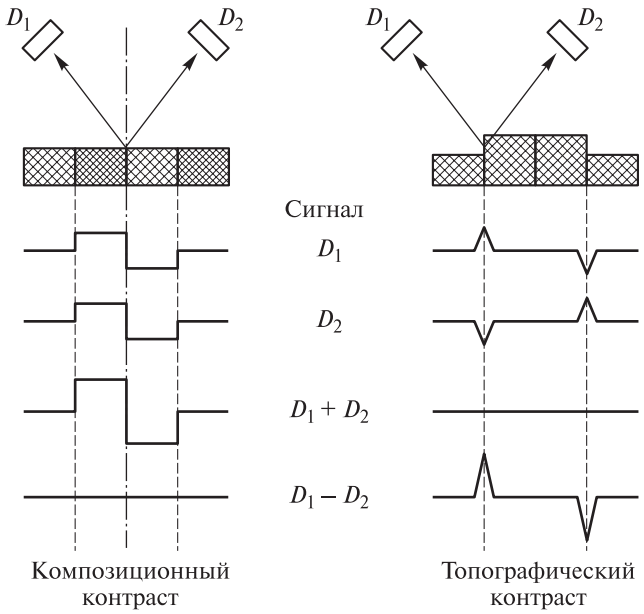


Рис. 1.112. Использование парного детектора (D_1, D_2) для разделения композиционного и топографического контрастов

будет изменяться. Для улавливания сигнала не требуется специальный детектор. Его роль выполняет образец, в котором образуются поглощенные электроны. Поток поглощенных электронов только усиливается, а затем передается в блок изображения. Метод широко использовался в ранних конструкциях сканирующих микроскопов.

Сигналы, преобразованные детектором в электрический ток, после усиления служат для модулирования яркости точек на экране. Формирование изображения поверхности объекта на экране происходит следующим образом. С помощью отклоняющих катушек *7* (см. рис. 1.110) осуществляется сканирование тонко сфокусированного зонда по поверхности образца, которое проходит по линии. Совокупность параллельных линий (растр) дает представление о площади объекта. Генератор развертки *16*, соединенный с отклоняющими катушками и монитором, обеспечивает синхронность передвижения электронного зонда по образцу и электронного луча по экрану. Благодаря этому каждая точка на образце соответствует определенной точке на экране. В свою очередь, яркость точки на экране определяется интенсивностью сигнала, поступающего от соответствующей точки образца.

Совокупность сигналов (D_1, D_2) различной интенсивности создает контраст яркости (изображение) на экране трубки. Увеличение РЭМ определяется соотношением амплитуд развертки луча по экрану L и зонда по поверхности образца l и равно L/l. Так как максимальная длина развертки L

на экране фиксирована, то повышение увеличения микроскопа достигается путем уменьшения *l*. Изменение амплитуды колебаний зонда задается с помощью блока управления увеличением *17* путем изменения тока в отклоняющих катушках. Обычно рабочий диапазон изменения увеличений, обеспечивающий высокую четкость изображения поверхности, составляет 10...50 000×. Увеличение, превышающее максимальное полезное увеличение микроскопа, обычно используется только для его фокусирования.

Подготовка объектов для исследований и особые требования к ним. С помощью РЭМ исследуются как шлифы, так и поверхности объектов без предварительной подготовки. Изготовление шлифов к исследованию на РЭМ в общем осуществляется так же, как и для светомикроскопического исследования. Однако есть и некоторые особенности. Большая глубина резкости изображения в РЭМ позволяет получать дополнительную информацию, проводя глубокое травление шлифов. В то же время при получении изображений в отраженных электронах шлифы травлению не подвергаются. Размеры образцов для РЭМ определяются габаритными размерами камеры микроскопа. Образцы должны быть электропроводящими. Для обеспечения их хорошего электрического контакта с предметным столиком и для фиксации образцов при наклоне стола используют специальные токопроводящие клеи. При исследовании не проводящих ток материалов — диэлектриков — на их поверхность наносится напылением тонкая пленка электропроводников — золото, графит и т. д. При работе с органическими материалами необходимо учитывать, что при длительном контакте зонда с образцом возможно его термическое разрушение.

Перед испытанием образцы должны быть тщательно очищены, чтобы не образовывались газообразные продукты, затрудняющие получение требуемого вакуума при откачке микроскопа и загрязняющие его колонну. Рекомендуется проводить очистку образцов в различных растворителях с использованием ультразвука. При проведении топографических исследований нельзя допускать окисления поверхностей излома.

Технические возможности РЭМ. Растровый электронный микроскоп обладает следующими техническими возможностями.

1. С помощью РЭМ можно непосредственно исследовать большие площади поверхностей на массивных образцах и даже деталях в широком диапазоне увеличений от 10× до 50 000× и выше с достаточно высоким разрешением. При этом не требуется, как для ПЭМ, выполнять сложные и длительные операции по изготовлению специальных объектов — реплик, прозрачных для электронного луча. Исключается возможность погрешностей вследствие деформации реплик при снятии их с объекта и под действием электронного луча.

2. На РЭМ можно исследовать общий характер структуры всей поверхности объекта при малых увеличениях и детально изучать любой интересующий исследователя участок при больших увеличениях. При этом нет необходимости в разработке специальных прицельных методов. Переход от малых увеличений к большим на РЭМ осуществляется быстро и просто. Возможность быстрого изменения увеличения в процессе работы микроскопа

от 10× до 50 000× позволяет легко устанавливать полезное увеличение. Оно определяется как $M_{\text{пол}} = \frac{200 \text{ мкм}}{d}$, где d — диаметр соответствующего элемента изображения, мкм. Следует также учитывать, что изображение будет точно сфокусировано, когда область зондирования пучком на образце меньше, чем размер элемента изображения.

3. Большая глубина фокуса РЭМ позволяет наблюдать объемное изображение структуры с возможностью ее количественной оценки. Создаются условия прямого изучения структуры поверхностей с сильно развитым рельефом, например изломов.

4. Микроанализаторы химического состава, которыми обычно снабжен РЭМ, дают возможность получать более полную информацию о поверхности изделия.

1.12.4. Зеркальная электронная микроскопия

Физические основы зеркальной электронной микроскопии (ЗЭМ)

Неотъемлемым элементом любого зеркального электронного микроскопа является электронное зеркало, которое играет двоякую роль. С одной стороны, это наиболее существенная часть электронной оптики прибора, иногда именуемого по этой причине просто электронным зеркалом, с другой стороны, зеркальный электрод — это и есть исследуемый образец. Он почти не бомбардируется электронами, так как находится под небольшим отрицательным потенциалом относительно катода электронной пушки, и электроны отражаются вблизи поверхности образца.

Электронные зеркала давно применяются в различных электронно-оптических приборах. В последнее время появились разнообразные приставки к электронным микроскопам, использующие две основные возможности электронных зеркал: 1) получение зеркального электронно-оптического изображения (действительного или мнимого) любого объекта; 2) одновременную фильтрацию по скоростям изображающего электронного пучка. Действительно, если потенциал отражающего электрода по отношению к потенциалу источника электронов равен напряжению смещения $U_{\text{см}}$, то в формировании зеркального изображения будут участвовать лишь электроны с начальной энергией меньше 1 эВ/см (остальные будут поглощены электродом-отражателем).

Еще в 1959 г. Ю.В. Воробьев предложил использовать электронное зеркало в качестве фильтра для монохроматизации электронного пучка в эмиссионных электронных микроскопах, что позволяет в несколько раз улучшить разрешение прибора. Практическая реализация такой идеи показала, что разрешение эмиссионного микроскопа действительно улучшается. Авторы смонтировали в эмиссионном микроскопе электронное зеркало с магнитной призмой для разделения падающего и отраженного пучков (рис. 1.113). Аналогичное устройство применяется в анализаторах скоростей в просвечивающих электронных микроскопах и в магнитных спектрометрах (для уменьшения хроматической аберрации).

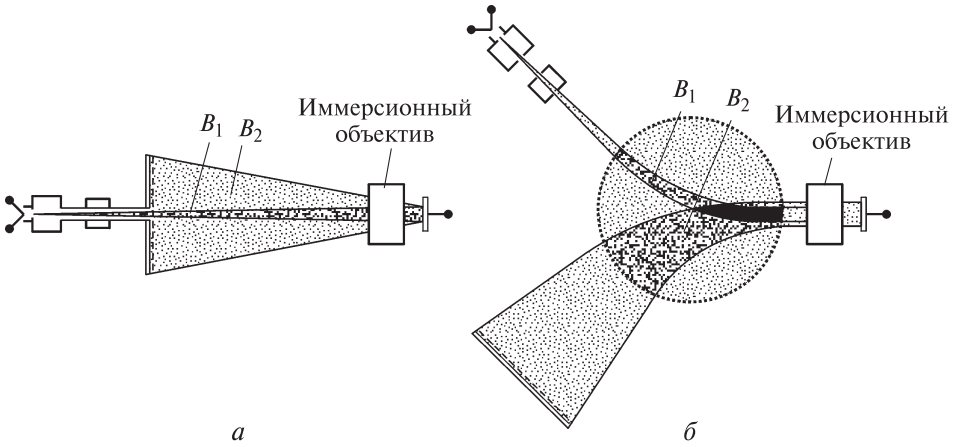


Рис. 1.113. Конструктивные варианты зеркальных микроскопов:
а — ось отраженного пучка B_2 совпадает с осью освещающего B_1; *б* — пучки разводятся магнитным полем, перпендикулярным к их осям

Электронные зеркала применяют также в преобразователях изображения для превращения ионного изображения в электронное (под действием ионной бомбардировки люминесцентные экраны разрушаются), в электронно-оптических преобразователях, для фокусировки и модуляции пучков в электронных пушках (что позволяет улучшить разрешение и передачу градаций яркости в передающих и приемных телевизионных трубках) и в других приборах.

Первым исследованным электронным зеркалом была одиночная линза, которая фокусирует проходящий электронный пучок при малых отрицательных потенциалах среднего электрода, но с увеличением этого отрицательного потенциала превращается вначале в собирающее зеркало, а затем в рассеивающее. Большая хроматическая аберрация такой линзы не позволяет получить хорошее зеркальное изображение, поэтому обычно используются двух- или трехэлектродные зеркала, конструкция которых подобна разработанной впервые Хоттенротом, но вместо цилиндров чаще применяют диафрагмы.

При исследовании электронно-оптических свойств таких зеркал Хоттенрот заметил, что геометрические неровности на поверхности электрода-отражателя сильно возмущают отражающийся вблизи нее электронный пучок, несущий изображение предмета (сетки). Это наблюдение и послужило толчком к развитию электронной зеркальной микроскопии, основная задача которой — изучение поверхностных структур: как геометрического рельефа поверхности твердого тела, так и различного рода поверхностных микрополей. Следует отметить, что при исследовании образцов в ЗЭМ микрорельеф поверхности формально можно отнести также к категории микрополей, однако с той особенностью, что его существование и величина обусловлены

внешним полем, ускоряющим электроны. Другие микрополя (p–n-переходы, доменные границы, магнитные и контактные неоднородности и др.) могут существовать и при отсутствии внешнего поля.

Изображение поверхностных неоднородностей формируется зеркальной электронно-оптической системой, конструкция которой чаще всего такая же, как и конструкция иммерсионного объектива в эмиссионных электронных микроскопах, поэтому иногда ЗЭМ рассматривают как квазиэмиссионную систему. Электронный пучок проходит через иммерсионный объектив дважды: к образцу и от него. Возможны два варианта хода пучков перед иммерсионным объективом: либо ось отраженного пучка B_2 совпадает с осью освещающего B_1 (рис. 1.113, *а*), либо пучки разводятся магнитным полем, перпендикулярным к их осям (рис. 1.113, *б*).

Прибор с разделением пучков более сложен, но в нем можно независимо воздействовать на освещающий и отраженный пучки.

Конструкция зеркального электронного микроскопа

Используются два основных варианта ЗЭМ — «прямые» приборы, в которых оси освещающего и изображающего пучков совмещены, и приборы с разделением этих пучков (см. рис. 1.113). Вначале строились приборы с разделением пучков — первые лабораторные стеклянные модели Хоттенрота и Ортубера, микроскоп Барца с соавторами, обеспечивавший разрешение 1000 Å. Затем был построен А. Майером первый прибор прямой конструкции с длиннофокусной электронной пушкой и четырехэлектродным иммерсионным объективом, предложенным ранее Сетье для эмиссионных микроскопов. Геометрическое разрешение прибора около 0,35 мкм.

Ряд лабораторных моделей прямых ЗЭМ сконструирован и использовался для наблюдения доменной структуры сегнетоэлектриков и ферромагнетиков. В этих приборах впервые был применен пятиэлектродный иммерсионный объектив (образец + прикатодная диафрагма + одиночная трехэлектродная линза), который позволяет легко переходить от рассеивающего к собирающему режиму работы ЗЭМ. Характеристики объектива исследовались в работе [45].

Электронная пушка в нем юстируется относительно оси системы, конденсор — электростатический. В микроскопе применен двух-, трех- или пятиэлектродный иммерсионный объектив (ускоряющее напряжение 0...50 кэВ, вакуум до 10^{-6} мм рт. ст.). Внутривакуумное фотографирование используется и в более простом приборе.

Прямые ЗЭМ сконструированы Хейденрейхом с соавторами. Вначале была разработана стеклянная модель, а затем металлическая конструкция. Применение зеркала, наклоненного под углом 45° к оси системы и находящегося под прозрачным люминесцентным экраном, позволило избежать масштабных искажений при внешнем фотографировании. Устройство для коррекции масштаба при фотографировании описано в работе [45].

Прямая конструкция ЗЭМ с ускоряющим напряжением до 10 кВ для исследования полупроводников была построена Э. Играсом. В нем образец заземления, его температура может варьироваться в интервале 77...1300 K.

В микроскопе с магнитными линзами, сконструированном Барнеттом и Никсоном, используется двухэлектродная зеркальная система (образец + + диафрагма) с магнитной объективной линзой и двойной магнитный конденсор. Двухлинзовая проекционная система формирует бездисторсионное изображение в диапазоне увеличений от 25× до 2500×. Аналогичный прибор JEM-MI разработан и с 1968 г. серийно выпускается фирмой Jeol (Япония). В отличие от JEM-MI, в приборе JEOL установлены трехэлектродный объектив (образец + промежуточный электрод + анод) и камера для внутривакуумного фотографирования на плоскую пленку. Ускоряющее напряжение 15 или 35 кВ (его стабильность $3 \cdot 10^{-4}$ мин$^{-1}$), вакуум $5 \cdot 10^{-5}$ мм рт. ст., разрешение около 1000 Å.

В приборах прямой конструкции нельзя получить сфокусированное изображение, а яркость «теневого» изображения при больших полезных увеличениях слишком мала. Поэтому в настоящее время вновь возрос интерес к микроскопам с разделением пучков. А. Майер, предложивший ЗЭМ прямой конструкции, построил затем прибор с полным углом разделения 30°. В нем катод электронной пушки заземлен, образец находится под малым отрицательным или положительным потенциалом, а колонна — под высоким положительным. Тем не менее прибор вполне безопасен в работе, так как все высоковольтные детали заключены в защитные экраны из оргстекла. Диафрагмы четырехэлектродного иммерсионного объектива юстируются с помощью прецизионных стеклянных трубок. Все напряжения стабилизированы. Прибор снабжен автоматической вакуумной системой, оборудован дистанционным управлением для перемещения держателя образца в трех перпендикулярных направлениях.

Микроскоп классической конструкции (с заземленной колонной) был создан Шварце в ГДР. Для разделения пучков используется магнитная призма с малым астигматизмом даже при сравнительно больших углах отклонения (угол отклонения в приборе 37,5°). Конденсорная и проекционная линзы магнитные, длиннофокусные. Стабилизированное ускоряющее напряжение 6...36 кВ, вакуум порядка 10^{-5} мм рт. ст. Зеркальная система двух- или трехэлектродная (образец и диафрагмы). Максимальное увеличение 2100× достигается при использовании двухэлектродного зеркального объектива с диафрагмой диаметром 1 мм, находящейся на расстоянии 2 мм от образца (проекционное увеличение также максимально). Максимальная напряженность поля у поверхности образца 120 кВ/см. Разрешение микроскопа не ниже 2000 Å. Можно получать как «теневые», так и сфокусированные изображения поверхности образца.

В более сложном приборе Бока с разделением пучков изображающий электронный пучок проходит через четыре магнитные призмы, возвращающие его на оптическую ось. Увеличение сфокусированных или «теневых» изображений от 250× до 4000×. Применение четырех призм с последовательно

включенными обмотками позволило практически свести к нулю хроматическую аберрацию, отклонения при стабильности тока почти на два порядка ниже, чем при использовании одной призмы. Астигматизм отклонения корректируется стигматором, смонтированным на последней линзе. Ускоряющее напряжение 0...30 кВ.

Несравненно проще «сферическое электронное зеркало». Так, например, в приборе О.М. Артамонова легко достигается большая напряженность тормозящего поля вблизи объекта (вплоть до 107 В/см) без возникновения пробоев, но в таком микроскопе можно получить лишь «теневые» изображения и притом с малым полем зрения (сравнительно большие искажения возникают уже на малых расстояниях от оптической оси). Такой ЗЭМ удобен как простой и доступный лабораторный прибор.

Микроскоп с разделением пучков для исследования полупроводников сконструирован Э. Играсом и Т. Варминьским и выпущен серийно в Польше. Основные параметры прибора: ускоряющее напряжение 10–25 кВ, рабочий вакуум 10^{-5} мм рт. ст., увеличение — до 2000×, разрешение — около 2000 Å; температуру образца можно менять от 77 до 600 К.

Универсальный ЗЭМ с разделением пучков, сконструированный Хейденрейхом, предназначен в основном для исследования микрополей и работает в проекционном (теневом) режиме, обеспечивающем максимальную чувствительность к полям. Большая камера образца дает возможность нагревать, охлаждать, деформировать, намагничивать образец, напылять на него тонкие пленки и очищать поверхность с помощью ионной пушки, пропускать регулируемый ток по поверхности образца. Ускоряющее напряжение 5...30 кВ, максимальное увеличение 3000×, разрешение около 1000 Å.

В последнее время разрабатываются разнообразные комбинированные приборы, в том числе эмиссионно-зеркальные. Один из первых микроскопов такого рода построен в Чехословакии. Он позволяет получать термо-, фото-, автоэмиссионные и зеркальные изображения массивных объектов. Аналогичный универсальный прибор был сконструирован в СССР на базе просвечивающего электронного микроскопа ЭМ-7. В приборе используется пятиэлектродный иммерсионный объектив и ионная пушка для получения вторично-эмиссионных изображений. Авторам удалось зафиксировать рекордное разрешение 800 Å на зеркальном изображении пленки золота.

Сложный лабораторный комбинированный прибор, разработанный Никсоном с сотрудниками, можно использовать как просвечивающий микроскоп, электронограф, эмиссионный или зеркальный микроскопы.

Новый прибор, представляющий собой комбинацию зеркального микроскопа с электронографами для быстрых и медленных электронов, разрабатывается во Франции. Вакуум в этом приборе порядка 10^{-10} мм рт. ст., точность измерений поверхностных потенциалов до 0,1 мВ, локальность около 10 мкм. Прибор состоит из электронной пушки, отклоняющей магнитной призмы и двух электронных зеркал, одно из которых предназначено для сужения энергетического спектра отраженных электронов (примерно в 2 раза), а второе — для измерения локальных потенциалов на поверхности образца — отражателя этого зеркала.

Ведутся эксперименты с системой, состоящей из трех зеркал и магнитной призмы, обеспечивающей возвращение монохроматизированного (после трех отражений) электронного пучка на первоначальную ось. Интенсивно разрабатываются в последние годы также растрово-зеркальные микроскопы, которые, обладая всеми достоинствами РЭМ, гораздо более чувствительны к поверхностным микрополям, чем обычные РЭМ. Некоторые из разработанных приборов могут работать и как обычные зеркальные микроскопы, в которых изображение формируется одновременно, а не поэлементно.

Виды отображения результатов

Отображение геометрического рельефа и электрических микрополей. Рельеф поверхности или электрические микрополя на электроде-отражателе искажают плоские эквипотенциальные поверхности однородного тормозящего поля иммерсионного объектива, что приводит к модуляции по скоростям и по плотности отражающегося электронного пучка (рис. 1.114). Поскольку выпуклая эквипотенциальная поверхность в тормозящем поле действует на электроны так же, как рассеивающее зеркало на световой пучок, «бугорок» на поверхности образца будет отображаться на экране ЗЭМ (в теневом рассеивающем режиме) в виде темного пятна со светлой окантовкой, в то время как «впадина», или положительно заряженный участок поверхности, будет фокусировать электронный пучок, и на экране появится светлое пятно. Тонкая структура становится заметной только при отражении электронов на малом расстоянии от поверхности образца. Если должны не только наблюдаться, но и интерпретироваться тонкие детали, то необходимо

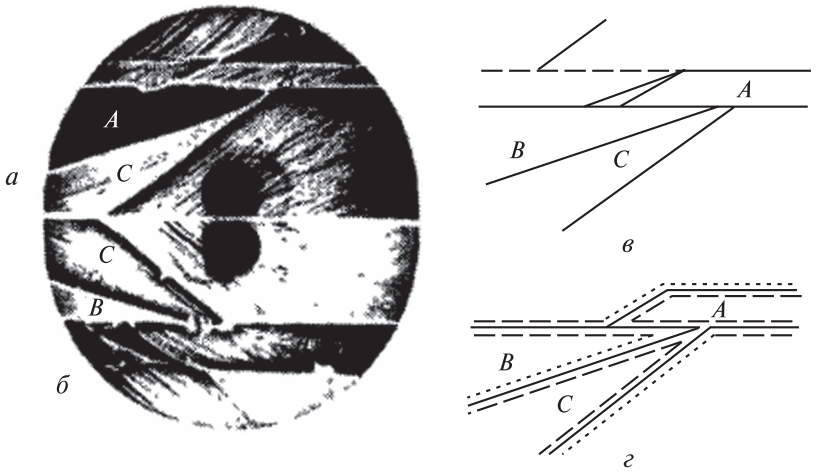


Рис. 1.114. Отображение ступенек скола на NaCl:

а, *б* — электронно-зеркальное изображение соответствующих поверхностей скола; *в* — светооптическое изображение; *г* — схема смещения зеркального изображения ступенек (штриховая линия) относительно светооптического изображения (сплошные линии); *A, B, C* — однотипные области

предотвратить их перекрытие грубой структурой, т. е. их поверхность должна быть хорошо отполирована. При изменении напряжения смещения нельзя одновременно получить «резкое» отображение (острие каустики в плоскости экрана) мелких и грубых деталей рельефа. В то время как светооптическое изображение «двухмерно» (малая глубина резкости) ЗЭМ дает «пространственное» изображение рельефа, так как электронно-оптический показатель преломления $\eta \sim \frac{C}{1/3}$ изменяется плавно.

Несмотря на большое сходство формирования изображения электрических микрополей и геометрического рельефа, существует важное для практических применений различие между ними: «геометрический» контраст улучшается с ростом напряженности E_x тормозящего поля, а «электрический» — ослабевает.

Несколько иной подход к проблеме отображения потенциальных и геометрических рельефов в ЗЭМ, разрабатываемый в последние годы рядом исследователей, это *метод спектральных характеристик*. Зеркальная электронно-оптическая система рассматривается как некоторый фильтр, обеспечивающий более или менее искаженную передачу спектра пространственных частот на образце, аналогично тому, как обычный радиотехнический фильтр пропускает ту или иную полосу временных частот. Поэтому определение чувствительности и контраста изображения, созданного зеркальной электронно-оптической системой, сводится к нахождению ее спектра пропускания, а точнее — нахождению ее частотно-контрастной (спектральной) характеристики.

Процесс формирования изображения, рассматриваемый с точки зрения передачи информации о структуре образца, можно разбить на три стадии:

1) модуляция носителей информации (электронов) изучаемой структурой;

2) перенос информации;

3) демодуляция.

В эмиссионном микроскопе с апертурной диафрагмой и в ЗЭМ со сфокусированным изображением демодуляция осуществляется срезанием отклоненных электронов краем диафрагмы, а в «теневом» ЗЭМ она происходит одновременно с переносом информации: электронный пучок, модулированный по скоростям исследуемым рельефом, перераспределяется по плотности. Оба вида демодуляции линейны лишь в узком диапазоне степени модуляции, причем теневое изображение — более чувствительный способ демодуляции. Спектральную характеристику в области $\nu_{\max}$ можно использовать только для очень грубых оценок, так как в этой области (при фиксированной амплитуде гармоник распределения потенциала) не выполняется условие малости микрополя, благодаря которому можно линеаризовать уравнения движения электрона и получить зависимость. Именно поэтому в работах спектральная характеристика строится лишь в узком диапазоне частот.

Вследствие весьма существенной нелинейности зеркальной системы ход спектральной характеристики отличается для положительных и отрицательных участков потенциального рельефа (см. выше сдвиг изображения в сторону

более положительных участков), поэтому приходится строить усредненную спектральную характеристику, что снижает достоинства рассматриваемого метода. Тем не менее экспериментальная проверка расчетных значений спектральной характеристики, проведенная О.М. Артамоновым с соавторами, показала вполне удовлетворительное совпадение теоретических и опытных данных.

Таким образом, реальную зеркальную электронно-оптическую систему можно также (с некоторыми допущениями) рассматривать как квазилинейный фильтр пространственных частот с ограниченной полосой пропускания (сильный завал высоких и низких частот).

Отображение магнитных микрополей. Путем сравнения с порошковыми фигурами было показано, что светлые участки на электронно-зеркальном изображении соответствуют местам с максимальным градиентом магнитного поля. В дальнейшем исследования с помощью ЗЭМ магнитных микрополей различного происхождения — доменных структур, полей звукозаписывающих устройств, полей записи на магнитофонных лентах, искусственных образцов с подмагничиванием — продолжил А. Майер. Он одним из первых дал качественный анализ проблемы «магнитного контраста» в ЗЭМ (расшифровка такого контраста сложнее, чем электрического) и описал некоторые признаки, позволяющие отличать изображения магнитных микрополей от изображения геометрического и электрического рельефа:

1) чувствительность ЗЭМ к магнитным полям увеличивается с удалением от электрического центра (центра области попадания электронов при положительном напряжении U);

2) если перемещать образец, то контраст изображения магнитной структуры изменяется на обратный при прохождении электрического центра;

3) под воздействием магнитного микрополя смещается пятно вторичной эмиссии;

4) радиальные магнитные структуры отображаются с бóльшим контрастом, чем протяженные в азимутальном направлении.

Разрешение и чувствительность

Строгое решение задачи о предельном разрешении δ зеркального микроскопа может быть получено только с позиций волновой механики, так как в точке поворота дебройлевская длина волны $\lambda > \infty$. Грубую оценку δ можно получить квазиклассическим методом из соотношения неопределенностей Гейзенберга. Например, для периодического распределения потенциала на образце (пространственный период $2\pi\alpha$ по осям x и по y):

$$\Psi_0 = \frac{1}{2}\exp\left(-\frac{Z}{a}-1\right)\left(\cos\left(x/a\right)+\cos\left(y/a\right)\right) =$$

$$= \frac{1}{2}\exp\left(-\left(Z+1\right)\right)\left(\cos X+\cos Y\right),$$

тогда приращение тангенциальной скорости

$$\Delta\left(\frac{dX}{dt}\right)=2\int_{Z_0}^{\infty}\left.\frac{\partial\Psi_0}{\partial X}\right|_{X_e}\frac{dZ}{\left(2\left(Z-Z_0\right)\right)^{\frac{1}{2}}}=-\left(\frac{\pi}{2}\right)^{\frac{1}{2}}\exp\left(-Z_0-1\right)\sin X_e,$$

где $X=\frac{x}{a}$; $Z=\frac{z}{a}$; a — характерная длина; $\Psi=\frac{\psi}{\left(aE_\infty\right)}$; ψ — потенциал, учитывающий возмущение на поверхности образца; E_∞ — напряженность асимптотически однородного поля объектива; $\Psi_0=\Psi$ для невозмущенного поля; Z_0 — координата поверхности нулевого полного потенциала для невозмущенного поля; t — время.

«Картина» поверхности образца появляется в том случае, если отклонение Δs отображающих электронов не меньше протяженности области возмущения. При $E_\infty = 100$ кВ/см минимальный разрешаемый пространственный период равняется 40 Å. По более точной оценке Вискотта, примерно 70 Å.

Анализ проблемы предельного разрешения идеализированного ЗЭМ без учета геометрически-оптических ограничений проведен Вискоттом. При $E_\infty = 100$ кВ/см в идеальном ЗЭМ должна разрешаться структура с периодом около 70 Å, а в протонном зеркальном микроскопе — 6 Å. Следует отметить своеобразную «анизотропию» разрешающей способности ЗЭМ. Прибор различает «ступеньки» очень малой высоты. Таким образом, в идеальном ЗЭМ при достаточно большой напряженности тормозящего поля $E_{\text{т.п}}$ можно путем подбора соответствующего напряжения смещения обнаружить геометрические «ступеньки» на поверхности образца высотой несколько ангстрем (без резкого ухудшения поперечного разрешения) или синусоидальное распределение потенциала с амплитудой несколько милливольт. «Анизотропная» разрешающая способность зеркального микроскопа была подтверждена экспериментально: Барц, Вейссенберг и Вискотт получили изображение решетки с глубиной штрихов 25 Å в приборе с поперечным разрешением около 1000 Å, а А. Майер наблюдал ступеньку скола по поверхности монокристалла стеарата бария высотой 24,4 Å. Электронно-зеркальный интерферометр позволяет измерять высоту ступенек с точностью до 0,05 Å.

Разброс энергий освещающего электронного пучка ухудшает разрешение: при использовании вольфрамового катода реально достижимое δ примерно равно 120...150 Å. Сильно ограничивает предельное разрешение изображения с достаточным полем зрения расходимость первичного пучка, обусловленная линейными размерами источника и влиянием отверстия в анодной диафрагме.

Применение ЗЭМ

Исследование контактных полей и полупроводников. Первой работой по исследованию контактных полей была работа Ортубера, который наблюдал «поля пятен» – контактные поля между никелевой подложкой и слоями Ba или BaO. Он же сконструировал первый фотопреобразователь: световое изображение создавало потенциальный рельеф на полупроводниковом слое PbS;

считывание рельефа проводилось с помощью ЗЭМ. Аналогичный фотопреобразователь создан на основе Se–Bi. С помощью ЗЭМ проводилось изучение «полей пятен» различной природы. В частности, в широком температурном интервале изучались «поля пятен» на вторичных эмиттерах и влияние этих полей на распределение по скоростям вторичных электронов; исследовались оксидные и Л-катоды. Электронно-зеркальные изображения сопоставлялись с термо- и фотоэмиссионными. Применение комбинированного эмиссионно-зеркального микроскопа дает возможность количественно оценивать распределение работы выхода по поверхности «пятнистых» эмиттеров.

Исследования диэлектриков. Идеальные изоляторы изучать в обычном ЗЭМ нельзя, так как поверхность образца быстро заряжается электронным пучком. Поэтому массивные образцы с удельным сопротивлением $3 \cdot 10^8$ Ом/см обычно предварительно покрывают тонкой пленкой металла или полупроводника с достаточной для стекания заряда поверхностной проводимостью, хотя в отдельных случаях удается стабилизировать потенциал поверхности исследуемого диэлектрика выравниванием электронного и ионного токов на образец, т. е. соответствующим подбором напряжения смещения.

Визуализация измерения магнитных полей. Большое число работ посвящено визуализации и измерению магнитных полей с помощью ЗЭМ. После исследований А. Майера, в которых показана возможность получать с помощью ЗЭМ изображения магнитных полей, а также сделаны первые попытки количественных оценок этих полей, была разработана в первом приближении, теория контраста изображений магнитных полей в ЗЭМ. Этот прибор в настоящее время используется не только как «микроскоп-вольтметр», но и в качестве «гауссметра».

Визуализировалась доменная структура различных ферромагнетиков и были сделаны попытки измерения распределения магнитного поля внутри доменных границ, но разрешение примененных ЗЭМ было недостаточно, а теоретическое обоснование метода расчета поля по изображениям еще отсутствовало. Во многих работах изучались поля магнитных головок различных типов, причем использовались описанные выше методы решения обратной задачи о контрасте изображений магнитных микрополей, что позволило измерять распределение магнитного поля над зазором головок.

Тесты к лекции 1.12

1. ***Что такое электронная микроскопия?***

а) совокупность электронно-зондовых методов исследования микроструктуры твердых тел, их локального состава и микрополей (электрических, магнитных и др.) с помощью электронных микроскопов;

б) совокупность оптических методов исследования микроструктуры твердых тел и жидкостей с использованием электронного монитора;

в) совокупность физико-химических методов исследования состава твердых тел и жидкостей с использованием электронного монитора.

2. ***Что такое трансмиссионная электронная микроскопия?***

а) просвечивающая микроскопия;

б) подготовительный этап электронной микроскопии;

в) заключительный этап электронной микроскопии.

3. ***Что такое растровая электронная микроскопия?***

а) сканирующая микроскопия;

б) контрастная микроскопия;

в) цветная микроскопия.

4. ***Что такое разрешающая способность?***

а) наименьшее расстояние между двумя элементами микроструктуры, видимыми на изображении раздельно;

б) степень резкости, которую может дать объектив;

в) величина, равная отношению фокусного расстояния к входному диаметру объектива.

5. ***Что такое светлопольное изображение?***

а) увеличенное изображение микроструктуры, сформированное электронами, прошедшими через объект с малыми энергетическими потерями;

б) название методики исследования, когда под образец подкладывают белый лист бумаги для увеличения контраста;

в) название методики исследования, когда образец освещают прямым белым светом.

6. ***Что называется хроматической аберрацией в электронной микроскопии?***

а) снижение скорости электронов после просвечивания объекта;

б) искажение цвета при отражении от исследуемого объекта;

в) рассеивание электронов по поверхности исследуемого объекта.

7. ***Что такое реплика в электронной микроскопии?***

а) тонкая, прозрачная для электронов, пленка из полимерного материала либо аморфного углерода, повторяющая микрорельеф массивного объекта или его скола;

б) вид отражения электронов от поверхности исследуемого объекта;

в) повторное исследование того же образца при тех же условиях.

8. ***Что является неотъемлемым элементом ЗЭМ?***

а) электронное зеркало;

б) конфокальное оптическое зеркало;

в) выпуклое оптическое зеркало.

9. ***Чему соответствуют светлые участки на электронно-зеркальном изображении образца?***

а) местам с максимальным градиентом магнитного поля;

б) местам с минимальным градиентом магнитного поля;

в) местам с максимальным градиентом электрического поля.

10. ***Как изменяется чувствительность ЗЭМ к магнитным полям с удалением от электрического центра?***

а) увеличивается;

б) уменьшается;

в) не изменяется.

1.13. РЕНТГЕНОСПЕКТРАЛЬНЫЙ МИКРОАНАЛИЗ

Цель лекции — изучение методов рентгеноспектрального анализа.

1.13.1. Физические основы рентгеноспектрального микроанализа

Под рентгеноспектральным микроанализом понимают определение элементного состава микрообъемов по возбуждаемому в них характеристическому рентгеновскому излучению. Рентгеноспектральный микроанализ основан на тех же принципах, что и «обычный» эмиссионный рентгеноспектральный анализ. Для анализа характеристического спектра в рентгеноспектральном микроанализаторе (РСМА) также используют два типа спектрометров (бескристальный либо с кристаллом-анализатором). Отличие РСМА в том, что возбуждение первичного излучения осуществляется в сравнительно малых объемах образца очень узким электронным зондом, подобным используемому в РЭМ. Поэтому базой для рентгеновского микроанализа служит электронно-оптическая система растрового электронного микроскопа.

При взаимодействии электронного зонда с образцом одним из возможных возбуждаемых сигналов является рентгеновское излучение, которое можно подразделить на тормозное и характеристическое.

Тормозное рентгеновское излучение возникает вследствие торможения первичных электронов в электрическом (кулоновском) поле атомов анализируемого материала. Кинетическая энергия первичных электронов в этом случае частично или полностью преобразуется в энергию рентгеновского излучения. Соответственно излучение имеет непрерывный спектр с энергией от нуля до энергии падающего электрона, и поэтому его еще называют непрерывным рентгеновским излучением. При рентгеноспектральном микроанализе тормозное излучение нежелательно, так как вносит основной вклад в увеличение уровня фона и не может быть исключено. Это вызывает необходимость оптимизации условий возбуждения излучения для получения наиболее высокого соотношения сигнал/фон и, следовательно, увеличения чувствительности прибора.

При проникновении первичных электронов в образец они тормозятся не только электрическим полем атомов, но и при непосредственном столкновении с электронами атомов материала. В результате этого первичные электроны могут выбивать электроны с внутренних *K*-, *L*- или *M*-оболочек, оставляя атом образца в энергетически возбужденном состоянии. Образующиеся вакансии заполняются переходами электронов с более высоких энергетических уровней. Атом переходит в основное состояние, избыточная

энергия выделяется в виде кванта рентгеновского излучения. Следует отметить, что при обозначении рентгеновского измерения учитывается, из какой оболочки испускается электрон, который заполняет образовавшуюся вакансию. При этом используют греческие буквы α, β, ..., с нумерацией 1, 2, 3, ... для установления различий между оболочками и подуровнями. Рентгеновское излучение, возникающее при электронных переходах, заканчивающихся на общем энергетическом уровне, составляет одну спектральную серию.

Энергия возникающего кванта зависит только от энергии участвующих в процессе электронных уровней, а они являются характерными для каждого элемента, поэтому возникает характеристическое рентгеновское излучение. Каждый атом имеет вполне определенное конечное число уровней, между которыми возможны переходы только определенного типа, характеристическое рентгеновское излучение дает дискретный линейчатый спектр. В качестве примера фрагмент подобного спектра приведен на рис. 1.115. Рентгеновские линии, возникающие при переходах электронов на одноименную оболочку, составляют одну спектральную серию (*K*-, *L*-, *M*-серии).

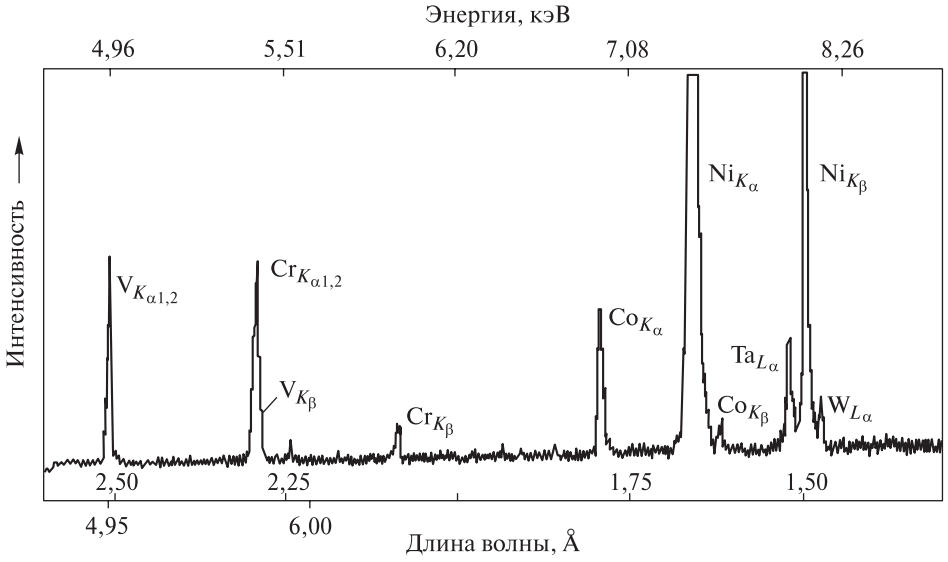


Рис. 1.115. Фрагмент спектра при рентгеноспектральном микроанализе

По закону Мозли, для рентгеновских линий внутри одной серии существует прямая зависимость энергии излучения от атомного номера химического элемента:

$$E = p(Z - q)^2,$$

где E — энергия; p, q — константы; Z — атомный номер эмиттирующего атома.

Если можно определить энергии или длины волн эмиттированного спектра, то можно сделать выводы об элементах, содержащихся в образце. Это основа рентгеноспектрального анализа. Если по характеристическому спектру можно определить интенсивность линий участвующих элементов (как правило, α-линий) и измерить их интенсивность, то на этой основе можно выполнить количественный анализ элементов [46].

Количественный рентгеноспектральный анализ обычно проводится методом трех поправок (*ZAF*), предложенный Р.Ф. Кастеном. В основе метода лежит измерение в одинаковых условиях интенсивности рентгеновского излучения *i*-го элемента образца (J_i) и эталона известного состава, содержащего данный элемент ($J_{(i)}$) за вычетом интенсивности тормозного рентгеновского излучения — фона. Весовая концентрация C_i элемента *i*

$$C_i = \frac{(ZAF)_i J_i}{J_{(i)} C_{(i)}},$$

где $C_{(i)}$ — весовая доля элемента в эталоне; Z_i — поправка на разность между средними атомными номерами образца и эталона, обусловленная отражением и торможением электронов; A_i — поправка на поглощение рентгеновского излучения в образце, определяется энергией зонда, углом выхода рентгеновского излучения и массовым коэффициентом поглощения для исследуемого элемента в образце; F_i – поправка на флюоресценцию за счет вторичного возбуждения рентгеновского излучения элемента *i* излучением других элементов и тормозным излучением.

Для определения значений поправок используются различные методы расчета, которые отличаются различной степенью точности, границами применимости и продолжительностью операций. Современная аппаратура обычно имеет несколько вариантов программы расчета поправок.

1.13.2. Устройство и работа рентгеноспектрального микроанализатора

При проведении спектрального микроанализа в систему РЭМ вводят рентгеновский спектрометр. Спектрометры могут быть различного типа. Если спектрометр определяет интенсивность излучения *J* как функцию длины волны *l*, то он относится к типу спектрометров волновой дисперсии, а если представляет *J* как функцию энергии *E*, то спектрометр волной дисперсии (СВД) — это энергетический дисперсионный спектрометр.

В спектрометрах волновой дисперсии возбужденное в образце рентгеновское излучение попадает на кристалл-анализатор и «отражается» от него под разными углами *q* в зависимости от длины волны *l* в соответствии с законом Вульфа — Брэгга. Отраженное излучение регистрируется пропорциональным счетчиком. С помощью спектрометра можно определить элементы с порядковыми номерами от $Z = 4$ (Be) до $Z = 92$ (U). Это требует регистрации

излучений с большим интервалом длин волн и соответственно применения легко заменяемого набора кристаллов.

Основой энергетического дисперсионного спектрометра (ЭДС) служит полупроводниковый детектор. Сигнал с детектора подается в многоканальный анализатор, который позволяет регистрировать и просматривать на экране монитора спектр, включающий пики от всех элементов, входящих в образец [47].

Большим преимуществом энергетических дисперсионных спектрометров является возможность одновременной обработки энергии всех падающих квантов. В результате этого для снятия рентгеновского спектра требуется всего лишь несколько минут, в то время как при работе со спектрометрами волновой дисперсии необходимо затратить на эту же операцию один или несколько часов. Недостатком ЭДС является примерно на порядок меньшее энергетическое разрешение по сравнению с СВД и возможность идентифицировать элементы, начиная только с порядкового номера $Z = 11$ (Na).

1.13.3. Подготовка объектов для исследований и особые требования к ним

В общем случае подготовка для анализа металлических образцов не вызывает особых трудностей. Они подготавливаются как обычные металлографические шлифы с использованием шлифования и последующей полировки. Однако поверхность образцов должна быть совершенно плоской, без рисок и рельефа. Наличие этих дефектов приводит к снижению точности определения концентрации элементов. Поэтому полировку следует выполнять исключительно механическую с использованием алмазных паст. При подготовке шлифов нельзя использовать абразивные материалы, содержащие элементы, входящие в состав исследуемых материалов. Абразивные частицы могут внедряться в поверхность образца. Например, нельзя использовать традиционные абразивы — оксиды хрома, алюминия или карбид кремния, если в состав материала входят Cr, Al или Si.

Следует учитывать, что при заливке шлифов в сплав Вуда или другие мягкие композиции возможно их «намазывание» на поверхность образца.

Необходимо избегать электрополировки и химического травления, так как они могут привести к образованию рельефа и вызвать опасность обогащения или обеднения компонентов поверхности вследствие селективного травления. Для того чтобы отыскать требуемое место образца в рентгеноспектральном микроанализаторе, можно после полировки слабо протравить образец и отметить требуемые места отпечатками микротвердости. Затем образец необходимо снова переполировать до такой степени, когда травление исчезнет, а маркировка останется.

В том случае, когда при заливке шлифов использовалась пластмасса, она должна быть удалена с поверхности образца, так как под воздействием электронного луча она испаряется и загрязняет аппаратуру.

При анализе неэлектропроводящих объектов на поверхность шлифа напыляют электропроводящие материалы: углерод, алюминий, золото. Иногда для этих целей используют серебро. Чаще всего применяют углерод, так как он не образует оксидных пленок и дешев.

В любом случае исследуемый образец должен быть идеально чистым. Это требование относится как к растровой электронной микроскопии, так и к рентгеноспектральному микроанализу. Прежде всего следует устранить контакт шлифованного участка образца с пальцами. Если выявится необходимость в дополнительной очистке поверхности образца, то для этого используют специальные промывочные средства, в том числе очистку с применением ультразвука.

1.13.4. Технические возможности рентгеноспектрального микроанализатора

Рентгеноспектральным микроанализом не удается определить в составе сплава легкие элементы с порядковым номером $Z < 4$. Аналогичные трудности возникают с выявлением элементов, когда на линии K-серии одного элемента накладываются линии L- или M-серии другого элемента.

Например, на линию K_L азота практически накладывается линия L_j титана. В этом случае прибор зарегистрирует суммарную интенсивность излучения, что приведет к ошибке в определении концентрации азота в сплаве.

Важной характеристикой рентгеноспектрального микроанализа является его локальность, т. е. объем вещества, в котором возбуждается характеристическое рентгеновское излучение. Он определяется в первую очередь диаметром электронного зонда на образце и зависит от ускоряющего напряжения и химического состава материала. Диаметр зонда обычно составляет 0,1...0,5 мкм. Для получения надежных результатов количественного анализа рекомендуется, чтобы исследуемый объект (фаза включения) имел размеры не менее 5 мкм.

Чувствительность метода (предел обнаружения) оценивается как доля элемента в массовых процентах, которая еще может быть выявлена в данной матрице. Она зависит от отношения интенсивности сигнала к уровню фона, т. е. от выбранной для анализа серии рентгеновских линий, продолжительности измерений, величины ускоряющего напряжения и в существенной мере от химического состава матрицы. Наилучший вариант анализа — когда определяется содержание элемента с большим порядковым номером Z в матрице с малым Z. В целом можно считать, что для элементов с $Z > 10$ достигается предел обнаружения на уровне 0,01 % (по массе) и ниже. Для элементов с меньшим значением Z он составляет только 0,1 % (по массе).

Точность количественного анализа определяется инструментальными ошибками, а также точностью внесения поправок.

Ошибка, вносимая корректировочным расчетом поправок, представляет собой систематическую ошибку, которая остается постоянной. Инструментальные ошибки, возникающие непосредственно в процессе измерений,

будут определять степень воспроизводимости анализа. В частности, на ошибки влияют следующие факторы: точность установки угла q спектрометра, соответствующего максимуму интенсивности рентгеновского излучения; стабильность работы электроники; статистика импульсов; качество подготовки шлифа; процессы диффузии и испарения при электронной бомбардировке образца; наложение линий спектра; правильность установки уровня фона.

В зависимости от задач исследования можно осуществлять анализ материала в точке, сканированием вдоль выбранной линии или по площади участка микрошлифа. Анализ распределения элементов может быть выполнен в качественном, полуколичественном и количественном виде.

Количественный анализ осуществляется в точке. Для его проведения подбираются определенные условия, обеспечивающие высокую чувствительность и точность анализа.

При качественном анализе определяется тип элементов, входящих в состав исследуемого участка образца. Если образец имеет несколько фаз (участков), химический состав которых неизвестен, то выполняется качественный анализ каждой фазы.

Качественный анализ обычно используется для определения характера распределения элементов по площади шлифа. Это реализуется путем получения рентгеновского растрового изображения, аналогично формированию изображений во вторичных электронах РЭМ. В тот момент, когда сигнал, свидетельствующий о наличии того или иного элемента, поступает на кинескоп прибора, на экране появляется светлая точка. Плотность точек является ориентировочной мерой концентрации исследуемого элемента. По этим данным можно приближенно судить о составе различных участков шлифа, в частности, о распределении элементов по границам зерен, составе вторых фаз и т. д. Следует учитывать, что малые количества элементов этим методом обнаружить нельзя, так как при сканировании продолжительность регистрации в каждой точке невелика, что приводит к ошибке счета. После качественного анализа часто проводят количественный анализ в отдельно выбранных точках. По полученным данным программное обеспечение позволяет определять тип фазы, исходя из ее химического состава.

Полуколичественный анализ реализуется, если требуется определить распределение элементов вдоль линий (линейный анализ). Он осуществляется сканированием поверхности образца электронным лучом в заданном направлении с одновременным получением на экране диаграммы изменения интенсивности рентгеновского излучения и, следовательно, концентрации анализируемого элемента. При использовании соответствующих эталонов можно задать масштаб концентрации, позволяющий полуколичественно оценить изменение концентрации. В современных микрозондах линейный анализ выполняется почти исключительно методом шагового сканирования, т. е. путем последовательного проведения анализа в отдельных точках. Таким образом, осуществляется количественное определение концентрации элементов с заданной точностью.

Рентгеноспектральный микроанализ используется для исследования распределения компонентов и примесей в сталях и сплавах. Отличительной особенностью РСМА по сравнению с другими методами химического анализа, например такими, как спектральный эмиссионный анализ, лазерный спектральный анализ, является его высокая локальность. В связи с этим применение РСМА оказалось весьма эффективным, а иногда и единственным способом при решении следующих задач:

– качественный и количественный анализ химического состава для идентификации различных фаз и включений;

– анализ распределения элементов для изучения дендритной ликвации, микросегрегаций и т. п.;

– определение толщины различных покрытий на изделиях, а также исследование диффузионных процессов, например при химико-термической обработке, спекании порошковых материалов и т. д.

В общем случае РСМА может быть использован для анализа металлов, стекол, керамики, различных композиционных материалов, а также широкого класса органических и биологических образцов [46].

Тесты к лекции 1.13

1. ***Что понимают под рентгеноспектральным микроанализом?***

а) определение элементного состава микрообъемов по возбуждаемому в них характеристическому рентгеновскому излучению;

б) определение цветового состава изучаемого вещества;

в) определение степени поглощения рентгеновского излучения изучаемым веществом.

2. ***О чем говорит закон Мозли для рентгеновских линий внутри одной серии?***

а) по закону Мозли, для рентгеновских линий внутри одной серии существует прямая квадратичная зависимость энергии излучения от атомного номера химического элемента;

б) по закону Мозли, для рентгеновских линий внутри одной серии существует обратная зависимость энергии излучения от атомного номера химического элемента;

в) по закону Мозли, для рентгеновских линий внутри одной серии существует линейная зависимость энергии излучения от атомного номера химического элемента.

3. ***Что является большим преимуществом энергетических дисперсионных спектрометров?***

а) энергия всех падающих квантов может быть обработана одновременно;

б) возможность идентифицировать элементы, начиная с порядкового номера (Na);

в) невысокие требования к квалификации обслуживающего персонала.

4. ***Какие элементы Периодической таблицы Д.И. Менделеева не удается определить в составе сплава рентгеноспектральным микроанализом?***

а) легкие элементы с порядковым номером меньше 4;

б) тяжелые элементы с порядковым номером больше 96;

в) нет ограничений.

5. ***Как оценивается чувствительность метода рентгеноструктурного анализа?***

а) оценивается как доля элемента в массовых процентах, которая еще может быть выявлена в данной матрице;

б) по отклонению стрелки прибора;

в) по уровню проходящего сигнала через образец.

6. ***Что определяется при качественном рентгеноструктурном анализе?***

а) тип элементов, входящих в состав исследуемого участка образца;

б) процентное содержание элементов, входящих в состав исследуемого участка образца;

в) содержание в граммах элементов, входящих в состав исследуемого участка образца.

1.14. ТРАВЛЕНИЕ

Цель лекции — изучение применения методов травления в приборостроении.

1.14.1. Травление материалов в жидких средах

Травление — процесс разрушения материала поверхности детали травителем.

Жидкостное травление деталей можно осуществлять химическим и электрохимическим способами. Участки поверхности детали, например, полупроводниковой пластины, не подлежащие травлению, защищают специальным покрытием — резистом (рис. 1.116).

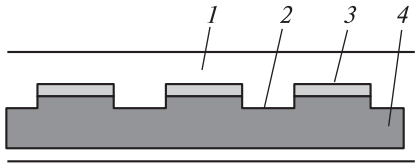


Рис. 1.116. Схема травления детали с участками, защищенными резистом:
1 — травильный раствор; *2* — протравленные участки; *3* — резист; *4* — деталь

Процесс травления состоит из пяти этапов:

1) диффузии реагентов к поверхности полупроводникового материала;

2) адсорбции реагентов поверхностью;

3) химического или электрохимического взаимодействия реагента с поверхностью;

4) десорбции продуктов реакции;

5) диффузии продуктов реакции от поверхности.

Скорость операции травления определяется скоростью самого медленного ее этапа. Скорость процесса травления

$$\omega = KCe^{-\frac{E}{kT}},$$

где K — константа скорости; C — концентрация молекул травителя, моль/л; E — энергия активации процесса травления, Дж/моль; k — постоянная Больцмана, Дж/К; T — абсолютная температура, К.

Скорость травления определяется концентрацией молекул травителя, энергией активации E и температурой T.

Следует отметить, что, например, поверхность такого чрезвычайно широко используемого в электронике металла, как медь, а также других металлов, имеет нарушения и неоднородности структуры, как и полупроводники, поэтому процесс травления пойдет по типу селективного.

В ПП это может привести к растравливанию меди, что недопустимо. Поэтому процесс переводят в полирующее травление, для этого искусственно затрудняют отвод продуктов реакции и подвод ионов травителя.

Тогда скорость травления описывается выражением

$$\omega_{\text{диф}} = K\left(C - C_1\right)e^{-\frac{E}{kT}},$$

где C_1 — концентрация молекул травителя у поверхности детали.

Скорость травления в этом случае ограничивается скоростью диффузии молекул травителя через разделительный слой, и избирательного растравливания материала не происходит. Таким образом обеспечивается процесс химического полирования меди и других металлов.

Травители, в которых самыми медленными этапами являются диффузионные, называются полирующими. Эти травители сглаживают шероховатости и выравнивают микрорельеф. Скорость травления существенно зависит от вязкости и перемешивания травителя и менее значительно от температуры.

Химическое полирование. Эффект полирования обусловлен наличием вязкой пленки продуктов реакции у поверхностей детали. Пленка создает условие для преимущественного растворения микровыступов за счет более короткого диффузионного пути частиц травителя к этим поверхностям (рис. 1.117).

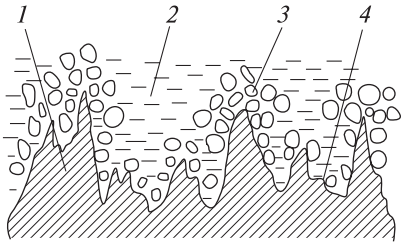


Рис. 1.117. Схема полирующего травления:

1 – микровыступ на вершине; *2* — травящий раствор; *3* — пузырьки газа; *4* — микровыступ во впадине

Процессы химического полирования сопровождаются бурным выделением газов и паров кислот или щелочей, в среде которых это происходит. Для удаления пузырьков рекомендуется осторожно перемешивать раствор или встряхивать детали в емкости. Это позволяет устранять скопление пузырьков газов на отдельных участках деталей, так как пузырьки газов снижают качество полирования — создают «рябь», напоминающую поверхность апельсиновой корки.

Избирательное травление. Травители, в которых самыми медленными являются поверхностные реакции, называются избирательными.

Скорость травления в них зависит от температуры, структуры и кристаллографической ориентации материала поверхности и не зависит от вязкости и перемешивания травителя.

Избирательные травители с неодинаковой скоростью травления в различных кристаллографических направлениях называются анизотропными, а с большой скоростью травления в области структурных дефектов — селективными.

Химическое травление поверхности подразделяют на следующие виды.

Изотропное, при котором происходит растворение материала с одинаковой скоростью по всем кристаллографическим направлениям. Травители, используемые для изотропного травления, называются *полирующие травители*.

Анизотропное, при котором происходит растворение материала с неодинаковой скоростью по различным кристаллографическим направлениям. Травители, используемые для анизотропного травления, называются *анизотропные травители*.

Селективное, при котором происходит растворение материала с повышенной скоростью травления в местах выхода на поверхность структурных дефектов. Травители, используемые для селективного травления, называются *селективные травители*.

Анизотропные и селективные травители являются избирательными травителями.

Химическое травление металлов и полупроводников является окислительно-восстановительным процессом. Этот процесс определяется электрохимическим рядом напряжений металлов (рис. 1.118).

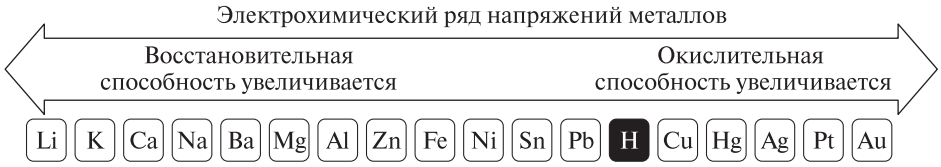


Рис. 1.118. Электрохимический ряд напряжений металлов

Металл, расположенный левее водорода, может растворяться в кислотах, т. е. восстанавливать водород, например:

$$Fe + H_2SO_4 \rightarrow Fe_2(SO_4)_3 + H_2\uparrow$$

Металлы, не восстанавливающие водород, предварительно должны быть окислены. В качестве окислителей используют кислород, галогены, ионы металлов, ионы водорода H+, сложные анионы $[CrO_4]_2$-, $[NO_3]$- , перекись водорода H_2O_2.

Следует отметить, что при повышенной температуре травителем может быть даже вода H_2O.

1.14.2. Химическое травление полупроводников

Химическое травление полупроводниковых пластин основано на процессах окисления их поверхности и растворения образовавшихся оксидов. Поэтому травильные смеси обычно состоят из окислителя, комплексообразователя (для образования растворимых соединений с оксидом), растворителя, ускорителя или замедлителя реакций окисления и растворения оксида и специальных добавок (например, обеспечивающих избирательное действие травителя).

Структура нарушенного слоя полупроводника после резки слитка на пластины показана на рис. 1.119.

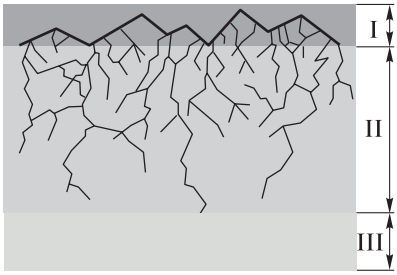


Рис. 1.119. Структура нарушенного слоя полупроводника после резки:
I — зона рельефа; II — зона трещин и дислокационных отложений; III — упругодеформированная зона

После резки слитка полупроводника на пластины на их поверхности остаются неровная зона рельефа, ниже которой располагается зона микротрещин и скоплений дислокаций, а еще ниже упругодеформированная зона. Прежде чем формировать полупроводниковые структуры в приповерхностном слое пластины, необходимо все эти три слоя удалить. Для этого используют последовательно различные методы шлифовки и полировки пластин.

Полирующим травлением удаляют нарушенный слой полупроводника после грубой обработки (резки, шлифовки, скругления края), а также очищают их от загрязнений (глубокое травление) в водном 20...30%-ном растворе KOH или NaOH при 95...125 °C. Травление кремния в щелочном травителе состоит из реакций его окисления до диоксида, гидратации и взаимодействия его со щелочью с образованием растворимых силикатов:

$$Si + 2H_2O \rightarrow SiO_2 + 2H_2$$

$$SiO_2 + nH_2O \rightarrow SiO_2 \cdot nH_2O$$

$$SiO_2 \cdot nH_2O + 2KOH \rightarrow K_2SiO_2 + (n + 1)H_2O$$

В ряде случаев полирующее травление, используемое для уменьшения остаточных нарушений на рабочей поверхности окончательно обработанных пластин, выполняют в смеси кислот фтористоводородной (плавиковой) HF, азотной HNO_3, уксусной CH_3COOH, при этом окислителем является азотная кислота:

$$Si + 4HNO_3 \rightarrow SiO_2 + 4NO_2 + 2H_2O$$

Фтористоводородная кислота служит комплексообразователем, который переводит диоксид кремния в тетрафторид кремния:

$$SiO_2 + 4HF \rightarrow SiF_4 + 2H_2O$$

Уксусная кислота является разбавителем и ингибитором (замедлителем реакции).

Химико-динамическая полировка полупроводниковых пластин

Для высококачественного полирования полупроводниковых пластин разработан специальный метод химического полирования. Этот вид обработки называют химико-динамической полировкой (ХДП).

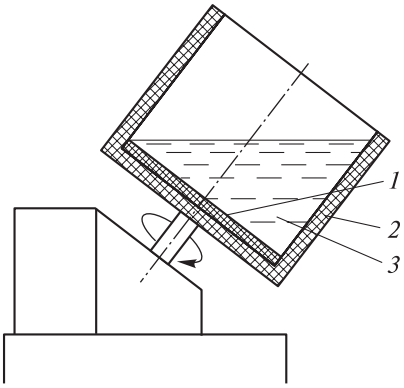


Рис. 1.120. Схема ХДП полупроводниковых пластин

Схема ХДП полупроводниковых пластин показана на рис. 1.120.

При травлении поверхность пластины *1*, помещенной во вращающийся стакан *2* специальной установки, омывается ламинарным потоком травителя *3*, что обеспечивает хороший доступ его к поверхности и отвод от нее продуктов химических реакций.

Анизотропное травление полупроводников

Анизотропным травлением получают микрорельеф (углубления различных конфигураций, мезаобласти) на поверхности полупроводниковых пластин, дифракционные решетки, разделительные канавки для диэлектрической изоляции и др.

Обычно это травление является локальным, т. е. выполняется через окна и дорожки в маскирующих пленках SiO_2, Si_3N_4, поэтому его скорость, форма углубления и боковое подтравливание зависят от кристаллографического направления их сторон.

Схемы ориентаций направлений среза полупроводниковых пластин и форма получаемых углублений в кремнии при различной ориентации представлены на рис. 1.121.

Анизотропное травление кремния проводят в водном растворе KOH концентрацией 300...350 г/л. При добавлении в щелочной травитель пропилового или изопропилового спирта температура травления снижается до 70...80 °С.

Для арсенида галлия используют кислые или щелочные растворы перекиси водорода и безводные растворы брома в диметилформамиде или метиловом спирте.

Составы травителей и режимы, рекомендуемые для полировки полупроводниковых подложек ориентации (100) и (111) приведены в табл. 1.14.

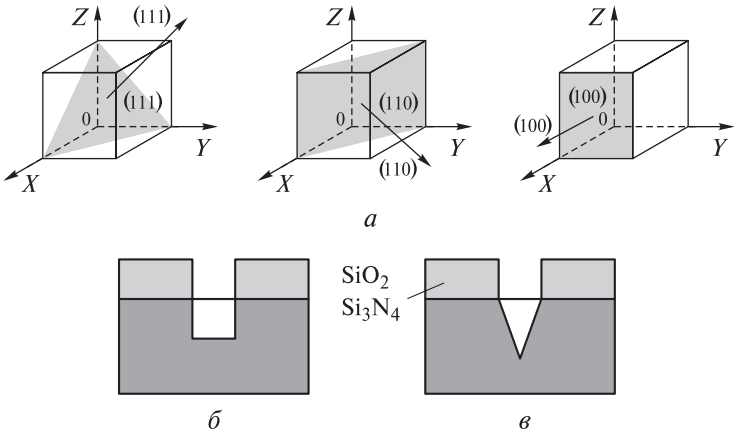


Рис. 1.121. Схемы ориентаций направлений среза полупроводниковых пластин (*а*) и форма получаемых углублений в кремнии ориентации (110) (*б*) и (100) (*в*)

Таблица 1.14

Составы травителей и режимы, рекомендуемые для полировки полупроводниковых подложек ориентации (100) и (111)

Состав травителя	Температура, °С	Скорость травления, мкм/мин	Характеристика поверхности после травления
$HF:HNO_3:H_2O$ = 1:3:2	25	60	Зеркальная поверхность типа апельсиновая корка. В темном поле видны продукты реакции (темные точки)
$HCl:HNO_3:H_2O$ = 3:1:2	25	0,2	На поверхности выявляются дислокационные ямки
$H_2O_2:HCl:H_2O$ = 4:40:1	25	2,0	Шероховатая поверхность
$H_2SO_4:H_2O_2:H_2O$ = 5:1:2	25	1,0	Шероховатая поверхность, характерные ямки травления
$HF:HNO_3:H_2O$ = 3:3:1	25	6	Поверхность примерно такая же, как при травлении в составе № 1
$K_3[Fe(CN)_6]$-KOH = = 1M:0.5M	60	1,8–2,0	Полированная поверхность, высота неровностей ~0,2 мкм
$HNO_3:H_3PO_4$ = 11:49	60	20	Зеркальная поверхность типа апельсиновая корка

Селективное травление применяют для выявления на поверхности пластин дислокаций, дефектов упаковки, точечных дефектов, линий скольжения, микроцарапин и микровыколов.

Для повышения избирательности действия в состав травителя вводят ПАВ, которые увеличивают разность между скоростями травления дефектного и бездефектных участков.

В качестве травителя для пластин кремния ориентации (111) используют смесь из 250 г хромового ангидрида CrO_3, 500 мл воды и 500 мл фтористоводородной кислоты HF, а ориентации (100) — бихроматный травитель, состоящий из 22 г $K_2Cr_2O_7$, 500 мл H_2O и 1000 мл HF.

Для селективного травления пластин арсенида галлия ориентации (111) применяют травитель, состоящий из двух частей H_2O, одной части CrO_3 и одной части HF с небольшой добавкой азотнокислого серебра $AgNO_3$, а ориентации (100) — расплав KOH при 300...350 °C. Для четкого выявления дефектов на протравленной поверхности время травления должно составлять 1...2 мин.

1.14.3. Химическое полирование металлов

Полировать металлы можно простым погружением детали в ванну с химическим раствором без применения электричества.

Состав раствора:

- концентрированная фосфорная кислота — 350 мл;
- концентрированная азотная кислота — 50 мл;
- концентрированная серная кислота — 100 мл;
- сернокислая или азотнокислая медь — 0,5 г.

Рабочая температура ванны 100...110 °C. Время полирования 0,5...4 мин.

Существенная роль в химическом полировании принадлежит электрохимическим процессам. Исследования показали, что при добавлении в раствор солей благородных металлов скорость растворения возрастает, так как на поверхности образуются как бы микрогальванические пары. Они увеличивают подвижность ионов.

Параметры химического полирования определяются главным образом природой металла детали, формой ее поверхности и характером травителя.

Поскольку скорость травления выступающих микровыступов или заусенцев намного выше, чем остальной поверхности образца, химическое травление используется как для снятия заусенцев, так и для заточки острия (рис. 1.122).

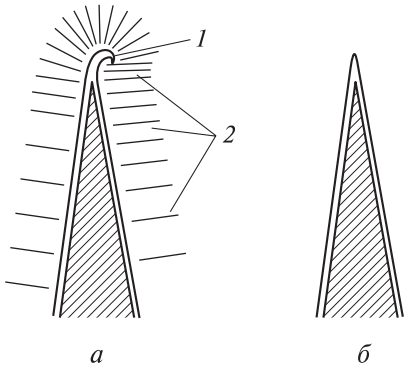


Рис. 1.122. Схема снятия заусенца химическим травлением:

а — до начала травления; *б* — после окончания травления; *1* — заусенец; *2* — поле воздействия травителя

Химическое полирование Al и Cu

Для химического полирования алюминия применяются в основном кислотные травители, в состав которых входят фосфорная, азотная, серная, уксусная, борная и лимонная кислоты.

Алюминиевые сплавы, содержащие цинк и медь, полируются неудовлетворительно. Кроме того, литьевые сплавы (алюминий с кремнием) не полируются химическим способом.

Для химического полирования меди и ее сплавов используют растворы на основе азотной, фосфорной и уксусной кислот. В таких растворах важным фактором является количество воды, потому что пропорция воды и кислот позволяет управлять процессом химического полирования.

Химическое полирование стали

Растворы полирования для стали содержат серную, азотную, фосфорную, уксусную и другие кислоты.

Для повышения вязкости в состав для полирования добавляют органические вещества: глицерин, желатин, декстрин.

Процесс полирования стали характеризуется периодическим выделением газов: кислорода O_2 и двуокиси углерода CO_2. При этом происходит циклическая пассивация пленки и ее растворение. Такое явление происходит при определенных концентрациях компонентов травителя, в частности при соотношении травителя и растворителя 1:3. При малых концентрациях травителя поверхность полируется, но вид имеет не блестящий, а матовый.

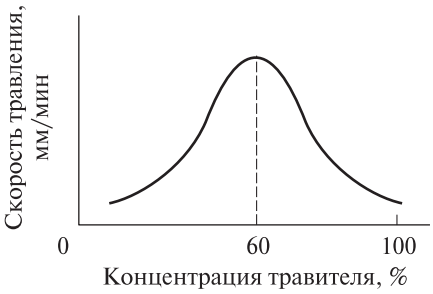


Рис. 1.123. Зависимость скорости травления от концентрации травителя [48]

Углеродистые стали полируют в смеси серной, азотной, фосфорной, соляной кислот.

Если травителя становится больше оптимального соотношения, то химическое полирование совсем прекращается (рис. 1.123).

Качество полировки поверхности зависит от структурных и физических параметров сплавов. Например, трудно полируются сплавы с крупнозернистой структурой, а также составы типа латуни (при этом латунь марки Л58 плохо полируется, а латунь марки Л63 хорошо полируется). Качественно полируются сплавы нейзильбер и мельхиор.

Химическое полирование целесообразно применять для обработки мелких, сложнопрофильных деталей, особенно из стальных сплавов.

В некоторых случаях процесс химического полирования применяют не для полирования, а для создания шероховатости поверхности.

Травильные растворы на основе хлорного железа

Растворы хлорного железа находят широкое применение в качестве травильных растворов для меди, медных сплавов, ковара и стали, в печатных схемах, при фотогравировке и полировке металлов.

Если ПП имеют защитное покрытие сплавом олово–свинец, то хлорное железо применять нельзя, так как оно разрушает покрытие.

Травильный раствор на основе хлорного железа представляет собой водный раствор хлорного железа концентрацией 400...500 г/л. Температура травления $T = 40$ °С. В травильном растворе в результате реакции гидролиза образуется свободная соляная кислота:

$$FeCl_3 + 3\,H_2O = Fe\,(OH)_3 + 3HCl$$

Для предотвращения образования нерастворимых осадков $Fe\,(OH)_3$ в травильный раствор обычно добавляют до 5 % соляной кислоты. Добавляют также вещества, способствующие смачиванию и исключающие вспенивание травителя.

В процессе травления происходят следующие химические реакции.

На поверхности меди, соприкасающейся с трехвалентным железом, ион Fe 3+ окисляет медь до хлористой меди с образованием зеленого хлористого железа:

$$FeCl_3 + Cu \rightarrow FeCl_2 + CuCl$$

В массе раствора хлористая медь CuCl далее окисляется до хлорной меди $CuCl_2$:

$$FeCl_3 + CuCl \rightarrow FeCl_2 + CuCl_2$$

Поскольку в травильном растворе образуется хлорная медь, динамическое равновесие реакции нарушается:

$$CuCl_2 + Cu \rightarrow 2CuCl$$

По мере использования травильный раствор истощается и скорость травления резко уменьшается (рис. 1.124). Практика показала, что когда раствор содержит 60 г/л или более растворенной меди, травление настолько замедляется, что травильный раствор приходится заменять.

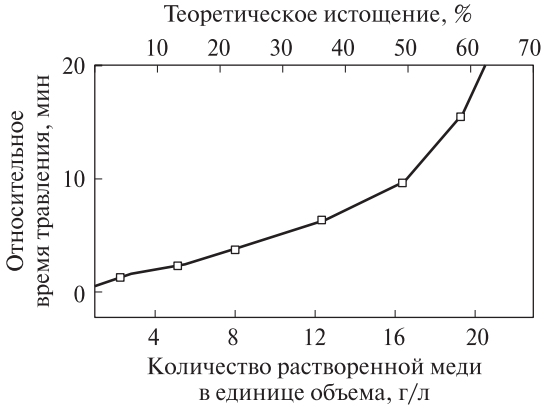


Рис. 1.124. Зависимость скорости травления меди от количества меди, перешедшей в травитель [49]

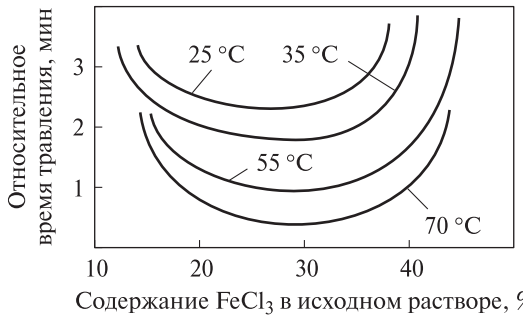


Рис. 1.125. Зависимость времени травления меди от температуры и концентрации травителя [49]

Скорость травления изменяется с изменением не только концентрации $FeCl_3$, но и температуры, химических добавок и интенсивности перемешивания. Зависимость времени травления от концентрации раствора при различных температурах приведена на рис. 1.125.

Травильные растворы на основе персульфата аммония $(NH_4)_2S_2O_8$

Травильные растворы на основе персульфата аммония применяют для травления меди при использовании фоторезистов и металлических резистов, в том числе и олово–никель, олово–свинец.

Достоинством персульфата аммония является то, что он не разрушает защитные покрытия, выполненные из металлорезистов.

Однако персульфату аммония присущ ряд недостатков:

- имеет более низкую устойчивость к разложению, чем хлоридные травители;
- дает большее подтравливание (боковой подтрав равен примерно толщине проводника).

Для ПП, покрытых оловянно-свинцовым припоем, состав травителя может быть следующим: персульфат аммония — 240 г/л и 96%-ная серная кислота — 16 мл. Применение этого раствора приводит к образованию на поверхности припоя нерастворимого защитного слоя сульфата свинца. Контроль качества раствора обычно состоит в анализе содержания растворенной меди.

Травильные растворы на основе хромовосерной кислоты

Данные травители являются предпочтительными для ПП, покрытых сплавом олово–свинец. Хотя эти растворы являются сильными окислителями, на слой припоя они не оказывают влияния вследствие образования нерастворимой пленки сульфата свинца. Этот травитель имеет несколько недостатков: скорость травления значительно ниже, чем при применении

других травителей; ванна истощается при накоплении примерно 35 г/л растворенной меди.

Следует учитывать, что хромовая кислота образуется при взаимодействии оксида хрома CrO_3 с водой:

$$CrO_3 + H_2O \rightarrow H_2CrO_4$$

Тогда реакцию травления меди в водном растворе смеси хромовой и серной кислот можно записать в следующем виде:

$$3Cu + 2CrO_3 + 6H_2SO_4 \rightarrow Cr_2(SO_4)_3 + 3CuSO_4 + 6H_2O$$

Практика показала, что перемешивание повышает скорость травления в данном травителе, но для этого лучше использовать наложение вибрации.

При перемешивании с помощью нагнетания воздушного потока скорость травления значительно меньше, кроме того, образуется токсичный туман и брызги. Пары травителя предельно агрессивны и приводят к выходу из строя оборудования, вызывая коррозию. Также разрушаются резиновые детали, шланги, перчатки.

Для предотвращения этого в травитель вводят противотуманные добавки или засыпают на поверхность пластмассовую крошку.

Не следует применять травитель CrO_3, если диэлектрик имеет фенольную основу (гетинакс), так как он может быть частично разрушен.

Тесты к лекции 1.14

1. ***Какой процесс называется травлением материала?***

а) процесс разрушения материала поверхности детали травителем;

б) процесс покрытия поверхности материала детали травителем;

в) процесс перехода материала травителя в материал поверхности детали.

2. ***Какими способами можно осуществлять жидкостное травление материалов?***

а) химическим и электрохимическим способами;

б) плазменно-химическим и адгезионным способами;

в) адсорбционным и трибохимическим способами.

3. ***Чем защищаются поверхности детали, не подлежащие травлению?***

а) резистом;

б) компаундом;

в) форезом.

4. ***Какими параметрами определяется скорость травления детали?***

а) концентрацией молекул травителя, энергией активации и температурой;

б) объемом травителя, энергией активации и температурой;

в) объемом травителя, каталитическим коэффициентом и температурой.

5. ***Каким образом обеспечивается процесс химического полирования меди и других металлов?***

а) процесс переводят в полирующее травление, для этого искусственно затрудняют отвод продуктов реакции и подвод ионов травителя;

б) процесс переводят в полирующее травление, для этого искусственно ускоряют отвод продуктов реакции и подвод ионов травителя;

в) процесс переводят в полирующее травление, для этого повышают концентрацию травителя и его температуру.

6. ***Чем объясняется эффект химического полирования?***

а) наличием вязкой пленки продуктов реакции у поверхностей детали, которая создает условие для преимущественного растворения микровыступов за счет более короткого диффузионного пути частиц травителя к этим поверхностям;

б) ускорением отвода продуктов реакции от поверхностей детали, которое создает условие для преимущественного растворения микровыступов;

в) ускорением подвода травителя к поверхности детали, в результате чего создаются условия для преимущественного растворения микровыступов.

7. ***Какие травители называются избирательными?***

а) травители, в которых самыми медленными являются поверхностные реакции;

б) травители, в которых самыми быстрыми являются поверхностные реакции;

в) травители, в которых самыми медленными являются объемные реакции.

8. ***Какие травители называют анизотропными?***

а) избирательные травители с неодинаковой скоростью травления в различных кристаллографических направлениях называют анизотропными;

б) избирательные травители с одинаковой скоростью травления в различных кристаллографических направлениях называют анизотропными;

в) избирательные травители с постоянной скоростью травления в различных кристаллографических направлениях называют анизотропными.

9. ***Какие травители называют селективными?***

а) избирательные травители с большой скоростью травления в области структурных дефектов называют селективными;

б) избирательные травители с маленькой скоростью травления в области структурных дефектов называют селективными;

в) избирательные травители с одинаковой скоростью травления во всех направлениях в области структурных дефектов называют селективными.

10. ***О чем говорит электрохимический ряд напряжений металлов?***

а) металл, расположенный левее водорода, может растворяться в кислотах;

б) металл, расположенный правее водорода, может растворяться в кислотах;

в) металл, расположенный правее водорода, может растворяться в щелочах.

11. ***Из каких зон состоит структура нарушенного слоя полупроводника после резки?***

а) из зоны рельефа, зоны трещин и дислокационных отложений и упругодеформированной зоны;

б) из шлифованной зоны, протравленной зоны и зоны диффузии;

в) из полированной зоны, зоны фотошаблона и эпитаксиальной зоны.

1.15. ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКОЕ ПОЛИРОВАНИЕ

Цель лекции — изучение методов электрохимического полирования.

1.15.1. Механизм анодного растворения при электрохимическом полировании

Электрохимическое полирование (ЭХП) было открыто в 1911 г. русским химиком Е.И. Шпитальским, который работал в Московском университете, и ему была выдана привилегия на «способ придания поверхностям металлов и гальванических осадков металлов полировано-блестящего вида».

Электрохимическим полированием называется процесс отделки поверхности токопроводящих деталей, приводящий к уменьшению шероховатости и появлению зеркального блеска электрохимическим способом (рис. 1.126).

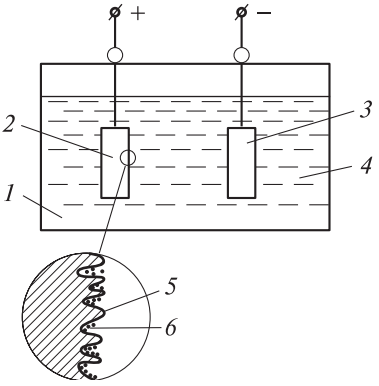


Рис. 1.126. Схема электрохимического полирования:

1 — ванна; *2* — обрабатываемая заготовка; *3* — пластина-электрод; *4* — электролит; *5* — микровыступ; *6* — продукты анодного растворения

Удаление металла при электрохимическом полировании происходит под действием электрического тока в среде электролита без непосредственного контакта катода (инструмента) и заготовки.

В основе процесса ЭХП лежит явление анодного растворения металла. Анодное растворение может протекать в электролитах различного состава, в том числе в неагрессивных электролитах — водных растворах хлорида натрия, нитрата натрия и др. Эти соли дешевы и безвредны для обслуживающего персонала.

При растворении в воде, например, солей молекулы распадаются на положительные (катионы) и отрицательные (анионы). Молекулы воды поляризуются и располагаются в виде сферы вокруг какого-то центрального иона (рис. 1.127).

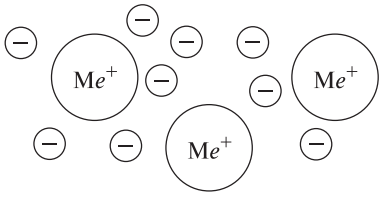


Рис. 1.127. Схема растворения солей

Если электроды погружены в электролит, то на их поверхности протекает обратимая реакция (рис. 1.128):

$$\mathrm{M}e \rightarrow \mathrm{M}^{en+} + ne,$$

где n — валентность металла; M^{en+} — ион в растворе; e — электрон.

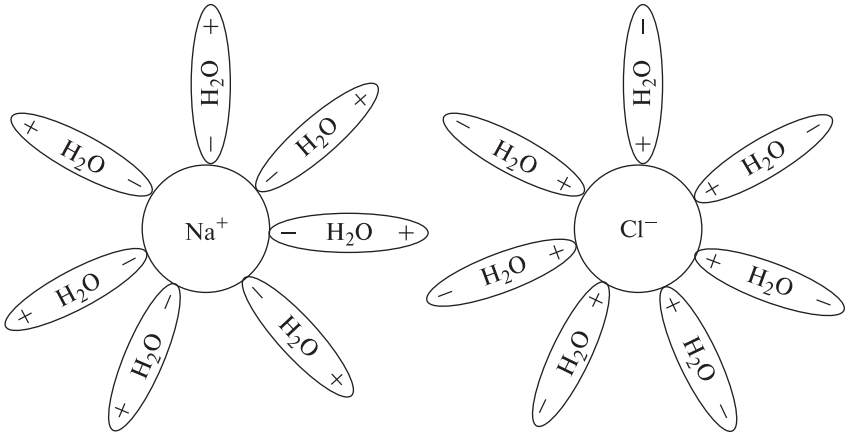


Рис. 1.128. Схема распределения ионов в электролите

На поверхности металла возникает положительный заряд, и к нему притягиваются отрицательно заряженные ионы из раствора. На границе электролита с металлом образуется так называемый двойной электрический слой (рис. 1.129), подобный тому, какой возникает на обкладках конденсатора. Один слой представляет собой поверхностные заряды на положительном электроде в металле (+), другой — ионы в растворе (–). За счет этого на электродах возникают скачки электрического потенциала.

При подключении электродов к источнику напряжения ионы начинают перемещаться в электрическом поле через межэлектродный промежуток от электрода к электроду.

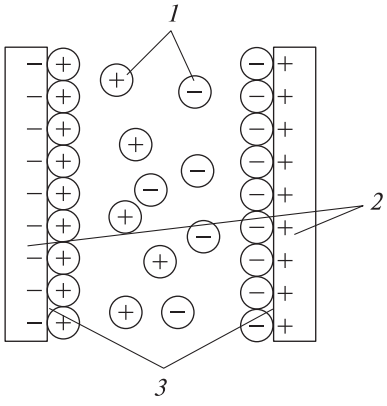


Рис. 1.129. Схема образования двойного электрического слоя на границе металла и электролита:

1 — ионы электролита; *2* — отрицательный и положительный электроды; *3* — область двойного электрического слоя

Протекание процесса электрохимического полирования становится возможным, если приложить внешнее напряжение, превышающее разность $\varphi_a - \varphi_к$, где φ_a, $\varphi_к$ — скачок потенциала на аноде и на катоде соответственно.

На катоде происходит ускоренное разложение молекул воды с выделением молекулярного водорода:

$$H_2O + e \rightarrow H^+ + OH^-$$

$$H^+ + H^+ \rightarrow H_2$$

На аноде справедлива следующая схема перехода металла в нерастворимый гидроксид:

$$Me - ne \rightarrow M^{en+}$$

$$M^{en+} + n\,OH^- \rightarrow Me\,(OH)\,n \downarrow$$

Одновременно образуется молекулярный кислород:

$$2OH^- + 2e \rightarrow H_2O + O^+$$
$$O^+ + O^+ \rightarrow O_2 \uparrow$$

Молекулярный водород и кислород поднимаются на поверхность электролита и отсасываются вытяжной системой вентиляции.

1.15.2. Требования, предъявляемые к электролитам для электрохимического полирования

Для хороших технологических показаний процесса ЭХП необходимо соблюдение следующих условий:

– в электролите не должны протекать совсем или протекать в минимальном объеме побочные реакции, поскольку это снижает производительность;

– растворение заготовки должно происходить только в зоне обработки;

– на всех участках обрабатываемой поверхности должен протекать расчетный ток;

– содержащиеся в водном растворе электролита анионы и катионы должны хорошо диссоциировать при любых условиях;

– необходимо, чтобы потенциал материала электрода был более положителен, чем потенциал осаждения катиона. Это требуются для того, чтобы катод не покрывался слоем металла;

– необходимо обеспечение в ходе реакции в электролите перехода продуктов реакции анодного растворения в нерастворимое состояние;

– скорость образования пассивной анодной пленки и скорость ее растворения должны быть равны;

– толщина удаляемого слоя при полировании должна быть минимальной;

– электролит не должен быть агрессивным к металлу при отсутствии тока; для предотвращения разъедания металла в момент выключения тока вводится окислитель;

– электролит должен обеспечивать полирование в широком диапазоне температур и плотности тока и иметь продолжительный срок службы;

– в процессе полирования выделение вредных газов недопустимо.

При прохождении тока через электролит у поверхности анода образуется жидкий слой из продуктов анодного растворения, имеющий повышенную вязкость и большое электрическое сопротивление (рис. 1.130). Толщина этой вязкой жидкой пленки неодинакова на различных участках шероховатой поверхности: в углублениях она больше, чем на выступах

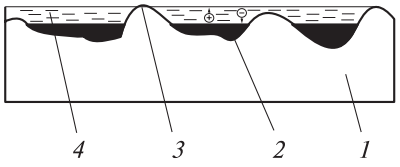


Рис. 1.130. Схема образования вязкого слоя у поверхности анода:

1 — деталь (анод); *2* — вязкая жидкая пленка в углублении; *3* — выступ; *4* — электролит

Вследствие неравномерной изоляции поверхности анода происходит и неравномерное распределение электрического тока на ней. На выступах устанавливается более высокая плотность, чем на впадинах. Поэтому выступы растворяются более интенсивно, что в итоге приводит к выравниванию шероховатой поверхности.

1.15.3. Характеристика электрохимического процесса

При ЭХП в зависимости от конкретных условий на аноде электролитической ванны могут происходить следующие процессы:

- растворение металлического анода;
- окисление металла анода;
- выделение газообразного кислорода;
- окисление различных веществ — компонентов раствора.

На участке *AB* (рис. 1.131) плотность тока увеличивается пропорционально приложенному напряжению. Анод при этом находится в активном состоянии (анод растворяется).

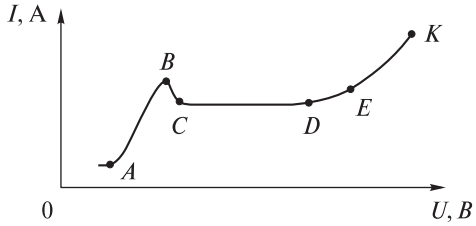


Рис. 1.131. Характеристика процесса ЭХП [48]

Участок *BC* соответствует нестабильному состоянию процесса. При этом происходит пассивация анода и формируется вязкий слой электролита.

На участке *CD* протекает процесс полирующего травления анода. Вязкий слой стабильный и участки анода находятся в пассивированном состоянии (образуется пассивная пленка), и идет травление выступающих участков.

На участке *DE* плотность тока повышается за счет разрядов анионов OH^-. Все это сопровождается выделением кислорода.

Участок *EK* не является рабочим участком ЭХП. Такие режимы используют для создания обратных процессов.

Процесс протекает при следующих режимах: температура $T = 70...95$ °С, плотность тока $J = 2{,}5...10$ А/дм^2 (возможны до 100 А/дм^2), напряжение $U = 7...15$ В. При ЭХП применяют ток такой плотности, при котором вместе с растворением анода происходит разряд анионов: OH-, SO_4--, PO_4---.

При меньших плотностях тока металл просто растворяется. Если плотность тока слишком велика, то происходят отрицательные явления: перегрев, бурное выделение газов на аноде, сильное растравливание металла. Температура электролита — очень важный технологический параметр, если она чересчур низкая, то увеличивается вязкость прианодного слоя, при этом

ухудшается диффузия через прианодный слой и требуется повышенное напряжение в ванне.

Повышение температуры снижает вязкость прианодного слоя, при слишком большой температуре наблюдается простое травление металла.

Эффективное полирование зависит также и от времени. Увеличение длительности процесса не улучшает качество полировки, а, наоборот, приводит к растравливанию отдельных участков.

Необходимо установить оптимальную длительность процесса полировки, которая зависит от состояния поверхности металла, свойств металла, свойств электролита, от токовых и температурных режимов.

Для процесса важно правильно подобрать размеры, форму и материал катодов. Площадь катода должна быть в 2–5 раз больше полируемой детали.

Форма катода применяется чаще всего плоская, но для полирования детали сложной формы применяют профильные катоды. Материал катода должен быть химически устойчив к электролиту.

Подвесные приспособления рекомендуется выполнять из того же материала, который полируется.

1.15.4. Некоторые области применения электрохимического полирования

Методы ЭХП находят широкое применение (рис. 1.132) в различных областях.

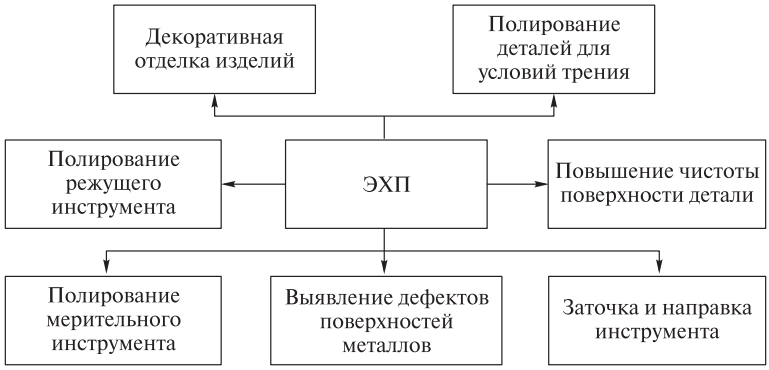


Рис. 1.132. Классификация методов применения ЭХП

Одной из возможностей ЭХП является придание блеска поверхности металла, независимо от класса его чистоты. Лучший декоративный вид поверхности достигается при ЭХП изделий цилиндрической или сферической формы, хуже — плоских изделий, особенно больших размеров.

Благоприятное влияние, которое оказывает ЭХП на фрикционные свойства металла, позволяет использовать этот процесс для чистовой обработки деталей, работающих в условиях трения.

Толщина удаляемого слоя может быть выдержана с достаточной точностью, что позволяет сохранить требуемые размеры инструмента. Благодаря

преимущественному растворению микровыступов повышается чистота поверхности режущих граней и улучшаются условия их работы. Последнее обстоятельство облегчает сбегание стружки и уменьшает нагрев инструмента в процессе резания.

При полировании измерительного инструмента ЭХП может выполнять роль доводочной операции. При точном соблюдении режима электролиза удается производить инструмент, удовлетворяющий требованиям классов точности 1 и 2.

В медицинской промышленности ЭХП применяют для направки некоторых хирургических инструментов. Инструменты помещают в ванну под током так, чтобы в электролите находилась лишь рабочая часть инструмента.

Интенсивность сглаживания микронеровностей зависит от природы металла, чистоты его поверхности и условий электролиза.

Электрохимическое полирование является своеобразным методом дефектоскопии. В результате анодного растворения металла удаляется его поверхностный слой, скрывающий дефекты. Размеры пор, трещин и раковин увеличиваются настолько, что их можно заметить даже невооруженным глазом. Также ЭХП может быть использовано при контроле качества сварных швов на деталях, для выявления поверхностных трещин, образовавшихся при термической обработке деталей.

Характерные дефекты электрополированных поверхностей:

– точечное травление поверхности; питтинг; неглубокие язвы очертаний; непрозрачные пленки различного цвета; слабый блеск и недостаточное сглаживание шероховатости; полосчатость; растравливание поверхности металла; пятна в месте контакта детали с подвеской;

– дефекты, обусловленные недостатками самого материала металла или полупроводника, неверными условиями электрополирования, плохим качеством очистки поверхности и качествами электролита;

– наличие загрязнений или неоднородности материала приводит к появлению участков оксидных или солевых пленок;

– неравномерность движения электролита по поверхности деталей или неправильное взаимное расположение деталей и электродов может вызвать как снижение точности обработки, так и искажение геометрической формы деталей вследствие неравномерного растворения металла;

– направленное движение газовых пузырьков по поверхности деталей может быть причиной «полосатости» поверхности;

– пониженное напряжение также может вызвать растравливание поверхности деталей.

Тесты к лекции 1.15

1. ***Какой процесс называется ЭХП?***

а) процесс отделки поверхности токопроводящих деталей, приводящий к уменьшению шероховатости и появлению зеркального блеска электрохимическим способом;

б) процесс полировки поверхности детали путем трения о поверхность полировальника в среде электролита;

в) процесс отделки поверхности токопроводящих деталей, приводящий к осаждению на поверхность детали тонкого слоя атомов из электролита.

2. ***Что лежит в основе ЭХП?***

а) явление анодного растворения металла;

б) явление катодного растворения металла;

в) явление взаимодействия поверхности детали с поверхностью полировальника в среде электролита.

3. ***При каком внешнем напряжении процесс ЭХП становится возможным?***

а) при приложении внешнего напряжения, превышающего разность скачка потенциала на аноде и скачка потенциала на катоде;

б) при приложении переменного внешнего напряжения;

в) при приложении двуполярного импульсного внешнего напряжения.

4. ***Что при ЭХП растворяется интенсивнее: выступы или впадины?***

а) выступы;

б) впадины;

в) все растворяется одинаково.

5. ***Как увеличение длительности ЭХП влияет на качество поверхности детали?***

а) приводит к растравливанию отдельных участков;

б) приводит к повышению качества поверхности детали;

в) не влияет на качество поверхности детали.

6. ***Какая примерно должна быть площадь катода при ЭХП?***

а) должна быть в 2–5 раз больше полируемой детали;

б) должна быть равна полируемой детали;

в) должна быть в 2–5 раз меньше полируемой детали.

7. ***К каким дефектам приводит наличие загрязнений при ЭХП?***

а) приводит к появлению участков оксидных или солевых пленок;

б) приводит к появлению растравов;

в) приводит к деформации поверхности детали.

8. ***К каким дефектам может привести неравномерность движения электролита при ЭХП?***

а) может вызвать как снижение точности обработки, так и искажение геометрической формы вследствие неравномерного растворения металла;

б) может вызвать появление оксидных пленок на поверхности детали;

в) может вызвать потемнение поверхности детали.

9. ***Что может быть причиной такого дефекта, как «полосатость»?***

а) направленное движение газовых пузырьков по поверхности деталей;

б) пульсация напряжения;

в) неправильное расположение катода.

10. ***Что может вызвать растравливание поверхности?***

а) пониженное напряжение;

б) пульсация напряжения;

в) переменное напряжение.

1.16. ОСНОВЫ ВАКУУМНОЙ ТЕХНИКИ

Цель лекции — изучение особенностей применения вакуумной техники в приборостроении.

1.16.1. Введение в вакуумную технику

Ва́куум (от лат. *vacuus* — пустой) — пространство, свободное от вещества. В технике и прикладной физике под вакуумом понимают среду, состоящую из газа при давлении значительно ниже атмосферного.

Вакуум характеризуется соотношением между длиной свободного пробега λ молекул газа и характерным размером d среды.

Под d может приниматься расстояние между стенками вакуумной камеры, диаметр вакуумного трубопровода и т. д. Длина свободного пробега молекул газа зависит от давления.

Длина свободного пробега молекул газа при различном давлении:

p, Па (торр).....10^5(760)....10^1(10^0)....10^0(10^{-2})....10^{-1}(10^{-3})....10^{-2}(10^{-4})....10^{-3}(10^{-5})....10^{-4}(10^{-6})

λ, см ..... $7{,}2 \cdot 10^{-6}$.....0,055.....0,55.....5,5.....55.....550.....550

В вакуумной технике различают четыре основные степени вакуума: низкий, средний, высокий и сверхвысокий (рис. 1.133).

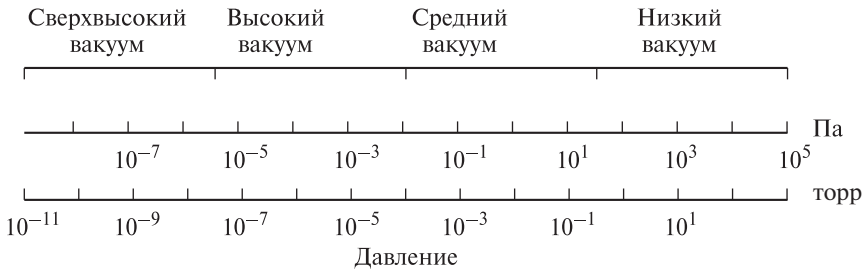


Рис. 1.133. Условное деление областей вакуума

Для количественной оценки степени вакуума вводится число Кнудсена: $\mathrm{Kn} = \lambda/L$, где L — характерный размер вакуумного объема; λ — средняя длина свободного пробега молекул.

Область давлений, когда средняя длина свободного пробега молекул намного меньше характеристических размеров вакуумного объема, например,

высоты рабочей камеры, отвечает низкому вакууму. Низкий вакуум соответствует Kn << 1.

Область давлений, когда средняя длина свободного пробега молекул совпадает с характерным размером вакуумного объема, получила название среднего вакуума. В этом диапазоне давлений столкновения молекул со стенками и друг с другом равновероятны. Средний вакуум отвечает условию Kn ≈ 1.

В области высокого и сверхвысокого вакуума средняя длина свободного пути молекул намного больше размеров вакуумного объема, и молекулы преимущественно сталкиваются со стенками сосуда. В этом случае каждая молекула выступает индивидуально, а процессы в газах называются молекулярными. В высоком вакууме справедливо условие Kn >> 1.

1.16.2. Принципиальная схема типовой вакуумной установки

Для получения вакуума в промышленности используются вакуумные установки. Принципиальная схема типовой вакуумной установки представлена на рис. 1.134.

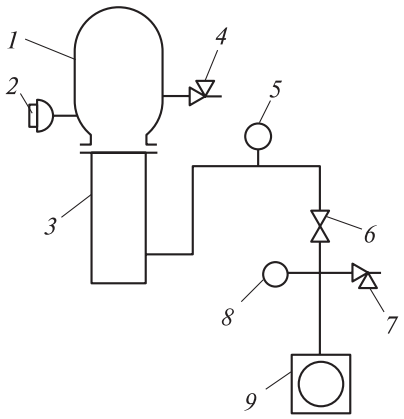


Рис. 1.134. Принципиальная схема типовой вакуумной установки:

1 — рабочая камера; *2* — ионизационный вакуумметр; *3* — высоковакуумный насос; *4*, *6*, *7* — клапаны впуска воздуха; *5*, *8* — термопарные вакуумметры; *9* — форвакуумный насос

В рабочей камере вакуумной установки создается вакуум с помощью нескольких вакуумных насосов, которые соединены трубопроводами с рабочей камерой. Вакуумные трубопроводы снабжены рядом клапанов, выполняющих функции перекрытия или открытия определенных участков в зависимости от потребности. Степень вакуума измеряют приборы. Классификация вакуумных насосов представлена на рис. 1.135.

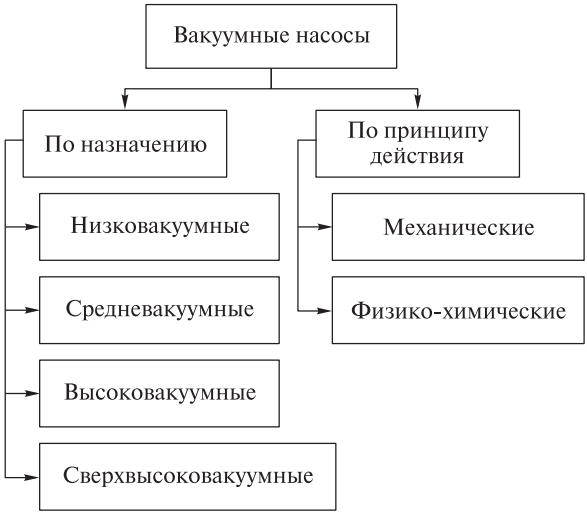


Рис. 1.135. Классификация вакуумных насосов

Форвакуумный насос (рис. 1.136) является низковакуумным насосом первой ступени. Принцип его действия следующий. В корпусе *1* вращается ротор *2*, в результате этого периодически изменяется объем пространства внутри корпуса *1*. При сжатии воздуха он выходит через выпускной патрубок *3*, снабженный пластинчатым клапаном *4*, а при расширении объема в него входит воздух через входной патрубок *6*.

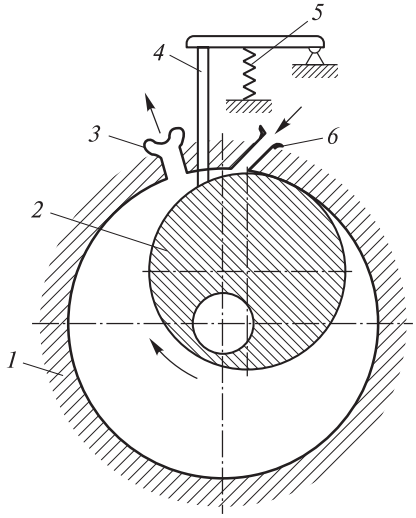


Рис. 1.136. Схема форвакуумного насоса:
1 — корпус; *2* — ротор; *3* — выпускной патрубок; *4* — пластинчатый клапан; *5* — пружина; *6* — входной патрубок

Достоинства форвакуумного насоса: простота конструкции, относительно высокая производительность, дешевизна.

Недостаток форвакуумного насоса — невозможность получения высокого вакуума.

Диффузионный насос (рис. 1.137) является высоковакуумным насосом. Принцип его действия основан на захвате молекул газа парами масла, которое испаряется в результате нагрева электроплиткой. Пары масла с захваченными молекулами газа откачиваются форвакуумным насосом.

Достоинства диффузионного насоса — простота конструкции, дешевый; недостаток — низкая производительность, требуется периодическая замена масла.

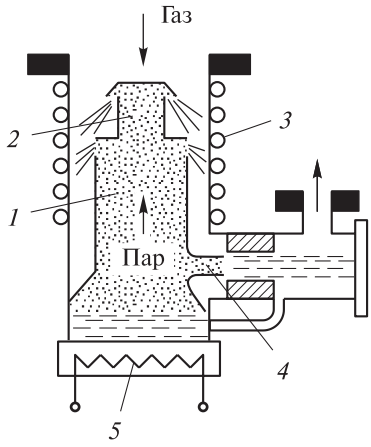


Рис. 1.137. Схема диффузионного насоса:

1 — первая диффузионная ступень; *2* — вторая диффузионная ступень; *3* — трубки системы охлаждения; *4* — эжекторная ступень; *5* — электроплитка

Принцип действия турбомолекулярного насоса (рис. 1.138) следующий. При вращении ротора *4* молекулы газа сталкиваются с вращающимися роторными дисками *7* и под действием центробежной силы отбрасываются в сторону выпускного фланца. При этом частота вращения ротора составляет до нескольких десятков тысяч оборотов в минуту.

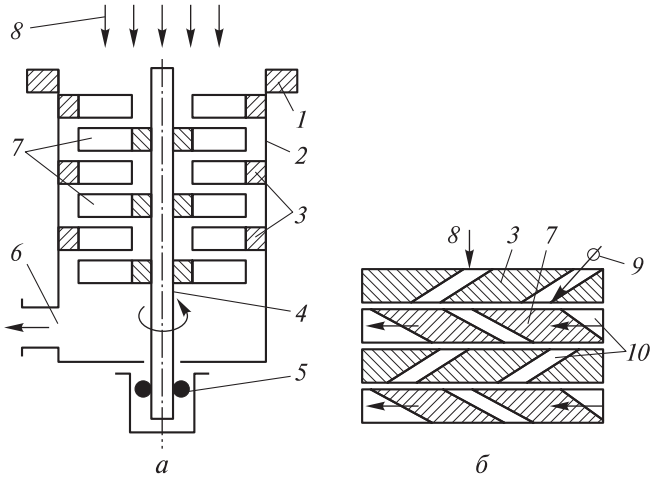


Рис. 1.138. Схема турбомолекулярного насоса:

а — общий вид в разрезе; *б* — фрагмент роторных и статорных дисков в разрезе; *1*, *6* — впускной и выпускной фланцы; *2* — корпус; *3* — статорные диски; *4* — ротор; *5* — подшипник; *7* — роторные диски; *8* — поток откачиваемого газа; *9* — молекула откачиваемого газа; *10* — прорези в дисках

Достоинства турбомолекулярных насосов:

– обеспечивают безмасляный сверхглубокий вакуум;

– могут работать с инертными и коррозионными газами;

– могут перекачивать большой объем газа;

– большой диапазон рабочих давлений;

– быстро запускаются;

– простота обслуживания;

– хорошая перекачка тяжелых газов.

Недостатки турбомолекулярных насосов:

– небольшой дисбаланс лопастей ротора может вызвать вибрации и износ подшипников;

– внезапный скачок атмосферного давления может повредить лопасти и стать причиной поломки насоса;

– смазка высокоскоростного ротора — сложная задача;

– подшипники, смазываемые консистентной смазкой, — «слабая» часть в насосе.

1.16.3. Процессы вакуумного напыления

Вакуумное напыление

Вакуумное напыление — нанесение пленок или слоев на поверхность деталей или изделий в условиях вакуума (10^{-1}...10^{-7} Па). Вакуумное напыление используют в планарной технологии полупроводниковых микросхем; в производстве тонкопленочных гибридных схем; изделий пьезотехники; акустоэлектроники и др. (нанесение проводящих, диэлектрических, защитных слоев, масок и др.); в оптике (нанесение просветляющих, отражающих и др. покрытий); ограниченно — при металлизации поверхности пластмассовых и стеклянных изделий; тонировании стекол автомобилей.

Методом вакуумного напыления наносят металлы (Al, Au, Cu, Cr, Ni, V, Ti и др.), сплавы (например, NiCr, CrNiSi), химические соединения (силициды, оксиды, бориды, карбиды и др.), например I_2O_3, B_2O_3, SiO_2, Al_2O_3, CaO, Ta_2O, GeO_2.

Вакуумное напыление основано на создании направленного потока частиц (атомов, молекул или кластеров) наносимого материала на поверхность изделий и их конденсации.

Процесс включает несколько стадий:

– переход напыляемого вещества или материала из конденсированной фазы в газовую;

– перенос молекул газовой фазы к поверхности изделия;

– конденсацию их на поверхность;

– образование и рост зародышей, формирование пленки.

Классификация видов вакуумного напыления представлена на рис. 1.139. Вакуумное напыление подразделяется на вакуумное (термическое) испарение и ионное распыление.

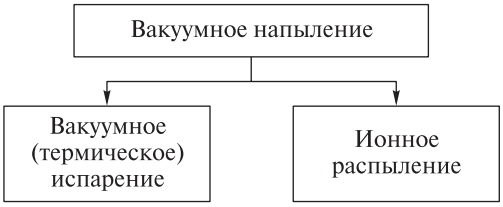


Рис. 1.139. Классификация видов вакуумного напыления по способу перевода вещества из конденсированной фазы в газовую

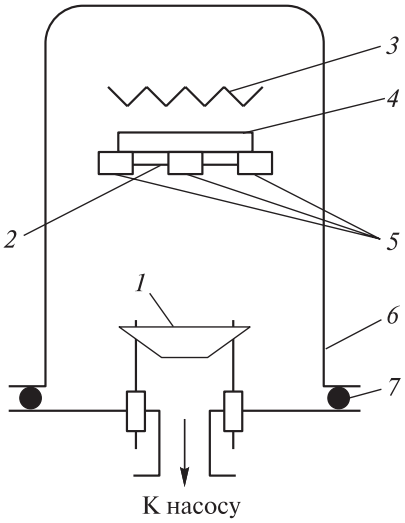


Рис. 1.140. Схема испарительной части вакуумной установки:

1 — лодочка с испаряемым металлом; *2* — пленка напыляемого металла; *3* — электронагреватель; *4* — подложка; *5* — маска; *6* — корпус вакуумной камеры; *7* — уплотнительное кольцо

При вакуумном испарении исходный материал испаряется в вакууме за счет, например, его нагрева электрическим током (рис. 1.140). Вакуум позволяет частицам пара конденсироваться непосредственно на напыляемом изделии (подложке).

Испаряемый материал закладывается в контейнер, называемый лодочкой, через который пропускают электрический ток. В результате материал в лодочке испаряется и попадает на подложку. Как правило, на подложке установлена маска, защищающая от напыления определенные места на подложке. Таким образом, на подложке формируется необходимая конфигурация проводников.

Адсорбция

Попадающий на поверхность подложки атом (или молекула) испытывает воздействие двух сил: силы притяжения Ван-дер-Ваальса и силы отталкивания.

Потенциальная энергия взаимодействия $E(r)$ (рис. 1.141) падающего атома с атомами на поверхности в этом случае может быть записана в виде суммы

$$E(r) = E_{пр}(r) + E_{от}(r),$$

где $E_{пр}(r)$ — энергия притяжения; $E_{от}(r)$ — энергия отталкивания.

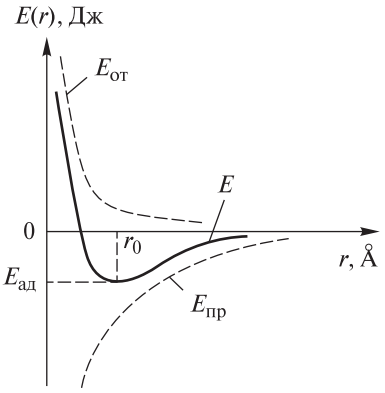


Рис. 1.141. Схема изменения потенциальной энергии взаимодействия $E(r)$ падающего атома с атомами на поверхности подложки:

r_0 — расстояние минимума полной потенциальной энергии; $E_{ад}$ — энергия адсорбции; E — полная потенциальная энергия атомов, падающих на подложку

В результате взаимодействия приведенных сил процесс роста напыляемой пленки можно разделить на следующие стадии:

– образование островковой пленки;
– коалесценция (срастание) островков;
– образование сетчатой структуры;
– формирование сплошной пленки.

Ионное распыление

При ионном распылении (рис. 1.142) частицы наносимого вещества выбиваются с поверхности конденсируемой фазы путем ее бомбардировки ионами низкотемпературной плазмы. Вариантами ионного распыления являются катодное, магнетронное, ионно-плазменное и высокочастотное распыление, которые отличаются друг от друга условиями формирования и локализацией в пространстве низкотемпературной плазмы. Если распыление проводится в присутствии химических реагентов (в газовой фазе), то на поверхности изделия образуются продукты их взаимодействия с распыляемым веществом (например, оксиды, нитриды). Такое распыление называют реактивным.

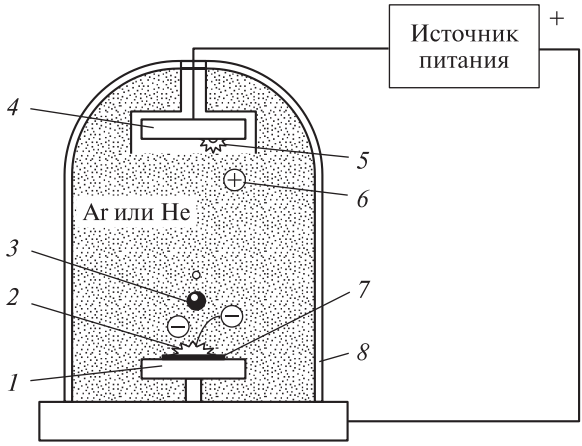


Рис. 1.142. Схема ионного распыления:

1 — анод; *2* — электроны, индуцированные вторичной эмиссией; *3* — напыляемый атом вещества; *4* — катод (мишень); *5* — ионы, индуцирующие вторичную эмиссию; *6* — бомбардирующий ион; *7* — подложка (образец); *8* — корпус вакуумной камеры

Атомы или молекулы, достигшие поверхности, могут либо отразиться от нее, либо адсорбироваться и через некоторое время покинуть ее (десорбция), либо адсорбироваться и образовывать на поверхности конденсат (конденсация). При высоких энергиях частиц, большой температуре поверхности и малом химическом сродстве частица отражается поверхностью.

Температура поверхности детали, выше которой все частицы отражаются от нее и пленка не образуется, называется критической температурой вакуумного напыления. Ее значение зависит от природы материалов пленки и поверхности детали и от состояния поверхности. При очень малых потоках испаряемых частиц, даже если эти частицы на поверхности адсорбируются, но редко встречаются с другими такими же частицами, они десорбируются и не могут образовывать зародышей, т. е. пленка не растет.

Критической плотностью потока испаряемых частиц для данной температуры поверхности называется наименьшая плотность, при которой частицы конденсируются и формируют пленку.

Структура напыленных пленок зависит от свойств материала, состояния и температуры поверхности, скорости напыления.

Пленки могут быть аморфными (стеклообразными, например оксиды, Si), поликристаллическими (металлы, сплавы, Si) или монокристаллическими (например, полупроводниковые пленки).

Процессы ионно-плазменного травления

Классификация процессов ионно-плазменного травления представлена на рис. 1.143. Эти процессы осуществляются в среде плазмы.

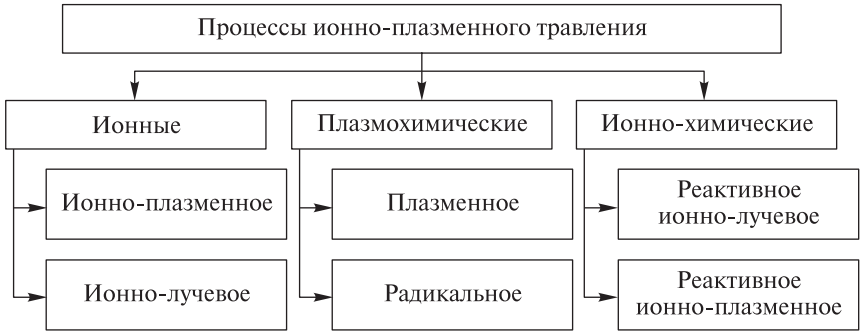


Рис. 1.143. Классификация процессов ионно-плазменного травления

Плазма — частично или полностью ионизированный газ, состоящий из положительно и отрицательно заряженных частиц, суммарный заряд которых равен нулю. Плазма подчиняется газовым законам, но проводит электрический ток и управляется магнитным полем.

Разновидности плазмы:

– низкотемпературная или холодная, температура холодной плазмы — несколько единиц электронвольт;

– высокотемпературная или горячая, температура горячей плазмы составляет сотни электронвольт.

Ионное травление — такое травление, при котором для удаления поверхностных слоев материала (металл, полупроводник, диэлектрик и даже

органические вещества) используется кинетическая энергия ионов газа. Обычно в качестве среды применяют инертные газы, но в отдельных случаях используют также кислородную плазму, плазму фреонов и другие вещества, позволяющие добиться требуемого технологического результата (рис. 1.144).

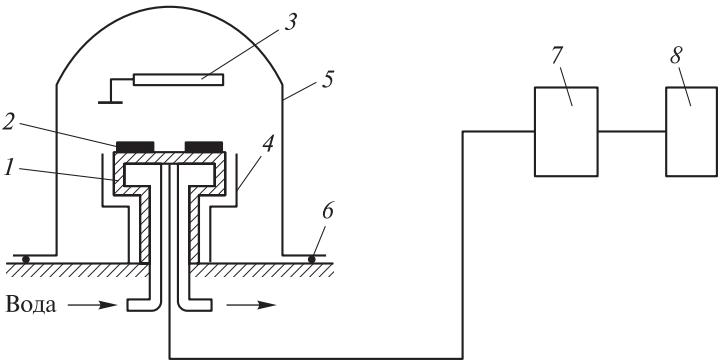


Рис. 1.144. Схема диодной высокочастотной системы ионного травления:

1 — мишень; *2* — образцы для травления; *3* — анод; *4* — экран; *5* — рабочая вакуумная камера; *6* — кольцевая резиновая прокладка; *7* — согласующее устройство; *8* — ВЧ-генератор

Ионно-плазменное травление — образцы помещают на отрицательный электрод газоразрядного устройства и подвергают бомбардировке ионами, вытягиваемыми из плазмы разряда.

Ионно-лучевое травление — образцы помещают на мишени в высоковакуумной рабочей камере и бомбардируют ионами, вытягиваемыми из автономного ионного источника.

При ионно-лучевом травлении может применяться фокусировка ионных пучков с помощью магнитных и электрических полей, а также компенсация их объемного заряда с помощью инжекции электронов.

Ионное травление применяется:

— для очистки поверхностей различных материалов от загрязнений и адсорбированных газов в целях получения атомно чистых поверхностей, используемых в качестве подложек для нанесения пленок в микроэлектронике;

– выявления строения поверхностных слоев материалов, например, образцов металлографических исследований;

– трехмерной механической обработки любых материалов в целях придания им необходимой формы и размеров;

– полировки оптических поверхностей;

– получения особо тонких пленок и пластин из различных материалов (например, СВЧ-резисторы, маски для рентгенографии);

– фрезерования поверхностей пластин из «драгоценных» радиоэлектронных материалов (ортоферритов и гранатов, используемых для создания

запоминающих устройств (ЗУ) на цилиндрических магнитных доменах (ЦМД). В таких материалах плазменная обработка повышает подвижность доменов благодаря улучшению поверхности.

Ионное травление отличается наибольшей эффективностью по сравнению с известными способами очистки материалов.

Физический механизм удаления материалов позволяет применять процесс для любых материалов (металлы, полупроводники и т. п.), что исключает необходимость разработки специальных травителей для существующих и перспективных материалов в электронике и микроэлектронике.

После ионного травления не используются вспомогательные операции очистки, промывки и сушки образцов. Процесс ионного травления проводят в вакуумных камерах, что обеспечивает необходимую стерильность, предотвращает загрязнения.

При ионном травлении можно обеспечить такой режим, при котором ионы бомбардируют материал перпендикулярно его поверхности (рис. 1.145). Это исключает подтравливание под маской, способствует получению четких и резко очерченных краев элементов микроэлектронных приборов, снижает требования к высокой адгезии маскирующих материалов, минимизирует размер, задаваемый маской.

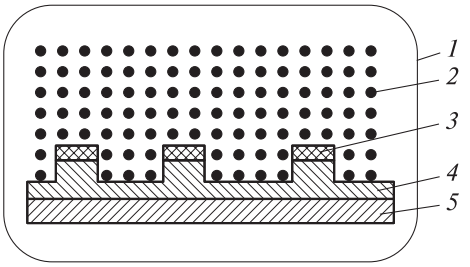


Рис. 1.145. Схема ионного травления:
1 — рабочая вакуумная камера; *2* — поток ионов; *3* — маска; *4* — стравливаемый слой пленки; *5* — подложка или нижележащий слой

Фигуры травления получаются с вертикальными стенками и с большими отношениями глубины и ширины.

Недостатки ионного травления:

– малая скорость процесса травления, потому что применяемые для маскирования рабочих поверхностей материалы фоторезистивных масок не допускают нагрева выше температуры 500 К;

— высокоэнергетичные заряженные частицы могут создавать в полупроводниковых структурах радиационное излучение (структуры металл–оксид–полупроводник (МОП) особенно к этому чувствительны);

– низкая селективность при одновременном травлении нескольких материалов, поскольку большинство из них имеет близкие по значению коэффициенты распыления, а следовательно, и скорость травления.

С учетом приведенных недостатков для селективного травления последовательно применяют разные маски, что вызывает усложнение процесса. Фоторезист при этом приходится наносить значительной толщины, что уменьшает разрешающую способность метода.

Плазмо-химическое травление

В операции плазмо-химического травления для удаления поверхностных слоев материала используют реакции взаимодействия между ионами и радикалами активного газа или пара и атомами или молекулами обрабатываемой детали с образованием летучих стабильных соединений (рис. 1.146). В зависимости от среды, в которую помещают образцы или детали, плазмохимическое травление подразделяют на два процесса: плазменное травление и радикальное травление.

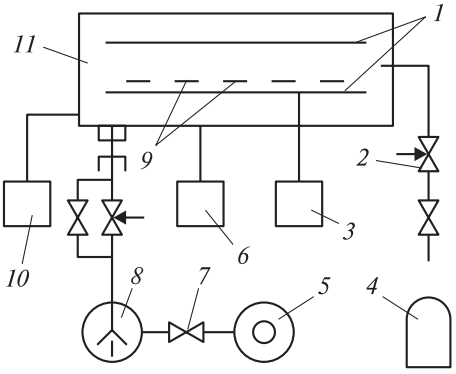


Рис. 1.146. Схема автоматической установки плазмо-химического травления с диодной высокочастотной системой:
1 — электроды; *2* — натекатель; *3* — блок управления ВЧ-источника питания; *4* — система откачки; *5*, *8* — механический и диффузионный насосы; *6* — блок управления последовательностью операций; *7* — вентиль; *9* — подложка; *10* — регулятор давления; *11* — рабочая камера

Плазменное травление — образцы помещают в газоразрядную плазму химически активных газов.

Радикальное травление — образцы помещают в вакуумную камеру, отделенную от газоразрядной химически активной плазмы перфорированными металлическими экранами или электромагнитными (магнитными) полями. Травление осуществляется незаряженными химически активными частицами (свободными атомами или радикалами), поступающими из газоразрядной плазмы. Эти методы позволяют травить даже биологические образцы.

Плазмо-химическое травление — один из наиболее эффективных процессов, одновременно обеспечивающий и травление, и очистку пластин. Данный процесс выполняется в вакуумных реакторах в низкотемпературной смеси кислорода с азотом. При $T = 150...200$ °С ионы кислорода активно окисляют слой фоторезиста, образуя летучие соединения. Азот предохраняет открытые участки кремния от окисления. Длительность обработки существенно сокращается по сравнению с жидкостными методами.

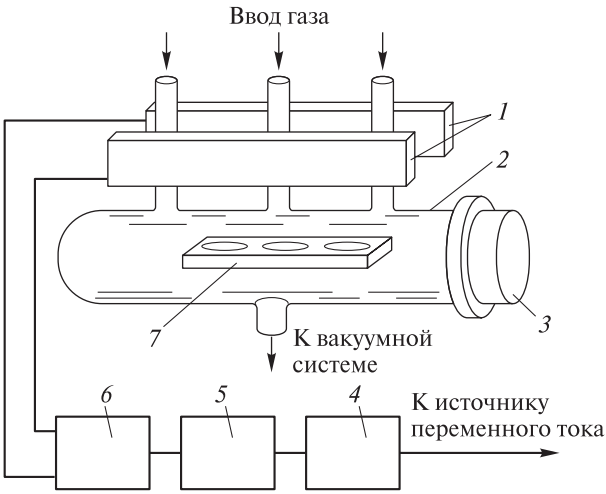


Рис. 1.147. Схема однокамерной установки плазмохимического удаления фоторезиста с емкостной системой возбуждения ВЧ-разряда:

1 — электроды возбуждения разряда; *2* — реакционно-разрядная камера; *3* — крышка; *4* — ВЧ-генератор; *5* — ваттметр; *6* — активатор ВЧ-плазмы; *7* — держатель с пластинами

Реактор (рис. 1.147) представляет собой реакционно-разрядную камеру в виде кварцевой трубы *2*, закрываемую крышкой *3*, внутри камеры расположен держатель *7* с пластинами. Разряд возбуждается электродами возбуждения разряда *1* с помощью ВЧ-генератора *4* и активатора ВЧ-плазмы *6*.

К достоинствам метода следует отнести: слабую зависимость процесса удаления фоторезиста от режимов задубливания; высокую чистоту подложек; нетоксичность.

Недостатки метода:

– невозможность удаления посторонних металлических включений, возможны радиационные дефекты;

– трудность получения воспроизводимых параметров процесса (скорости и однородности травления) вследствие нестабильности температуры, неустойчивости состава среды, связанного с натеканием, газовыделением материалов;

– подтравливание, увеличивающееся с ростом давления газа;

– трудности контроля распределения состава газовой среды в рабочем пространстве оборудования.

Плазмо-химическое травление применяется:

– для удаления фоторезистивных масок после травления;

– очистки поверхностей материалов от загрязнений;

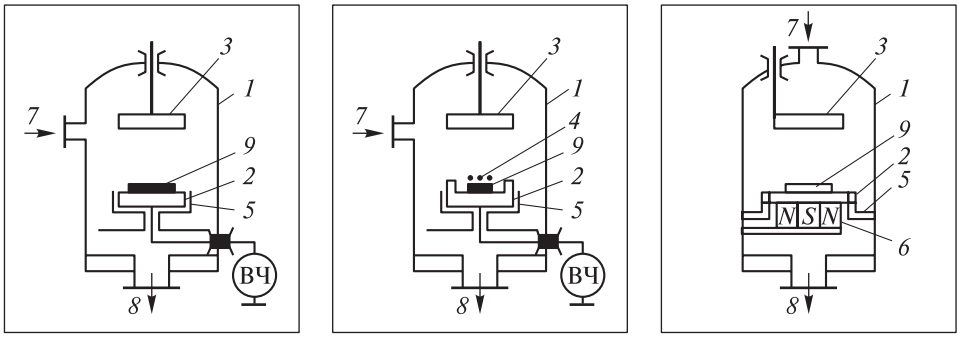
– обработки поверхностей контактных площадок (КП) перед приваркой выводов ИС в целях повышения качества соединений;

– подгонки номиналов резисторов и т. п.

Наиболее важным является применение плазмо-химического травления для селективного травления рабочих материалов через фоторезистивные маски для получения конфигураций микросхем.

Ионно-химическое травление

Ионно-химическое травление — операция, при которой для удаления поверхностных слоев материала используется как кинетическая энергия ионов химически активных газов, так и энергия их химической реакции с атомами или молекулами материала. Применяются различные схемы установок ионно-химического травления (рис. 1.148): диодная, триодная, планарная магнетронная систем электродов.



а *б* *в*

Рис. 1.148. Схемы установок ионно-химического травления:

а — диодная; *б* — триодная; *в* — планарная магнетронная система электродов; *1* — камера; *2* — ВЧ-электрод; *3* — заземленный электрод; *4* — триодная сетка; *5* — экран; *6* — магнитная система; *7* — натекатели; *8* — откачка; *9* — подложка (заготовка)

Травление изделий происходит путем бомбардировки их поверхности ионами и радикалами технологического газа, образующимися в индукционном ВЧ-разряде с помощью источника ионов высокой плотности.

В зависимости от способов получения ионов и среды ионно-химическое травление подразделяется:

– на **реактивное ионно-плазменное травление** — образцы помещают на электрод газоразрядного устройства и подвергают бомбардировке ионами химически активных газов, вытягиваемых из плазмы разряда;

– **реактивное ионно-лучевое травление** — образцы помещают на мишени в высоковакуумной рабочей камере и бомбардируют ионами химически активных газов, вытягиваемых из автономного источника. Хорошие результаты получаются при травлении объемных фигур в полиимиде (рис. 1.149).

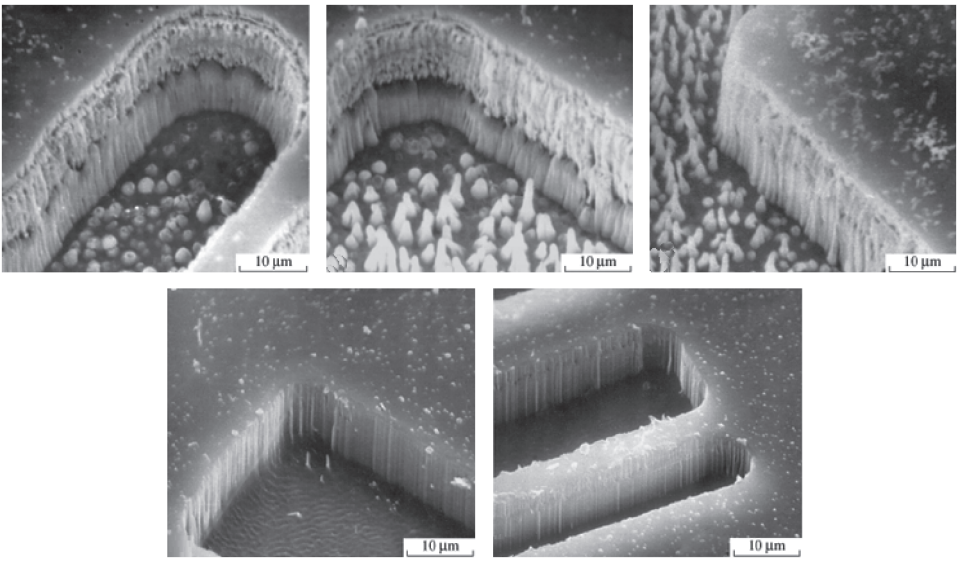


Рис. 1.149. Объемные фигуры в полиимиде, полученные методом реактивного ионно-лучевого травления (угол съемки 60°, алюминиевая маска удалена) [50]

Ионно-химическое травление позволяет совместить высокую скорость травления материалов с избирательностью, повысить разрешающую способность и обеспечить контроль профилей, получаемых при травлении.

К ограничениям метода следует отнести возможность загрязнения обрабатываемых структур чужеродными материалами ионного источника и мишени, а также радиационные загрязнения поврежденных структур.

Технологические возможности ионно-химического травления определяются конструктивными особенностями систем, в которых оно реализуется.

Тесты к лекции 1.16

1. ***Сколько степеней вакуума различают в технике?***
а) четыре;
б) пять;
в) три.
2. ***Какую степень вакуума позволяет получить форвакуумный насос?***
а) низкую;
б) среднюю;
в) высокую.

3. ***Какую степень вакуума позволяет получить диффузионный насос?***

а) высокую;

б) среднюю;

в) низкую.

4. ***Какую степень вакуума позволяет получить турбомолекулярный насос?***

а) высокую;

б) среднюю;

в) низкую.

5. ***На чем основано вакуумное напыление материалов?***

а) на создании направленного потока частиц (атомов, молекул или кластеров) наносимого материала на поверхность изделий и их конденсации;

б) на распылении микрочастиц исходного материала потоком воздуха;

в) на растворении частиц (атомов, молекул или кластеров) наносимого материала в вакуумной среде.

6. ***На чем основано ионное распыление?***

а) при ионном распылении частицы наносимого вещества выбиваются с поверхности конденсируемой фазы путем ее бомбардировки ионами низкотемпературной плазмы;

б) при ионном распылении создается направленный поток ионов, который осаждается на подложке;

в) при ионном распылении создается высокий вакуум, в котором образуются ионы, осаждающиеся на подложке.

7. ***Что такое ионное травление материала?***

а) это технологическая операция, при которой для удаления поверхностных слоев материала используется кинетическая энергия ионов газа;

б) это такое травление, при котором для удаления поверхностных слоев материала используют ионный раствор кислот;

в) это такое травление, при котором для удаления поверхностных слоев материала используют ионный раствор щелочей.

8. ***Что такое ионно-химическое травление материала?***

а) это технологическая операция, при которой для удаления поверхностных слоев материала используется как кинетическая энергия ионов химически активных газов, так и энергия их химической реакции с атомами или молекулами материала;

б) это технологическая операция, при которой для удаления поверхностных слоев материала используется химическая реакция в травящем растворе кислот;

в) это технологическая операция, при которой для удаления поверхностных слоев материала используется химическая реакция в травящем растворе щелочей.

1.17. ФУНКЦИОНАЛЬНЫЕ ПОКРЫТИЯ И ЛИТОГРАФИЧЕСКИЕ ПРОЦЕССЫ

Цель лекции — изучение литографических процессов.

1.17.1. Функциональные покрытия

Рассмотрим формирование топологических рисунков ПП, микросборок, микросхем, наносхем.

Литографические процессы позволяют:

– получать на поверхности окисленных полупроводниковых подложек свободные от слоя оксида области, задающие конфигурацию полупроводниковых приборов и элементов ИМС (для локальной диффузии примесей);

– формировать топологический рисунок межсоединений (проводников) элементов ПП и ИМС;

– создавать технологические маски из резистов, обеспечивающие избирательное маскирование при ионном легировании.

Литография применяется, например, при химическом осаждении токопроводящего рисунка на основание ПП (рис. 1.150).

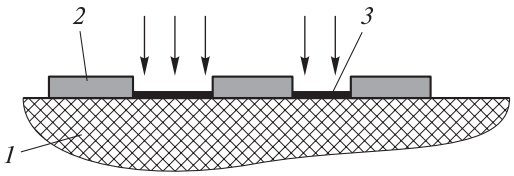


Рис. 1.150. Схема химического осаждения:
1 — основание (стеклотекстолит); *2* — фоторезистивная маска; *3* — проводящий рисунок

На стеклотекстолитовом основании сначала формируется методом фотолитографии фоторезистивная маска, которая защищает те места, в которых не нужно осаждать токопроводящий слой, и оставляет на ПП открытыми места, где осаждение токопроводящего слоя необходимо.

После осаждения тонкого слоя токопроводящего рисунка дальнейшее наращивание токопроводящего слоя может также осуществляться гальваническим способом (рис. 1.151).

Литография также применяется и при химическом травлении проводников ПП (рис. 1.152).

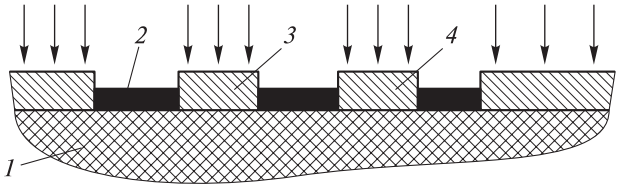


Рис. 1.151. Схема наращивания токопроводящего слоя гальваническим способом:

1 — основание (стеклотекстолит); *2* — фоторезистивная маска; *3* — проводящий рисунок (химическая медь); *4* — гальванически наращенная медь

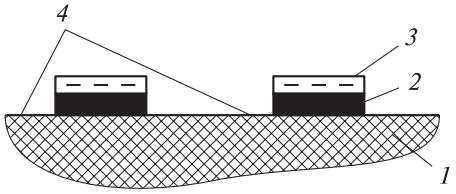


Рис. 1.152. Схема химического травления проводников ПП:

1 — основание (стеклотекстолит); *2* — медная фольга; *3* — фоторезистивная маска; *4* — вытравленные области

Фоторезистивная маска, нанесенная на фольгированную поверхность ПП, является стойкой к химическому травителю и закрывает те участки фольгированной поверхности ПП, которые не подлежат травлению. Таким образом, после травления и удаления фоторезиста на ПП будет сформирован рисунок проводников.

1.17.2. Применение фотолитографии в производстве полупроводниковых микросхем

Основная задача фотолитографии в микроэлектронике — формирование заданного изображения на полупроводниковой подложке для получения заданной топологии микросхемы.

Для этого на полупроводниковую подложку наносят тонкий слой светочувствительного материала — фоторезист.

Подложка с фоторезистом подвергается облучению через фотошаблон (маску). Для этого используют специальную установку — фотолитограф. После дальнейшей химической обработки фоторезиста на пластине остается заданный рисунок топологии.

Как известно из физики, чем меньше длина волны излучения, тем меньше получаем размеры элементов топологии. При изготовлении

микросхем операция фотолитографии на одной пластине повторяется многократно, и каждое новое изображение должно очень точно совмещаться с предыдущим.

В производстве микроэлектроники до недавнего времени использовалась так называемая проекционная фотолитография. Облучение фоторезиста в ней осуществлялось источником света в ближней ультрафиолетовой области спектра, и при этом можно было получить топологические нормы порядка 200 нм.

Следующее поколение фотолитографов позволяет достичь проектных норм до 10 нм и менее.

Разработку и производство самых современных фотолитографов следующего поколения, так называемых EUV-установок (*Extreme Ultraviolet Lithography* — экстремальная ультрафиолетовая литография), рассчитанных на достижение проектных норм менее 10 нм, осуществляет в мире только одна компания — голландская ASM Lithography.

Проблема при создании установок для EUV-литографии заключается в том, что на такой длине волны невозможно использовать традиционную оптику из-за интенсивного поглощения такого излучения всеми известными оптическими материалами. Поэтому в подобных оптических системах используют отражающую многослойную оптику, т. е. зеркала с соответствующим интерференционным покрытием, изготовление которых представляет собой очень сложную технологическую задачу.

Вторая важная проблема состоит в том, что с уменьшением проектных норм существенно повышаются требования к точности системы позиционирования.

Суммарная стоимость набора фотошаблонов (масок) для производства одного типа микросхем, которые являются важнейшим элементом технологии фотолитографии, может достигать нескольких миллионов долларов, и они требуют периодической замены вследствие износа. Общая их стоимость за время производства данного типа микросхем может достигать многих десятков миллионов долларов.

В России в 2010-е годы была начата разработка такого EUV-фотолитографа. Разработкой его оптической системы, ее элементов и интерференционных покрытий, работающих на длине волны 13,5 нм, и прототипа самой установки занимался Институт физики микроструктур (ИМФ) РАН (теперь это филиал Института прикладной физики РАН — ИПФ) в Нижнем Новгороде. К сожалению, эта разработка отечественного EUV-фотолитографа закончилась на стадии макета.

В производстве полупроводниковых микросхем фотолитографию применяют, например, для формирования окон в защитном слое диоксида кремния для загонки легирующих примесей (рис. 1.153).

Процесс фотолитографии состоит из двух основных стадий:

1) *формирования необходимого рисунка* элементов в слое актиночувствительного вещества (фоторезиста) его экспонированием и проявлением;

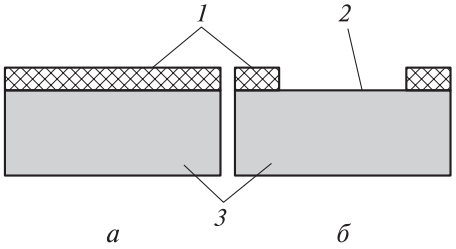


Рис. 1.153. Схема формирования окон в защитном слое SiO_2:
а — до литографии; *б* — после литографии; *1* — слой SiO_2; *2* — окно; *3* – подложка Si

2) *травления нижележащего технологического слоя* (диэлектрика, металла) через сформированную топологическую маску или непосредственного использования слоя фоторезиста в качестве топологической маски при ионном легировании.

В зависимости от длины волны используемого излучения применяют следующие методы литографии:

– фотолитографию (длина волны актиничного ультрафиолетового излучения $\lambda = 250...440$ нм);

– рентгенолитографию (длина волны рентгеновского излучения $\lambda = 0,5...2$ нм);

– электронолитографию (поток электронов, имеющих энергию 10...100 кэВ или длину волны $\lambda = 0,05$ нм);

– ионолитографию (длина волны излучения ионов $\lambda = 0,05...0,1$ нм).

В зависимости от способа переноса изображения методы литографии могут быть контактными, бесконтактными, проекционными, мультипликации единичного изображения, непосредственной генерации всего изображения.

Схема совмещения и экспонирования. Операции совмещения и экспонирования проводятся на одной установке, которая состоит из следующих основных блоков:

– устройства для совмещения, оборудованного микроскопом;

— шаблона;

— устройства для экспонирования.

Для совмещения на шаблоне и пластине формируется система меток, которые необходимо совместить. Для этого служит специальное устройство, позволяющее поворачивать относительно друг друга пластину и шаблон и перемещать их в горизонтальной плоскости, в результате чего происходит совмещение меток. Все операции выполняют под микроскопом.

После совмещения проводится экспонирование (облучение).

Экспонирование пленки фоторезиста (рис. 1.154) является одним из ответственнейших процессов качественного изготовления фотошаблонов.

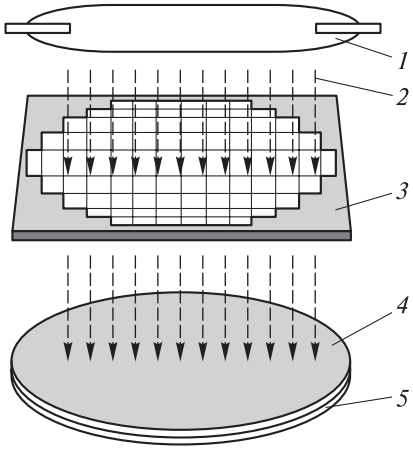
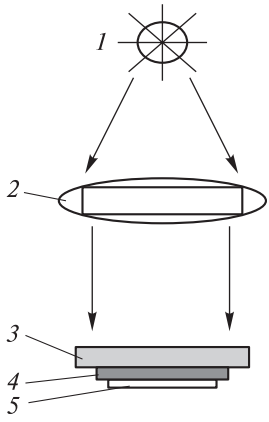


Рис. 1.154. Схема экспонирования:
1 — источник излучения; *2* — излучение; *3* — фотошаблон; *4* — фоторезист; *5* — пластина

Контактная фотолитография. При контактной фотолитографии (рис. 1.155) достигаются очень высокие значения разрешения. Проблемы, возникающие при контактной фотолитографии, связаны с наличием загрязнений на поверхности полупроводниковой пластины. Малейшая пылинка на пластине может привести к повреждению поверхности шаблона в момент его соприкосновения с пластиной.

Рис. 1.155. Схема контактной фотолитографии:
1 — источник света; *2* — оптическая система; *3* — шаблон; *4* — фоторезист; *5* — полупроводниковая пластина



Бесконтактная фотолитография. При бесконтактной фотолитографии (рис. 1.156) фотошаблон *3* расположен над фоторезистом *6* с некоторым небольшим зазором *4*, благодаря чему исключается возможность царапания или повреждения поверхности фоторезиста.

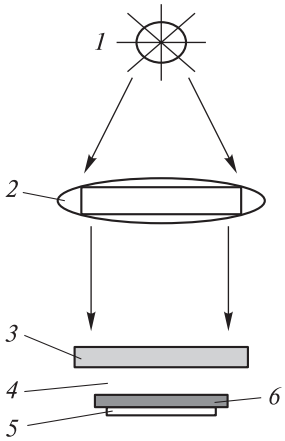


Рис. 1.156. Схема бесконтактной фотолитографии:

1 — источник света; *2* — оптическая система; *3* — шаблон; *4* — зазор; *5* — кремниевая пластина; *6* — фоторезист

Проекционная фотолитография. Шаблон содержит топологию одного кристалла большого размера или нескольких кристаллов малых размеров (рис. 1.157).

Метод генерации изображений (метод фотонабора). Метод основан на разделении топологической структуры фотошаблона на элементарные прямоугольники различной величины и последовательной фотопечати этих прямоугольных элементов на фотопластинку (рис. 1.158). Работа на фотонаборных установках осуществляется с помощью ЭВМ.

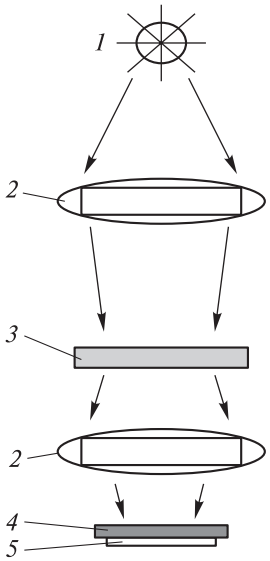


Рис. 1.157. Схема проекционной фотолитографии:

1 — источник света; *2* — оптическая система; *3* — шаблон; *4* — фоторезист; *5* — полупроводниковая пластина

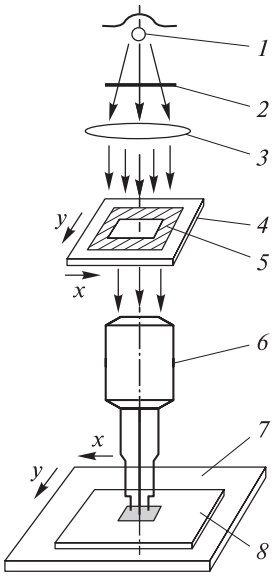


Рис. 1.158. Схема метода генерации изображений:

1 — источник света; *2* — затвор; *3* — конденсор; *4* — блок шторок; *5* — неподвижные и подвижные пластины; *6* — объектив; *7* — подвижный координатный стол; *8* — фотопластинка

В зависимости от типа используемого фоторезиста (негативный или позитивный) методы фотолитографии по характеру переноса изображения подразделяют на негативные и позитивные.

Негативные обладают более высокой адгезией по сравнению с позитивными и более устойчивы к травлению. Позитивные методы обладают более высоким разрешением, но стоят дороже. При использовании позитивных фоторезистов проэкспонированные области становятся растворимыми и после проявления разрушаются (рис. 1.159).

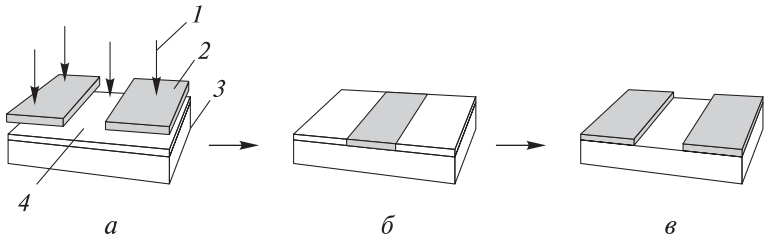


Рис. 1.159. Схема использования негативных фоторезистов:

а — экспонирование; *б* — фоторезист после экспонирования; *в* — фоторезист после проявки; *1* — излучение, засвечивающее фоторезист; *2* — фотошаблон; *3* — ПП; *4* — фоторезист

При использовании негативных фоторезистов проэкспонированные области полимеризуются и становятся нерастворимыми.

Технологический процесс фотолитографии для кремниевых пластин условно можно разделить на 10 основных шагов (рис. 1.160).

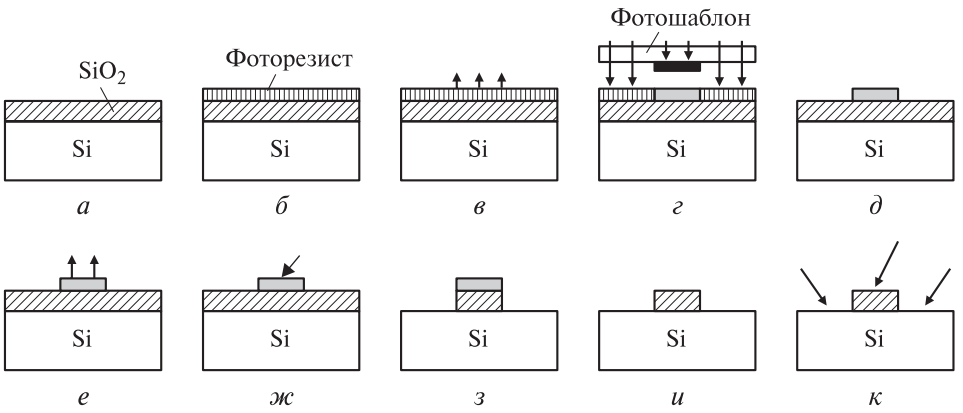


Рис. 1.160. Основные шаги фотолитографии на кремниевой пластине:

а — подготовка поверхности (промывка и сушка); *б* — нанесение фоторезиста; *в* — сушка; *г* — совмещение фотошаблона и экспонирование; *д* — проявление; *е* — стабилизирующий отжиг; *ж* — контроль и исправление дефектов; *з* — травление защитного слоя на пластине (SiO_2); *и* — удаление фоторезиста; *к* — заключительный контроль

Фоторезисты и их виды. Фоторезисты бывают жидкие (на основе фторированных полимеров и силоксанов) — раствор полимера и светочувствительного соединения в органическом растворителе. Такие фоторезисты имеют разрешение 0,35...0,16 мкм. Сухие пленочные фоторезисты — «сэндвич» из трех слоев полимеров, в середине которого находится светочувствительный слой. Разрешение таких фоторезистов 125...250 мкм.

Фоторезист наносят на предварительно подготовленную поверхность подложки.

Слой фоторезиста должен быть однородным по толщине на всей площади подложки, не иметь проколов, царапин, микровключений и обладать хорошей адгезией.

Наносят слой фоторезиста на подложки в обеспыленной комнате, соблюдая технологические режимы.

Способы нанесения фоторезиста:

– центрифугирование;
– пульверизация;
– электростатический;
– окунание;
– полив;
– накатка сухой пленки.

Метод нанесения центрифугированием. Данный метод широко применяется для нанесения фоторезиста на полупроводниковые пластины (рис. 1.161).

Полупроводниковая подложка фиксируется на вакуумном столике за счет откачки воздуха через трубку. Фоторезист через дозатор дозированно наливают в центр поверхности подложки, закрепленной на центрифуге. Центрифуга приводится во вращение с числом оборотов 2...6 тыс. в мин. За счет центробежной силы фоторезист растекается по поверхности подложки. Через 10...30 с на подложке формируется пленка резиста. Центрифугирование обеспечивает высокую однородность толщины пленки. Поэтому центрифугирование является наиболее распространенной техникой в микроэлектронике.

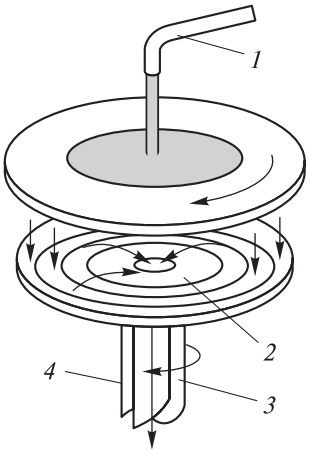


Рис. 1.161. Схема метода нанесения фоторезиста методом центрифугирования:
1 — дозатор фоторезиста; *2* — вакуумный столик; *3* — вал; *4* — трубка к вакуумному насосу

Недостатки метода центрифугирования:

– подложка должна быть симметрична относительно оси вращения, так как несимметричность подложки приводит к возникновению на краях подложки бортиков — утолщений пленки фоторезиста;

– поверхность подложки должна иметь высокую степень гладкости, если подложка имеет развитую текстуру, то подъемы на текстуре могут оказаться непокрытыми фоторезистом;

– большие потери фоторезиста. Для формирования пленки используется всего несколько

процентов фоторезиста, остальное количество фоторезиста отбрасывается центрифугой на боковые стенки.

Метод нанесения пульверизацией. Фоторезист наносят на подложку путем распыления тончайших капель через форсунку под давлением азота (рис. 1.162). Преимуществом аэрозольного распыления фоторезиста является возможность покрытия поверхности произвольного размера и формы. Аэрозольное распыление позволяет покрыть поверхность практически с любой текстурой.

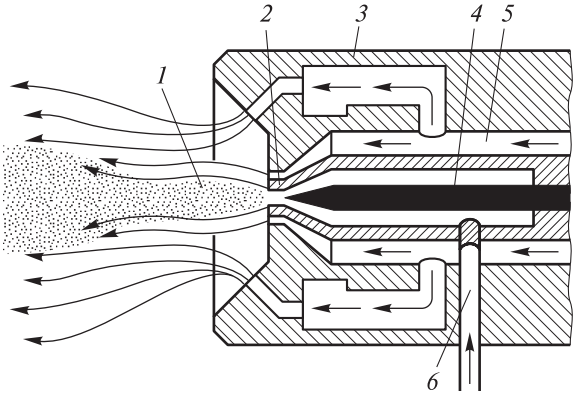


Рис. 1.162. Схема форсунки для нанесения фоторезиста:

1 — область разрежения; *2* — сопло; *3* — форсунка; *4* — регулирующая игла; *5* — распыляющий газ; *6* — подача фоторезиста

Главным недостатком аэрозольного распыления является относительно высокая неоднородность пленки резиста по толщине слоя. Если при центрифугировании разнотолщинность пленки не превышает 10 нм, то при распылении разнотолщинность слоя достигает 1 мкм. Однако для многих процессов этого достаточно. Например, для изготовления ПП вполне достаточна разнотолщинность на уровне 1 мкм. Методом распыления можно наносить фоторезист ФП-РН-7Сэ.

Нанесение фоторезиста в электростатическом поле. При электростатическом методе (рис. 1.163) слой фоторезиста наносят на подложки в электрическом поле напряженностью 1...5 кВ/см. Для создания такого поля между подложкой *3* и специальным кольцевым электродом *2* подают постоянное напряжение 20 кВ. При впрыскивании фоторезиста форсункой *1* в пространство между электродом

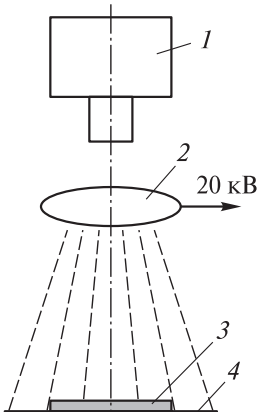


Рис. 1.163. Схема нанесения фоторезиста в электростатическом поле:

1 — форсунка; *2* — кольцевой электрод; *3* — подложка; *4* — столик

и подложкой капельки фоторезиста диаметром несколько микрометров заряжаются и летят под действием электрического поля к подложке.

Этот метод имеет высокую производительность и позволяет наносить слой фоторезиста на подложки большой площади. Его недостаток — трудность стабилизации процесса и сложность оборудования.

Нанесение фоторезиста окунанием. Подложка вытягивается с определенной скоростью из резервуара, наполненного фоторезистом. Чем ниже скорость вытягивания, тем меньше толщина пленки. Этот метод является основным в производстве офсетных пластин для полиграфии.

Очевидным преимуществом метода окунания является возможность покрытия фоторезистом поверхностей произвольного размера. Образующаяся пленка является очень гладкой, хотя толщина пленки может изменяться существенно по поверхности подложки. Потери резиста являются минимальными (если не учитывать 50 % расхода резиста, идущего на покрытие задней стороны подложки).

К недостаткам метода окунания следует отнести необходимость заполнения фоторезистом изначально резервуара достаточно большого объема.

Методом окунания можно наносить фоторезисты ФП-ПЛ5 и ФН-11С-ФД.

Нанесение фоторезиста методом полива. Полив применяют для нанесения слоя фоторезиста на подложки больших размеров, а также для получения толстых слоев фоторезиста (до 20 мкм) на обеих сторонах подложек. Недостаток этого метода — неоднородность слоя фоторезиста по толщине.

Нанесение сухого пленочного фоторезиста. Сухие пленочные фоторезисты (СПФ) представляют собой трехслойную композицию, в которой первый и третий слои защитные, а средний слой СПФ — собственно фоторезист весьма сложного состава. Основу фоторезиста составляют мономеры с двойными связями, способные к полимеризации под действием света, и полимерные связующие. В состав фоторезиста вводятся также сенсибилизаторы, ингибиторы, адгезивы, красители и пластификаторы. Импортные сорта фоторезиста типа «Ристок» выпускаются в четырех модификациях и имеют толщину 12,5; 25; 37,5 и 62,5 мкм.

Отечественные пленочные фоторезисты марок СПФ-1, СПФ-2, выпускаемые по ТУ6-17-359–77, имеют толщину пленки 20, 40 и 60 мкм. Некоторые свойства фоторезиста СПФ-2 описаны в ГОСТ 23727–79.

Пленочные фоторезисты значительно технологичнее жидких, обеспечивают возможность нанесения рисунка схемы на заготовки с отверстиями, обладают высокой стойкостью к действию травильных растворов и к электролитам гальванических ванн. Их разрешающая способность обеспечивает получение минимальной ширины проводников и зазоров 0,15 мм. Сухие пленочные фоторезисты наносятся на ПП посредством прокатывания их горячим валиком через защитную лавсановую пленку в установках-ламинаторах. Температура валиков 100...120 °С. Защитная полиэтиленовая пленка перед этим отделяется, наматывается на вспомогательную бобину.

Схема операции нанесения СПФ на ПП представлена на рис. 1.164. В том случае, когда СПФ наносят для защиты от вытравливания, используют

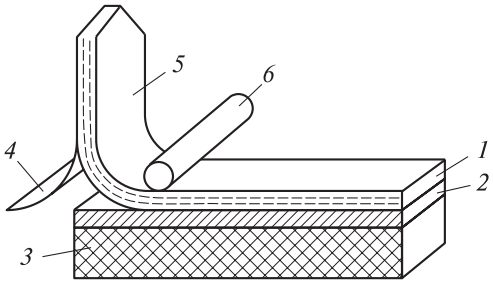


Рис. 1.164. Схема операции нанесения СПФ на ПП:

1 — пленочный фоторезист; *2* — медное покрытие; *3* — диэлектрическое основание; *4* — защитная полиэтиленовая пленка; *5* —лавсановая пленка; *6* — накатывающий валик

фоторезист толщиной 20 мкм; для гальванических операций применяют пленку толщиной 40...60 мкм.

После накатки СПФ ПП выдерживают в течение 30 мин при комнатной температуре в помещении с желтым светом для снятия внутренних напряжений в пленке. Экспонирование проводят через прозрачную лавсановую пленку так же, как и для жидких фоторезистов, применяя ультрафиолетовый источник света в виде ртутно-кварцевых ламп с диапазоном спектра 300...400 мм. Продолжительность экспонирования определяется опытным путем. Перегрев ПП недопустим, так как при этом происходит прилипание защитной лавсановой пленки к фоторезисту. После экспонирования заготовка ПП выдерживается в течение 20...30 мин в затемненном месте для того, чтобы завершился процесс полимеризации тех участков фоторезиста, на которые воздействовал свет. Проявление изображения рисунка выполняется в установках струйного типа действием растворителя метилхлороформа в течение 1...2 мин.

Удаление фоторезиста по окончании операции травления или гальванического покрытия сплавом олово-свинец проводят также распылением растворителя хлористого метилена под более сильным давлением (0,3...0,4 МПа). Для более полного удаления остатков фоторезиста и пленок органических материалов ПП дополнительно подвергают струйной промывке водой под давлением 0,2...0,3 МПа.

При обработке СПФ следует учитывать, что растворители — метилхлороформ и хлористый метилен — негорючи, но чрезвычайно токсичны. Поэтому все операции, связанные с их применением, должны проводиться в хорошо загерметизированных установках, оснащенных вытяжными устройствами.

1.17.3. Применение фотолитографии в производстве печатных плат

Фотошаблон ПП — графическое позитивное или негативное изображение рисунка печатного монтажа, выполненного в натуральную величину на светопроницаемом основании (рис. 1.165).

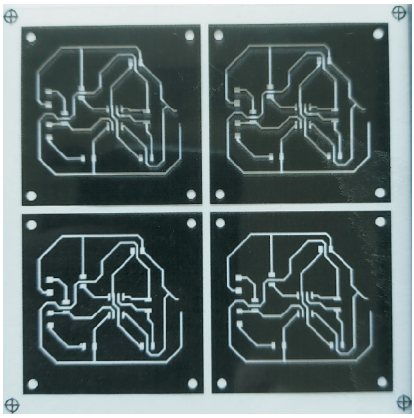


Рис. 1.165. Фотошаблон ПП

Фотошаблоны необходимы для создания рисунка проводников, КП и прочих элементов на ПП в соответствии с электрической принципиальной схемой.

По назначению фотошаблоны подразделяют на контрольные, которые хранятся в специальном помещении как эталоны, и рабочее, изготовляемые контрольным методом контактной печати и служащие для перенесения имеющегося на них рисунка на ПП.

Создание фотошаблона. Изготовление ПП начинается с изготовления комплекта фотошаблонов, от качества и точности которых зависит результат всего производственного цикла, на каждом этапе которого может происходить потеря точности исходного рисунка.

Сначала создается оригинал рисунка всех необходимых элементов ПП, выполненный с необходимой точностью в увеличенном заданном масштабе (2:1; 4:1 и др.). Оригинал рисунка можно создавать вручную на ватмане, картоне, стекле или синтетической пленке или с применением соответствующего программного обеспечения на компьютере с последующим автоматическим переносом на прозрачный носитель.

Оригинал рисунка ПП содержит все проводники и контактные площадки, выполненные в заданном масштабе с соблюдением размеров, расстояний между ними и координат расположения их на ПП, а также контур готовой ПП, тестовые отверстия, маркировочные знаки и другие элементы, т. е. все элементы печатного монтажа, которые должны быть воспроизведены

в виде рисунка из меди или алюминия при изготовлении ПП. После изготовления увеличенного в масштабе оригинала рисунка ПП его уменьшают до истинных размеров путем фотографирования, за счет чего снижается погрешность оригинала, и эти уменьшенные копии используются в качестве фотошаблона.

Фотошаблон рисунка ПП — фотографическое воспроизведение оригинала в масштабе 1:1 на высокостабильной основе — пленке или стекле.

Фотошаблон устанавливают на поверхность ПП, на которую предварительно нанесена светочувствительная пленка — фоторезист. Изображение с фотошаблона на ПП переносится способом контактной печати экспонированием с помощью УФ-излучения. На фотошаблоне имеются рабочая зона, технологическое поле и контрольные знаки.

Промывка и сушка. Поверхность, на которую наносится фоторезист, должна быть тщательно очищена от грязи, масел, пыли. Хорошо приспособлены к автоматизации массовые процессы: проявление, промывка, сушка. В последнее время созданы автоматические установки проявления, промывки и сушки, рассчитанные на одновременную обработку 10 и более пластин с фоторезистом.

Экспонированные пластины укладываются оператором рабочей поверхностью вверх в дискообразный держатель. После загрузки оператором держателя с пластинами в установку он включает пусковую кнопку, и дальнейшие операции выполняются автоматически.

Проявление и сушка. В результате проявления происходит удаление ненужных участков слоя фоторезиста, в результате на поверхности подложки остается защитный рельеф требуемой конфигурации.

У негативных фоторезистов проявление является простым удалением неполимеризованных областей (иногда в том же растворителе, какой использовался для приготовления резиста).

У позитивных проявление связано с химической реакцией превращения инден-карбоновых кислот в растворимые соли.

Проявление позитивных слоев — критичный процесс, зависящий от ряда факторов:

а) типа проявителя (щелочное соединение, добавки и др.) и его концентрации;

б) времени и температуры проявления;

в) дополнительного механического удаления растворенных участков.

Для проявления позитивных фоторезистов на основе хинондиазидов обычно используют сильно разбавленные водные растворы едкого натра или тринатрийфосфата. Некоторые фирмы прилагают к фоторезистам специализированные проявители.

Сушка проявленного рельефа отличается от сушки слоя тем, что при ней можно не опасаться теплового сшивания (или разрушения) фоторезиста. Соответственно температура второй сушки задается более высокой — это повышает защитные свойства рельефа.

Травление печатных плат. В настоящее время травление ПП (рис. 1.166) в большинстве случаев выполняется с использованием хлорида железа или аммоний персульфата.

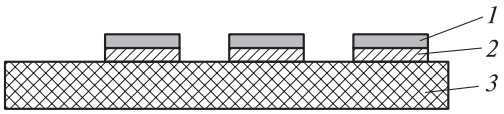


Рис. 1.166. Схема травления ПП:
1 — фоторезист; *2* — медь; *3* — стеклотекстолит

Процесс с хлоридом железа Fe_3Cl. Процесс травления в этом растворе продолжается 30...60 мин.

Недостатки процесса: образование отходов, низкая скорость травления, существенное изменение скорости травления при изменении концентрации травителя.

Процесс с аммоний персульфатом $(NH_4)_2S_2O_8$:

– время травления около 10 мин;

– раствор должен быть нагрет и перемешиваться (недостаток);

– современная методика: состав раствора 200 мл 35%-ной соляной кислоты HCl, 30 мл 30%-ной перекиси водорода H_2O_2, 770 мл воды H_2O.

Преимущества — высокая скорость травления, сравнительная химическая безопасность.

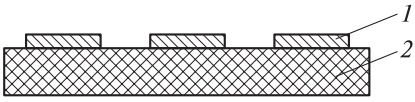


Рис. 1.167. Печатная плата после удаления фоторезиста:
1 – медь; *2* — стеклотекстолит

Удаление фоторезиста. Остатки фоторезиста должны быть удалены после процесса травления (рис. 1.167) с помощью органических растворителей, например ацетона.

После изготовления высококлассного рельефного литографического изображения, особенно на ПП, ее необходимо защитить от влияния окружающей среды. Безотказность ПП во многом определяется ее защитой от процессов окисления.

Тесты к лекции 1.17

1. ***Что такое фоторезист?***

а) тонкий слой светочувствительного материала;

б) фотография топологии микросхемы;

в) фотография резисторов.

2. ***Какой фоторезист называется позитивным?***

а) фоторезист, у которого проэкспонированные области становятся растворимыми и после проявления разрушаются;

б) положительный фоторезист;

в) фоторезист, у которого проэкспонированные области становятся нерастворимыми после проявления.

3. ***Какой фоторезист называется негативным?***

а) фоторезист, у которого проэкспонированные области образуют защищенные участки и не разрушаются при проявлении;

б) отрицательный фоторезист;

в) фоторезист, у которого проэкспонированные области после проявления разрушаются.

4. ***Выберите правильный вариант нанесения фоторезиста на полупроводниковую пластину:***

а) нанесение центрифугированием;

б) нанесение кистью;

в) нанесение валиком.

5. ***Что представляет собой фотошаблон ПП?***

а) графическое позитивное или негативное изображение рисунка печатного монтажа, выполненного в натуральную величину на светопроницаемом основании;

б) изображение рисунка печатного монтажа, выполненного на бумажном или другом непрозрачном носителе в натуральную величину;

в) изображение рисунка печатного монтажа, выполненного на компьютере с использованием соответствующего программного обеспечения.

6. ***Какие травители применяют для травления ПП?***

а) хлорид железа или персульфат аммония;

б) серная или соляная кислота;

в) хлорид натрия или хлорид калия.

1.18. ГАЛЬВАНОПЛАСТИКА И ГАЛЬВАНОСТЕГИЯ

Цель лекции — изучение особенностей применения методов гальванопластики и гельваностегии в приборостроении.

1.18.1. Основы гальванопластики

Гальванопластика — техника получения точных металлических копий путем электроосаждения металла на формы, которые по окончании процесса отделяются от осажденного слоя.

Техника гальванопластики используется в основном для получения изделий нестандартной формы и инструмента, а также для их воспроизведения и копирования.

Гальванопластика является электрохимическим процессом, обеспечивающим безотходность технологии (рис. 1.168).

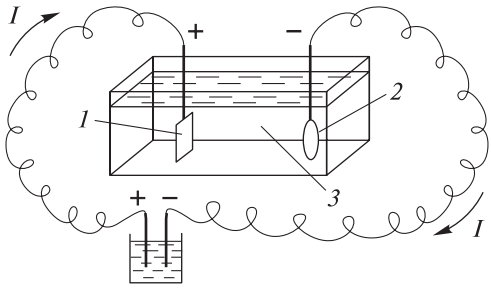


Рис. 1.168. Схема установки для гальванопластики:

1 — анод; *2* — изделие (катод); *3* — ванна с электролитом; *I* — электрический ток

Гальванопластику изобрел российский физик Б. Якоби [51]. Эта технология быстро распространилась в Российской империи, в частности, таким способом были созданы скульптуры Исаакиевского собора в Санкт-Петербурге. Борис Семенович получил за свое открытие Демидовскую премию и большую золотую медаль Парижской выставки.

В 1836 г. М. Фарадей опубликовал полученные математически количественные характеристики электролиза. Выявленные взаимосвязи между количеством прошедшего через электролит электричества и количеством выделившегося при этом вещества впоследствии были названы законами Фарадея для электролиза.

Закон Фарадея:

$$m = kIt,$$

где m — масса вещества, осажденного на катоде, г; k — электрохимический эквивалент или масса вещества (в граммах), осажденного в течение 1 ч при силе тока 1 А; I — сила протекающего через электролит тока, А; t — длительность протекания тока, ч.

Преимущества гальванопластики как метода формования:

– высокая точность воспроизведения микро- и макрогеометрического сложного рельефа поверхности, на которую проводится электроосаждение металла;

– низкая стоимость оснастки и оборудования, что позволяет часто менять конструкцию деталей;

– многократное использование моделей для наращивания;

– тождественность деталей, снимаемых с одной модели;

– в условиях многосерийного производства возможность одновременно изготовлять большое количество деталей, которое определяется размерами ванн и мощностью источников тока;

– получение комбинированных деталей как из различных металлов, так и неметаллов;

– малые затраты труда по сравнению с такими методами формообразования, как литье, штамповка, механическая обработка.

Недостатки гальванопластики:

– ограничения в перечне используемых металлов и сплавов;

– относительно невысокая скорость осаждения;

– неравномерность распределения электролитических осадков по рельефной поверхности, что приводит к увеличению стадий механической обработки.

Область применения гальванопластики очень обширна: бесшовные трубы; волноводы; сильфоны; гильзы с кумулятивным зарядом; художественные изделия; компоненты для исследований в области термоядерного синтеза и ядерной энергии; датчики шероховатости поверхности; золотые коронки и мосты для стоматологии; калибровочные шкалы для электронной микроскопии; корпуса для слуховых аппаратов; микроустройства для электронного; микромеханического применения и многое другое.

Немногие электрохимические процессы идут точно в соответствии с законом Фарадея, так как часть тока может быть израсходована на побочные процессы, например на выделение водорода.

Выходом по току η (%) называется отношение массы вещества $G_{\text{факт}}$, действительно полученной при электролизе, к массе вещества $G_{\text{макс}}$, которая должна была получиться по законам Фарадея при той же затрате электричества:

$$\eta = (G_{\text{факт}} / G_{\text{макс}}) \cdot 100\ \%.$$

В практической гальванотехнике закон Фарадея имеет более развернутый вид, учитывающий катодный выход по току, η %:

$$m = kIt\eta.$$

Основные этапы технологии гальванопластики:
– конструирование и изготовление форм;
– подготовка форм к нанесению проводящих или разделительных слоев;
– нанесение проводящего слоя на неметаллическую поверхность формы;
– нанесение разделительного слоя на металлический слой формы;
– электроосаждение требуемого металла или сплава;
– обработка тыльной стороны наращенного изделия;
– отделение готового изделия от формы.

Конструирование и изготовление форм. Формой называется изделие, на которое непосредственно осаждают металл, чтобы получить обращенную копию поверхности. Форма определяет не только конфигурацию и размер детали, но и точность изготовления и чистоту поверхности получаемой детали.

По принципу использования формы подразделяются:
– на постоянные (для изделий допускающих разъем);
– одноразового использования (выжигаемые, выплавляемые, растворяемые).

По материалу формы классифицируют на:
– металлические;
– неметаллические;
– комбинированные.

Важно при конструировании формы учитывать особенности процесса электроосаждения металла, в частности, рассеивающую способность электролита, способность электролита улучшать первичное распределение тока по поверхности детали. Материалы, применяемые для неразрушаемых металлических форм, представлены в табл. 1.15.

Таблица 1.15

Материалы, применяемые для неразрушенных металлических форм

Материал	Особенности применения	Область применения	Достоинства/недостатки
Хромоникелевая сталь 12Х18Н10Т	Наращивание проводят из кислых электролитов	Формы большой точности изготовления	Недостатки: трудоемкая механическая обработка, относительно низкая твердость, термозакалке не поддается, немагнитны, высокая стоимость
Хромистые стали 4Х13, 3Х13, 2Х13	Наращивание проводят из щелочных электролитов	Дешевые формы	Достоинства: дешевы, просты в обработке. Твердость увеличивается при термозакалке

Окончание табл. 1.15

Материал	Особенности применения	Область применения	Достоинства/недостатки
Медь, латунь	Наращивание проводят электролизом в расплавленных средах	Наиболее часто используют вследствие хорошей технологичности	Недостаток: мягкая
Титан и его сплавы	Разделительный слой образуется самопроизвольно на воздухе и представляет собой прочный слой оксида титана	Микроминиатюрные изделия	Достоинство: высокая коррозионная стойкость, легкость. Недостаток: высокая трудоемкость обработки, высокая стоимость
Никелевые сплавы (инвар, ковар)	Оксидные разделительные слои образуются самопроизвольно	Никелевые матрицы пресс-форм, прочные изделия, работающие при низких температурах	Достоинство: низкий коэффициент теплового расширения. Недостатки: высокая трудоемкость обработки, высокая стоимость

Формы могут быть разрушаемые: в этом случае для освобождения полученной детали после осаждения металла на форму ее разрушают (табл. 1.16).

Таблица 1.16

Материалы для разрушаемых форм

Материал	Область использования	Достоинства/недостатки
Алюминий и его сплавы	Для производства волноводов	Достоинство — формы легкие, получают как литьем, так и механической обработкой
Легкоплавкие сплавы	Изготовление форм литьем из легкоплавких сплавов	Недостатки: невысокая точность, нестабильность размеров при комнатной температуре

Применяются также неметаллические формы — гипсовые и восковые, преимущественно в художественной гальванопластике. Проводящий слой наносится механическим способом путем графитирования.

Гипсовые формы дешевы, но вследствие гигроскопичности гипса их необходимо подвергать пропитке. Восковые формы также дешевые, но требуют аккуратного обращения из-за высокой пластичности воска.

Материалы для пластмассовых форм приведены в табл. 1.17.

Таблица 1.17

Материалы для пластмассовых форм

Материал	Свойства	Достоинства/недостатки
Эпоксидные пластмассы	Высокая химическая стойкость, прочность, минимальная усадка, способны отверждаться при комнатной температуре без давления	Недостатки: вязкость, токсичность отвердителей и трудность удаления воздуха из смесей
Акриловые пластмассы	В неотвержденном виде имеют высокую химическую активность и могут взаимодействовать со многими веществами, например, разъедать силиконы, растворять оргстекло и полистирол и др. материалы. Но при этом акриловая смола в жидкой и твердой фазе инертна к таким материалам, как полиэтилен, полипропилен и стекло, поэтому формы для литья рекомендуется изготовлять именно из них	Достоинства: более дешевые и быстрее отверждаются
Пенопласты	Газонаполненные пластмассы обладают пористой структурой, состоящей из несообщающихся ячеек; низкая плотность. Щелочестойкий материал. Устойчив к агрессивным средам	Достоинства: высокие прочностные характеристики, большая гибкость, малая усадка. Недостатки: точно передают рельеф поверхности. Токсичен. Нельзя делить на порции, необходимо использовать весь материал сразу. Сильно прилипает ко всем материалам, требуется большое количество смазки. Наличие пузырьков воздуха на поверхности формы. Сложность в работе. Достаточно густой вязкий материал — сложно заливать
Каучук	Высокая эластичность (каучуки способны восстанавливать форму), электроизоляция, водо- и газонепроницаемость	Достоинства: высокая абразивная устойчивость. Долговечность. Сохранение геометрических размеров в течение всего срока эксплуатации. Недостаток: высокая стоимость оборудования для производства форм

Подготовка форм к нанесению проводящих или разделительных слоев. Основные операции подготовки форм: очистка, обезжиривание, пропитка, создание шероховатости, сенсибилизация, активирование. Последовательность операций, их число, а также сами способы проведения операций зависят от материала, формы, способа нанесения проводящего или разделительного слоя и способа нанесения покрытий.

Нанесение проводящего слоя на неметаллические формы. Проводящий слой наносится механическим способом, например графитированием. Недостаток графитирования: большое удельное сопротивление.

Другой способ — нанесение порошка из меди и бронзы (вместо графита). Можно также наносить токопроводящие эмали и эмульсии. Пример такого состава:

– порошок бронзы — 70...90 %;
– жидкое стекло — 10...30 %;
– эпоксидная смола – 2...5 %.

Химический способ получения проводящего слоя на неметаллических формах. Разработаны способы химического восстановления металла из соединений для получения проводящих покрытий из серебра, меди, платины, никеля, кобальта, сурьмы и др. Есть пленки со специальными свойствами. Их наносят, если проводящий слой должен обладать дополнительными свойствами, например, магнитными, эмиссионными, полупроводниковыми и т. п.

Преимущество способа — возможность металлизации изделий сложной формы, а также тонких и узких каналов и отверстий, высокая точность процесса.

Другие способы металлизации:

– термическое восстановление металла из соединений (из газовой фазы или нанесение проводящих паст с их последующим вжиганием);
– вакуумное напыление металла;
– пневматическое распыление металла.

Нанесение разделительного слоя на металлические формы. Возможность снятия гальванических копий с металлических форм достигается путем нанесения на поверхность формы тонкого разделительного слоя. Следует отметить, что при нарушении разделительного слоя или плохом его качестве будет практически невозможно воспроизвести точное копирование. Разделительный слой должен покрывать форму равномерно и полностью. Слой не должен растворяться в электролите до осаждения первичного беспористого слоя металла.

В машиностроении используется Fe (низкая стоимость, но нуждается в последующей обработке: азотирование, упрочнение).

Наибольшее применение в гальванопластике нашли сплавы: Ni — Co, Ni — Mg, Co — W.

Методы нанесения разделительного слоя и их характеристики:

– механический — для приготовления разделительного слоя может использоваться пчелиный воск. Его растворяют в скипидаре, причем скипидар содержит 1 % сероводорода (H_2S), который можно растворять в тетрахлориде углерода с добавлением небольшого количества канифоли и графитового порошка. Такого рода составы разделительных слоев подходят только для комнатной температуры;

– смачивание в эмульсии — эмульсия состоит из минерального масла, эмульгатора и связующего вещества (спирт или спиртообразные материалы);

– химический — обеспечиваются условия для образования сульфидных, оксидных, фосфатных и других пленок. Наносят разделительный слой либо погружением, обливанием, путем натирания слабым раствором соли, пульверизацией. Толщину разделительного слоя можно регулировать, изменяя время выдержки. Особенно часто применяют химическое нанесение, если металлические формы одноразовые и легкоплавкие;

– электрохимический — электроосажденные пленки могут быть нанесены на любые металлы и сплавы. Для электроосаждения используются традиционные металлы: медь, никель, кобальт, железо, золото, серебро; сплавы кобальт–никель, алюминий–цинк. Способ получения покрытий — катодное восстановление металла из электролита. Основная проблема — это получение качественного толстого сплошного покрытия без внутренних напряжений. Необходимо добиваться мелкозернистой структуры (используют медь и никель). На появление вредных механических напряжений влияют толщина слоя, температура;

– самопроизвольное образование — характерно для хрома. Его применение обусловлено тем, что он покрыт слоем оксида, который самопроизвольно возобновляется. Хромистые и хромоникелевые стали самопроизвольно образуют оксидные пленки, следовательно они могут быть использованы для изготовления форм. Используют также рений, титан, цирконий, которые образуют разделительный слой в виде оксида при воздействии кислорода воздуха.

Методами гальванопластики можно получить композиционные материалы. Для этого в осаждаемый слой включают частицы других материалов, в частности можно получить осажденный никель с включениями технического алмаза либо волокна вольфрама.

Обработка тыльной стороны наращенного металла. В наиболее простых случаях обработка сводится к чисто механической операции (шлифовка). В некоторых случаях с помощью такой обработки упрочняют полученную деталь или инструмент. Например, на тыльную сторону копии заливают специальные легкоплавкие сплавы (типографский сплав (%): свинец — 95, сурьма — 3, олово — 2).

Газоплазменным способом наносят слой металла (Cu, Al, Au). Толщина слоя около 30 мкм.

Упрочняют также путем обволакивания или опрессовывания пластмассой.

Отделение готового изделия от формы. По окончании процесса наращивания перед отделением металлической копии форму тщательно промывают. Готовые изделия отделяют от форм, используют механические усилия (гидравлическое давление, нагрев, охлаждение, вакуум).

Пластмассовые формы растворяют в органических растворителях или расплавляют форму.

Для отделения крупных тонкостенных изделий применяют охлаждение форм жидким азотом.

Можно отделять изделия от формы, сообщая форме ультразвуковые колебания с частотой, близкой к резонансной частоте формы.

1.18.2. Основы гальваностегии

Гальваностегия — электролитическое осаждение тонкого слоя металла на поверхности какого-либо металлического предмета, детали.

В зависимости от требований, предъявляемых к эксплуатационным характеристикам деталей, различают покрытия:

– защитные (для защиты покрываемого металла от коррозии);

– защитно-декоративные (для защиты покрываемого металла от коррозии и придания его поверхности декоративного вида);

– декоративные (для придания поверхности покрываемого металла декоративного вида);

– специальные (для придания поверхности покрываемого металла определенных свойств, например: диэлектрических, электропроводных, износостойких, противозадирных, под пайку, для повышения адгезии при гуммировании стальных изделий и т. д.).

Схема метода гальваностегии или гальванического осаждения металлов показана на рис. 1.169. В ванну с электролитом погружают изделие, на которое требуется осадить слой металла и подключают к отрицательному полюсу источника питания. Рядом с изделием в ванну погружают токопроводящий электрод, подключаемый к положительному полюсу. В результате электрохимической реакции на изделии осаждается слой металла.

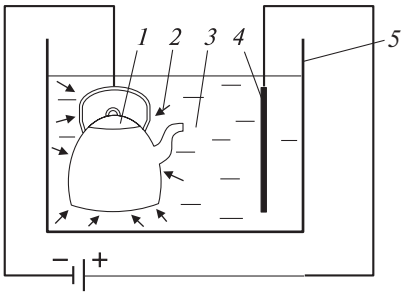


Рис. 1.169. Схема метода гальваностегии:

1 — изделие; *2* — осаждаемый металл; *3* — электролит; *4* — анод; *5* — ванна

Возможность нанесения осаждаемого металла гальваническим способом для некоторых металлов представлена в табл. 1.18.

Таблица 1.18

Возможности нанесения осаждаемого металла гальваническим способом для некоторых металлов

Металл, на который наносится покрытие	Металл, который наносится							
	Au	Ag	Cr	Ni	Cd	Cu*	Cu**	Zn
Медь Cu	Н	Н	Н	Н	Н	Н	Н	Н
Никель Ni	Н	М	Н	М	–	Н	Н	–
Цинк Zn	М	Мр	М	Мр	–	Н	М	–
Олово Sn	М	М	М	М	–	Н	М	–
Свинец Pb	М	М	М	М	Н	Н	М	–
Алюминий Al	М	М	М	Н	Н	Н	–	–
Железо Fe	М	М	Мр	Н	Н	Н	М	Н

Примечание: Н — можно наносить непосредственно; М — необходимо нанести медь в качестве подслоя; Мр – подслой из меди рекомендуется, но не обязателен; * — цианистый электролит; ** — кислый электролит.

Составы кислых электролитов меднения (в кг на 100 л) и режимы гальваностегии приведены ниже.

Электролит 1: сернокислая медь — 20, серная кислота (66 %) — 3. Плотность тока 0,5...3 А/дм^2, напряжение 1...4 В.

Электролит 2: сернокислая медь — 25, серная кислота (66 %) — 0,75, сегнетова соль — 0,2. Плотность тока 3...10 А/дм^2, напряжение 2...8 В. Применяется для гальванопластики.

Для обоих видов ванн применяют аноды из чистой меди (в виде листов толщиной 5...7 мм). Процесс осуществляется при комнатной температуре (20 °С).

Удаление медных покрытий в цианистом электролите: 100 л воды, 3,7 г цианистого калия; напряжение 6 В, температура 60 °С.

Ниже представлены кислые электролиты и параметры режимов для трех вариантов цинкования (кг на 100 л):

Электролит/параметр	Вариант 1	Вариант 2	Вариант 3
Сернокислый цинк	15	20	30
Сернокислый аммоний	5	–	–
Сернокислый натрий	–	4	–
Сернокислый алюминий	–	–	2
Хлористый цинк	–	1	–
Хлористый натрий	–	–	1,2
Борная кислота	1	0,5	1,8
Плотность тока, А/дм^2	0,3–1,0	0,5–3,0	1–3
Напряжение, В	1,0–2,5	1,5–2,5	2,0–2,5

Щелочные электролиты и параметры режима для трех вариантов цинкования (кг на 100 л):

Электролит/параметр	Вариант 1	Вариант 2	Для блестящего цинкования
Цианистая цинковокалиевая соль	–	4,5	–
Цианистый цинк	5	–	6
Цианистый калий	–	1,5	–
Цианистый натрий	4,5	–	3
Едкий натр	–	1,5	6
Сульфид натрия	–	–	0,25
Гелиотропин (пиперонил-альдегид)	–	–	0,1–0,3
Цианистая ртутно-калиевая соль	–	0,2	–
Плотность тока, А/дм^2	0,5–2,0	0,3–1,0	3–5
Напряжение, В	2–3	1,0–2,5	2–3

Кислые электролиты и параметры режима для двух вариантов латунирования (кг на 100 л):

Электролит/параметр	Вариант 1	Вариант 2
Сернокислая медь	1,5	–
Сернокислый цинк	1,5	–

Ацетат меди	–	1,5
Ацетат цинка	–	1,5
Цианистый натрий	1,9	3
Углекислый натрий (безводный)	2	3
Сульфит натрия	2	–
Бисульфит натрия	–	2
Напряжение, В	2,5–3,0	2,5–3,0
Температура, °С	20	20

Цианистые электролиты и параметры режима для четырех вариантов латунирования (кг на 100 л):

Электролит/параметр	Вариант 1	Вариант 2	Вариант 3	Вариант 4
Цианистая меднокалиевая соль	2,9	2,5	–	6,5
Цианистая цинкокалиевая соль	2,0	4,5	–	1,5
Бисульфат натрия	2,0	0,75	–	2,0
Сернокислый натрий кальцинированный	2,0	–	–	–
Углекислый натрий (безводный)	1,4	1,65	1,5	0,5
Цианистый калий	0,1	0,95	4,1	1,5
Цианистая медь	–	1,0	3,0	–
Хлористый аммоний	0,2	0,1	–	0,2
Аммиак	–	0,4	–	–
Цианистый цинк	–	–	0,75	–
Плотность тока, А/дм^2	0,3	0,6	0,3–2,2	0,1
Напряжение, В	3	2,5–3,5	3–5	1–2
Температура, °С	15–20	30–40	25–30	15–20

Никелирование применяется для нанесения декоративного покрытия слоем никеля и выполняется для защиты изделий от коррозии. Аноды из чистого никеля — не должны содержать примеси железа и меди (допускаются только незначительные следы). Аноды бывают литые или катаные; более экономичны катаные аноды. Применяют чаще всего пластины толщиной 10...12 мм (катаные — 5...8 мм, литые — 10...12 мм).

При требуемой толщине покрытия 0,01 мм никелирование в обычных растворах длится 1...3 ч, в зависимости от состава электролита; в растворах быстрого никелирования слой такой же толщины получается в течение 0,75...1,5 ч. Перед никелированием изделия подвергают гальваническому омеднению, затем наносят более тонкий слой никелевого покрытия. Ниже представлены электролиты для ускоренного никелирования.

Электролиты и параметры режима для трех вариантов ускоренного никелирования (кг на 100 л):

Электролит/параметр	Вариант 1	Вариант 2	Вариант 3
Сернокислый никель	22	22	15
Хлористый никель	–	2,5	–
Хлористый аммоний	2,2	–	–
Сернокислый магний	–	–	10

Борная кислота	2,5	1,5	1,5
Хлористый натрий	–	–	1,0
Плотность тока, А/дм^2	2–3	1,5–3,0	1–2
Напряжение, В	2–3	2–3	2–3
Температура, °С	35–50	35–50	35–50
Водородный показатель, pH	4,8–5	5	5

Электролиты и параметры режима для трех вариантов блестящего никелирования (кг на 100 л):

Электролит/параметр	Вариант 1	Вариант 2	Вариант 3
Сернокислый никель	7	20	8,3
Сернокислый натрий	1	2	8,3
Сернокислый магний	0,7	2	–
Хлористый аммоний	–	–	1,4
Борная кислота	–	–	1,0
Цитрат натрия	1	4	–
Хлористый натрий	0,3	2	–
Хлористый кадмий	–	–	0,007
Плотность тока, А/дм^2	1–3	1–3	1–3
Напряжение, В	4–6	4–6	4–6
Температура, °С	20	20	20

Электролиты и параметры режима для двух вариантов никелирования алюминия (кг на 100 л):

Электролит/параметр	Вариант 1	Вариант 2
Сернокислый никель	20	10
Хлористый никель	2,5	–
Хлористый натрий	0,5	0,5
Борная кислота	1,5	4
Сернокислый натрий	–	4
Сернокислый магний	–	3
Цитрат натрия	–	2
Лимонная кислота	–	0,2
Плотность тока, А/дм^2	2–4	1–3
Напряжение, В	4–6	4–6
Температура, °С	35–40	20
Водородный показатель, pH	5,0–5,7	5,0–5,4

Применяется также так называемое черное никелирование, покрытия, получаемые черным никелированием, имеют после полирования стекловидный блестящий черный оттенок.

Электролиты и параметры режима для двух вариантов черного никелирования (кг на 100 л):

Электролит/параметр	Вариант 1	Вариант 2
Сернокислый никель	8	6
Сернокислый натрий	2	–
Сернокислый цинк	2	9,75

Роданид аммония	1,5	1,5
Лимонная кислота	0,2	0,8
Плотность тока, А/дм^2	0,1–0,3	0,1–0,3
Напряжение, В	1,5	1,4
Температура, °С	18–20	18–20

Для декорирования поверхности металла прибегают к таким способам, как патинирование, индиирование или к процессу «электроколор».

Патинирование — искусственная имитация зеленоватого налета (патины) на меди и ее сплавах. Химически патина образуется в результате погружения в разбавленный уксус на довольно длительное время. Электролитическое патинирование производят в жесткой воде при напряжении 3 В и плотности тока 0,01 А/дм^2.

Индиирование — способ гальванического нанесения индиевого покрытия, например на подшипники авиадвигателей для увеличения их коррозионной стойкости. Электролит: раствор треххлористого индия — 30 г, цианистого калия — 95 г и декстрозы — 12 г в 1 л воды.

Процесс электроколор представляет собой один из способов окрашивания оксидами меди и ее сплавов, а также никеля и хрома. Оксиды наносятся электролитическим путем из раствора с медистыми солями. Катодом является изделие, анодом — медный лист (при напряжении 0,4 В и плотности тока 0,1 А/дм^2). В зависимости от требуемой окраски электролиз продолжается от 1 до 30 мин, поскольку цвет зависит от толщины нанесенного слоя.

Тесты к лекции 1.18

1. ***Что такое гальванопластика?***

а) техника получения точных металлических копий путем электроосаждения металла на формы, которые по окончании процесса отделяются от осажденного слоя;

б) получение пластичных материалов гальваническим способом;

в) процесс разделения металла, осажденного гальваническим способом от формы.

2. ***Какой процесс лежит в основе гальванопластики?***

а) электрохимический процесс;

б) химический процесс;

в) плазмохимический процесс.

3. ***Какие параметры влияют на массу осаждаемого металла при электрохимическом процессе согласно закону Фарадея?***

а) сила тока и время;

б) химический состав электролита и температура;

в) магнитная индукция и температура.

4. ***Что такое выход по току?***

а) отношение массы вещества, действительно полученной при электролизе, к массе вещества, которая должна была получиться по законам Фарадея при той же затрате электричества;

б) отношение количества электричества, действительно затраченного при электролизе, к количеству электричества, которое должно было получиться по закону Фарадея;

в) отношение силы тока при реальном электролизе к силе тока, которая должна была получиться по закону Фарадея.

5. ***Какое изделие называется формой в гальванопластике?***

а) изделие, на которое непосредственно осаждают металл, чтобы получить обращенную копию поверхности;

б) изделие, получаемое после осаждения металла на заготовку;

в) специальный чехол, которым закрывают готовое изделие для его защиты от внешних воздействий.

6. ***Что такое гальваностегия?***

а) электролитическое осаждение тонкого слоя металла на поверхности какого-либо металлического предмета, детали;

б) химическое осаждение тонкого слоя металла на поверхности какого-либо металлического предмета, детали;

в) плазмохимическое осаждение тонкого слоя металла на поверхности какого-либо металлического предмета, детали.

7. ***С какой целью применяют никелирование?***

а) для покрытия изделий слоем никеля с декоративной целью и для защиты от коррозии;

б) для изменения формы изделия;

в) для удешевления изделия.

8. ***Что такое патинирование?***

а) искусственная имитация зеленоватого налета на меди и ее сплавах;

б) искусственная имитация черного налета на стали;

в) удаление оксидного слоя с металла перед началом гальванического процесса.

9. ***Что такое индиирование?***

а) способ гальванического нанесения индиевого покрытия с целью увеличения и коррозионной стойкости изделий;

б) искусственная имитация фиолетового покрытия на пластмассовых изделиях;

в) удаление оксидного слоя с индиевых изделий перед началом гальванического процесса.

1.19. ЭЛЕКТРОФИЗИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ ОБРАБОТКИ

Цель лекции — изучение электрофизических методов обработки.

1.19.1. Основы электрофизических методов

Электрофизические методы обработки относятся к физико-химическим методам размерной обработки материалов, которые обеспечивают съем обрабатываемого материала в результате физико-химических процессов.

Электрофизические и электрохимические методы обработки применяют для обработки труднообрабатываемых, прочных, хрупких и многих других материалов, обработка которых обычными механическими методами затруднена или невозможна. К таким материалам относятся полупроводниковые материалы, кварц, рубин, ферриты, твердые сплавы и др. В зависимости от используемого физического процесса эти методы обработки материалов условно подразделяют на ультразвуковые, электроэрозионные, лучевые, электрогидравлические, магнитоимпульсные, электрохимические.

С разработкой и внедрением в производство этих методов сделан принципиально новый шаг в технологии обработки материалов — электрическая энергия из вспомогательного средства при механической обработке стала рабочим агентом.

1.19.2. Ультразвуковой метод обработки материалов

Ультразвуковой метод обработки заключается в механическом воздействии на материал. Он назван ультразвуковым потому, что частота ударов соответствует диапазону неслышимых звуков, т. е. выше 16 кГц. Ультразвуковым методом можно обрабатывать твердые и хрупкие материалы, частицы которых могут как бы выкалываться при ударе.

Ультразвуковая размерная обработка основана на ультразвуковых колебаниях инструмента в среде абразивной суспензии. Обрабатываемый материал выкалывается ударами зерен абразива, получающих ускорение от торца инструмента, колеблющегося с небольшой амплитудой. Обрабатываемый материал должен быть хрупким, а инструмент — более мягким (среднеуглеродистые стали). Схема ультразвуковой размерной резки полупроводниковых слитков на пластины приведена на рис. 1.170.

На инструмент *2* воздействуют ультразвуковые колебания от магнитострикторa *5* через концентратор колебаний *3*. Некоторые материалы, называемые магнитострикционными, под воздействием электромагнитных

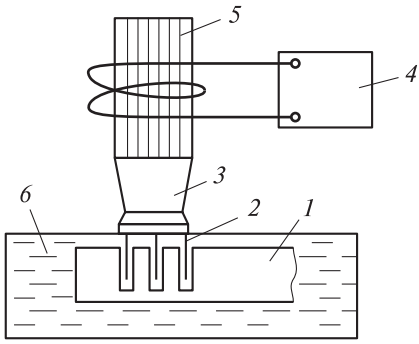


Рис. 1.170. Схема резки полупроводниковых слитков на пластины:
1 — заготовка; *2* — инструмент; *3* — концентратор; *4* — генератор; *5* — магнитостриктор; *6* — суспензия

колебаний от генератора *4* начинают «сжиматься и разжиматься» с той же частотой. Обработка происходит, если к торцу магнитостриктора, колеблющегося с ультразвуковой частотой и определенной амплитудой, прикрепить инструмент определенной формы. Для усиления энергии колебаний применяют концентраторы различной конфигурации.

Для повышения производительности процесса суспензию следует прокачивать через зазор между инструментом и обрабатываемым слитком, так как абразивные зерна постепенно разрушаются и их необходимо заменять. В качестве суспензии используют воду с абразивными зернами. Кавитация (схлопывание образовавшихся воздушных пузырьков в жидкой среде) ускоряет процесс обработки.

Ультразвук широко используют для очистки деталей. Ультразвуковые колебания, накладываемые на жидкость для очистки деталей, особенно малогабаритных и имеющих сложную конфигурацию, резко повышают скорость и качество очистки.

При пайке алюминия и его сплавов удаляют оксидную пленку, механически разрушая ее интенсивными ультразвуковыми колебаниями (рис. 1.171, *а*). При этом осуществляется процесс ультразвукового лужения. Суть явлений, происходящих при ультразвуковом лужении, заключается в следующем. Излучаемые рабочей частью паяльника знакопеременные упругие колебания частотой 16...22 кГц вызывают периодические растяжения и сжатия частиц жидкого припоя, в результате в расплавленном припое создаются кавитационные процессы. При этом возникают большие ударные импульсы, воздействующие на жидкий припой и поверхность облуживаемых деталей и вызывающие разрушение оксидной пленки. Раздробленные частицы оксидной пленки, обладающие меньшей плотностью, всплывают на поверхность припоя, и он беспрепятственно облуживает очищенную поверхность металла.

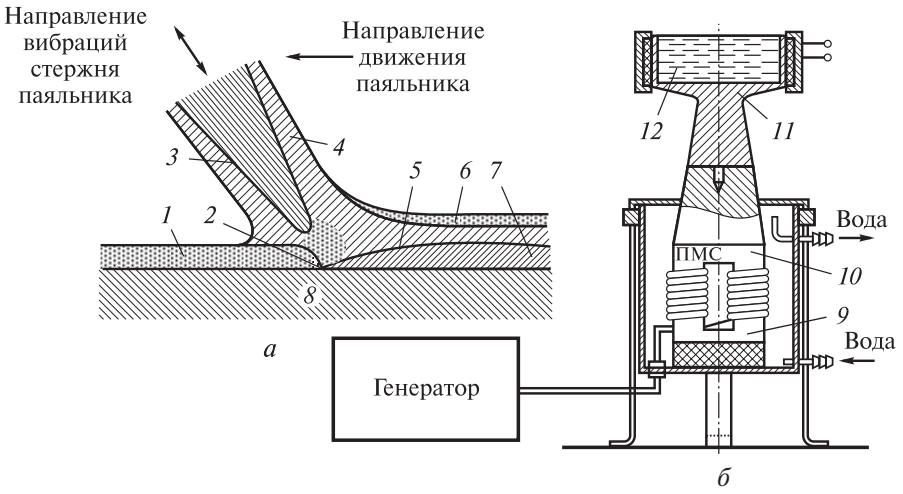


Рис. 1.171. Схема ультразвуковой пайки и лужения:

а — схема пайки; *б* — схема ванны лужения; *1* — оксидная пленка; *2* — контакт расплавленного припоя с чистым металлом; *3* — жало паяльника; *4* — расплавленный припой; *5* — затвердевший припой; *6* — остатки оксидов; *7* — смешанный слой припоя с чистым металлом; *8* — чистый металл; *9* — преобразователь; *10* — концентратор-трансформатор скорости; *11* — ванна; *12* — расплавленный припой

Процесс ультразвукового лужения позволяет облудить всю обрабатываемую поверхность, с которой сняты оксидные пленки, в то время как при механическом удалении оксидной пленки облуживаются только отдельные зачищенные места поверхности.

Оксидная пленка наиболее эффективно удаляется при частоте 18...23 кГц и интенсивности ультразвуковых колебаний 25...100 Вт/см^2. Зона такой интенсивности распространяется от излучающей поверхности преобразователя не далее 3 мм вследствие относительно высокой вязкости припоя. В этой зоне можно получить эффективное лужение в течение 0,1 с при условии, что поверхность детали была предварительно нагрета до температуры расплавленного припоя.

При уменьшении интенсивности ультразвуковых колебаний продолжительность удаления оксидной пленки увеличивается до 1 с. Более длительное воздействие кавитации разрушает поверхность обрабатываемого изделия, а в некоторых случаях приводит к растворению изделия в припое. Схема ванны лужения приведена на рис. 1.171, *б*.

1.19.3. Электроэрозионный метод обработки материалов

Электрофизические методы обработки позволяют создавать технологии изготовления изделий из материалов высокой твердости, обработка которых обычными методами невозможна или крайне затруднительна. К таким материалам относятся ферриты, германий, кремний, алмазы, рубины, кварц, твердые сплавы, керамика и др.



Рис. 1.172. Классификация эрозионных методов обработки

На рис. 1.172 представлена классификация электроэрозионных методов обработки, которые будут рассмотрены ниже.

Электроэрозионные методы обработки применимы для всех токопроводящих материалов. Эти методы основаны на явлении электрической эрозии, т. е. разрушении поверхности электродов электрическим разрядом, проходящим между ними. Разрушение материала происходит путем его оплавления с последующим выбросом из рабочей зоны в виде парожидкостной смеси (рис. 1.173). При определенных условиях, связанных с большой емкостью цепи, электрическая дуга переходит в искру и тогда начинает разрушаться анод (рис. 1.173, *а*). При незначительной емкости возникает дуговой разряд и происходит разрушение катода (рис. 1.173, *б*).

Искровой разряд представляет собой пучок ярких, быстро исчезающих или сменяющих друг друга нитевидных, часто сильно разветвленных полосок — искровых каналов. Эти каналы заполнены плазмой, в состав которой в мощном искровом разряде входят не только ионы исходного газа, но и ионы вещества электродов, интенсивно испаряющегося под действием разряда. Механизм формирования искровых каналов объясняется стримерной теорией электрического пробоя газов.

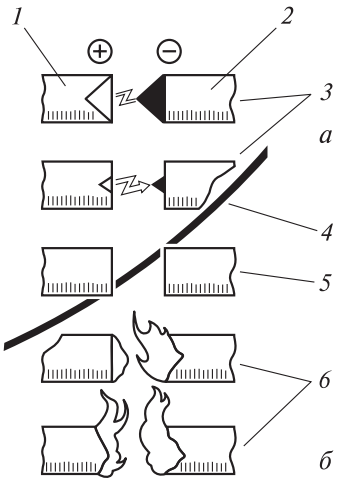


Рис. 1.173. Схема разрушения анода (*а*) и катода (*б*):
1 — анод; *2* — катод; *3* — искровая область; *4* — граница инверсии; *5* — область отсутствия эрозии; *6* — дуговая область

Согласно этой теории, из электронных лавин, возникающих в электрическом поле разрядного промежутка, при определенных условиях образуются стримеры — тускло светящиеся тонкие разветвленные каналы, которые содержат ионизированные атомы газа и отщепленные от них свободные электроны (рис. 1.174).

Стримеры, удлиняясь, перекрывают разрядный промежуток и соединяют электроды непрерывными проводящими нитями. Происходящее затем превращение стримеров в искровые каналы сопровождается резким возрастанием силы тока и количества энергии, выделяющегося в них. Каждый канал быстро расширяется, в нем скачкообразно повышается давление, в результате на

его границах возникает ударная волна. Совокупность ударных волн от расширяющихся искровых каналов порождает звук, воспринимаемый как «треск» искры (в случае молнии — гром). Максимальная сила тока в мощном искровом разряде может достигать значений порядка нескольких сотен килоампер.

Электроэрозионные методы различают в зависимости от формы и параметров импульсов тока и напряжения, а также метода генерирования импульсов. Импульсы тока и напряжения могут иметь униполярную, знакопеременную и другие формы. Основными параметрами импульсов являются их длительность $t_и$ и скважность q.

Скважностью импульса q называют отношение периода импульса T к его длительности $t_и$:

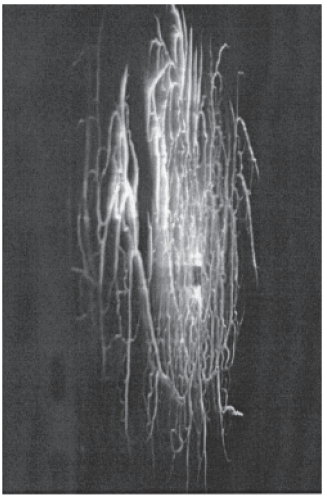


Рис. 1.174. Стримеры [52]

$$q = T/t_и.$$

По длительности импульсы подразделяют на короткие ($t_и < 10^{-4}$ с), средние ($t_и = 10^{-4}...10^{-2}$ с) и длинные ($t_и > 10^{-2}$ с).

1.19.4. Метод электроискровой обработки

Метод, предложенный Б.Р. Лазаренко и Н.И. Лазаренко, основан на использовании импульсных искровых разрядов малой длительности (до нескольких сотен микросекунд) и большой скважности ($q > 8$) (рис. 1.175).

К достоинствам электроэрозионной обработки относится возможность изготовления деталей сложных форм, криволинейных отверстий и отверстий некруглого сечения (рис. 1.176).

Обработка может осуществляться методом копирования формы электрода-инструмента и непрофилированным электродом.

Обработка методом копирования проводится при поступательном движении одного из электродов и неподвижно закрепленном втором электроде, при этом форма электрода-инструмента копируется деталью (см. рис. 1.174).

При прохождении искрового разряда в жидкости возникают гидравлические явления и газообразования, создающие взрывной эффект, который способствует удалению из межэлектродного промежутка разрушенного разрядом металла. Источником питания служат обычно генераторы постоянного тока напряжением 30...220 В, создающие силу тока зарядного контура в пределах 1...5 А. Сила тока в разрядном контуре достигает 100 А и выше. Время зарядки лежит в пределах 10^{-3} с, время разрядки — в пределах $10^{-5}...10^{-8}$ с.

Основная часть энергии, получаемой при разрядке конденсаторов, выделяется в виде теплоты (температура доходит до 11 000 °С). При этом

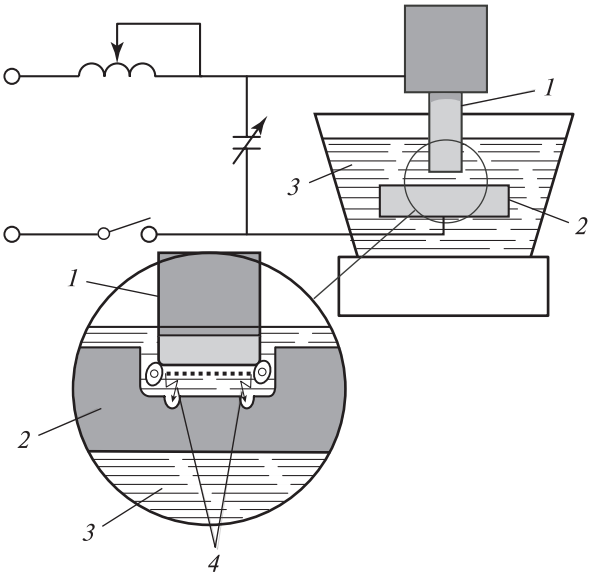


Рис. 1.175. Схема электроэрозионной обработки:
1 — инструмент (катод); *2* — заготовка (анод); *3* — жидкий диэлектрик; *4* — электрические разряды

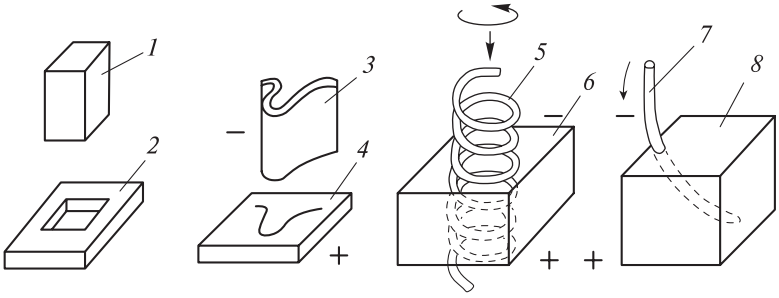


Рис. 1.176. Примеры деталей сложных форм:
1 — электрод-инструмент прямоугольной формы; *2* — получаемое в заготовке прямоугольное отверстие; *3* — ленточный электрод-инструмент сложной формы; *4* — получаемое в заготовке отверстие от ленточного электрода-инструмента; *5* — электрод-инструмент в виде пружины; *6* — получаемое в заготовке отверстие в виде спирали; *7* — электрод-инструмент в виде дуги; *8* — получаемое в заготовке отверстие в виде дуги

теплота расходуется на испарение и плавление металла и лишь небольшая ее часть поглощается электродами.

Последовательное действие разрядов, вызывающих электрическую эрозию, приводит к образованию в изделии выемки, представляющей собой как бы отпечаток электрода-инструмента. Во время работы разрядного контура вследствие эрозионного разрушения металла зазор между электродами постоянно увеличивается. В какой-то момент времени зазор возрастает настолько, что разряд не возникает и съем металла прекращается. Для обеспечения непрерывности процесса станки для электроискровой обработки снабжаются регуляторами, автоматически изменяющими положение одного из электродов и регулирующими подачу.

В качестве материала электродов используется латунь ЛС59-1, красная медь и медно-угольная композиция. Форма электрода подобна форме прошиваемого отверстия, но размеры его меньше размеров отверстия на 0,075...0,015 мм на сторону. Некоторые виды электродов представлены на рис. 1.177.

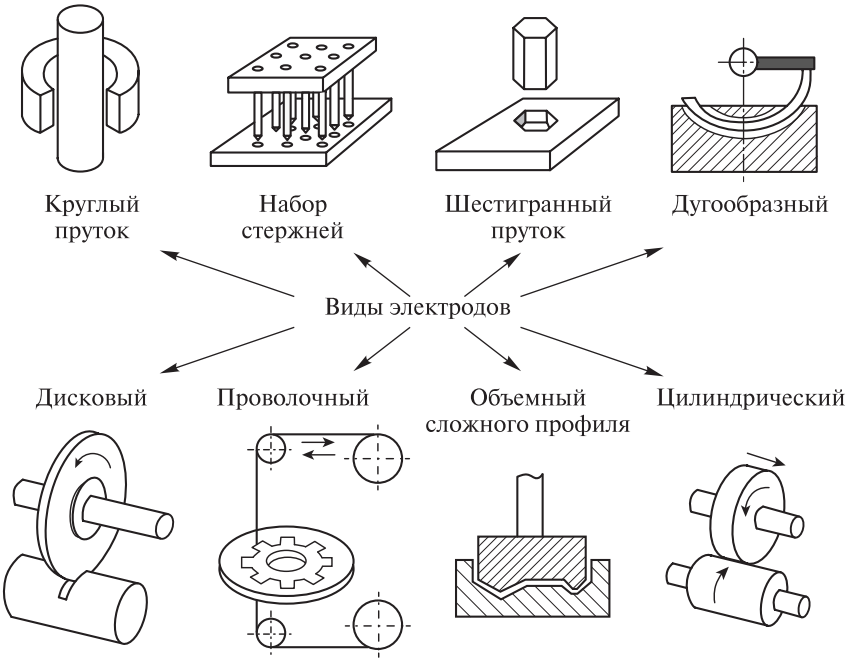


Рис. 1.177. Виды электродов

При обработке непрофилированным электродом (проволокой) — так называемым бесконечным электродом — проволокой, применяется латунная, медная, вольфрамовая и молибденовая проволока диаметром 0,02...0,3 мм (рис. 1.178). Таким образом например, получают маски-шаблоны при производстве тонкопленочных микросхем.

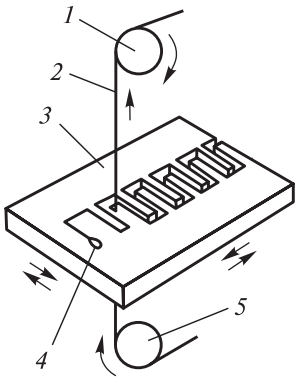


Рис. 1.178. Обработка непрофильным инструментом:

1 — приемная катушка; *2* — электрод-проволока; *3* — обрабатываемая заготовка; *4* — технологическое отверстие; *5* — подающая катушка. Диаметр проволоки 0,02...0,5 мм. Материал — от меди до вольфрама

Метод электроискровой обработки позволяет получить качественную поверхность, но не обладает достаточной производительностью.

При этом методе износ инструмента относительно велик (достигает 100 % от объема снятого материала). У всех станков есть общие детали: устройство для перемещения и крепления инструмента; устройство регулирования пространства между электродами; гидросистема. Генераторы для станков изготовляются отдельно и могут работать с различными станками, как правило, они универсальны. Устройства для перемещения инструмента или заготовки в электроэрозионных станках отличаются от подобных устройств обычных металлорежущих станков: они не требуют применения значительных силовых нагрузок.

Еще одно отличие — наличие электроизоляции между электродами. Гидросистема станка состоит из следующих частей: гидронасоса, ванны с рабочей жидкостью, фильтров. В качестве рабочей жидкости могут быть использованы керосин, вода и прочие жидкости.

Установлено, что электрические разряды не только разрушают поверхность электрода-инструмента, но при некоторых условиях способствуют отложению на нем своеобразной защитной пленки. Более детальные исследования показали, что эта пленка состоит из углерода и частиц металла обрабатываемой детали, что на рабочей поверхности инструмента протекают два противоположно направленных, но взаимосвязанных процесса: разрушение и восстановление.

Было предложено универсальное решение для повышения износостойкости электрода-инструмента с помощью специальной формы импульсов.

Импульсы, посылаемые генератором в межэлектродный промежуток, как бы разделены по функциям. Первоначальный импульс высокого напряжения обеспечивает эрозионное разрушение детали с высокой производительностью, а последующие импульсы меньшего напряжения способствуют ускоренному восстановлению электрода-инструмента.

Электроэрозионные инструменты не обрабатывают материалы, не проводящие ток, пусть даже самые непрочные. Этот недостаток заложен не в инструменте, а в самом электроэрозионном принципе обработки,

для осуществления которого необходим электрический разряд между двумя токопроводящими электродами. Однако выход был найден. Так, для обработки алмаза его покрывают тонкой металлической фольгой. Искра сначала пробивает фольгу, затем проскакивает через нее и отдает большую часть своей энергии не фольге, а алмазу. Затем происходит импульсное воздействие высокой температуры, испарение микрообъема и образование маленького кратера на поверхности алмаза. Этот процесс повторяется до тех пор, пока в кристалле не будет сделано отверстие по форме электрода-инструмента.

1.19.5. Метод электроимпульсной обработки

При электроискровой обработке рабочие импульсы вырабатываются за счет периодического изменения проводимости межэлектродного промежутка, а их параметры в значительной мере определяются свойствами этого промежутка — жидкой среды.

Было предложено генерировать импульсы не в самом рабочем зазоре, а вне его с помощью электрической схемы. Другими словами, создать генераторы, вырабатывающие импульсы с требуемой характеристикой без участия свойств межэлектродного промежутка.

Электроимпульсная обработка основана на использовании импульсов дугового разряда. Разработана советским специалистом М.М. Писаревским в 1948 г. и стала внедряться в промышленности в начале 1950-х годов. В отличие от электроискрового, у дугового разряда температура плазмы ниже (4000...5000 °С), что позволяет увеличивать длительность импульсов.

Электроимпульсная обработка представляет собой разновидность электроэрозионной обработки. Она характеризуется большей скоростью съема металла при относительно высокой шероховатости обработанной поверхности. Соответственно и режимы обработки, форма используемых при обработке импульсов имеют существенные различия. В результате увеличения вводимой в зону импульсной обработки электрической мощности скорость съема металла по сравнению со скоростью съема при электроискровой обработке повышается в 8–10 раз.

Увеличение длительности импульсов при низкой скважности и устранении обратной полуволны напряжения приводит к резкому снижению износа электрода-инструмента. В отличие от электроискровой обработки здесь применяется обратная полярность: анод — инструмент, катод — деталь. Благодаря высоким скоростям съема металла при снижении относительного износа инструмента становится возможной обработка фасонных поверхностей большой площади, отличающихся значительным съемом металла. Высокий КПД генератора импульсов, применяемого при импульсной обработке, обеспечивает ее проведение при пониженном удельном расходе электрической энергии.

Электроимпульсный станок отличается от электроискрового практически только генератором импульсов. В СССР выпускали генераторы различного назначения. Развитие техники полупроводниковых приборов позволило создать генераторы, обеспечивающие изменение параметров импульсов

в широких пределах. Например, у советского генератора ШГИ-125-100 диапазон частот следования импульсов 0,1...100 кГц, длительность импульсов 3...9000 мкс, максимальная мощность 7,5 кВт, номинальная сила тока 125 А. Диапазон рабочих напряжений, вырабатываемых для электроискровой обработки, 60...200 В, а для электроимпульсной — 20...60 В.

1.19.6. Метод электрогидравлической обработки

Электрогидравлическая обработка материалов представляет собой одну из форм механического воздействия на материал. Интенсивный электрический разряд в жидкости приводит к сильному гидравлическому удару, под воздействием которого обрабатываемый материал может деформироваться и при известных условиях разрушаться или изменять первоначальную геометрическую форму. Электрогидравлический эффект используется в промышленности преимущественно для дробления крупных материалов, очистки литья от формовочной земли и штамповки.

1.19.7. Магнитоимпульсная обработка материалов

Магнитоимпульсная обработка материалов основана на использовании энергии сильного импульсного магнитного поля. Наиболее широко магнитоимпульсная обработка применяется для формообразования малопластичных, труднодеформируемых материалов, вырубки и штамповки и многих сборочных операций.

Известны две группы технологических схем магнитоимпульсной обработки. К первой группе относятся схемы, при которых осуществляется непосредственное воздействие импульсного магнитного поля на заготовку. Ко второй группе относятся схемы, при которых воздействия импульсных магнитных полей на заготовки происходит через промежуточные твердые, эластичные, жидкостные среды.

Тесты к лекции 1.19

1. ***Для обработки каких материалов применяют электрофизические и электрохимические методы обработки?***

а) для обработки труднообрабатываемых, прочных, хрупких материалов;
б) для обработки полимерных материалов;
в) для обработки материалов из стекла и фарфора.

2. ***На чем основан ультразвуковой метод обработки?***

а) на механическом воздействии на материал с частотой более 16 кГц;
б) на механическом воздействии на материал с частотой менее 16 кГц;
в) на механическом воздействии на материал с частотой от 4 до 16 Гц.

3. ***На чем основан электроэрозионный метод обработки токопроводящих материалов?***

а) на использовании преобразуемой в теплоту энергии импульсных электрических разрядов, возбуждаемых между инструментом и изделием;

б) на использовании перемещающегося относительно заготовки твердосплавного режущего инструмента;

в) на использовании абразивной суспензии.

4. ***На чем основаны лучевые методы обработки?***

а) на съеме части материала при воздействии на него сфокусированными лучами с высокой плотностью энергии;

б) на использовании сканирующего лазерного луча для построения компьютерной модели будущей детали;

в) на использовании сканирующего электронного луча для построения компьютерной модели будущей детали.

5. ***В чем заключается суть электрогидравлической обработки?***

а) в воздействии интенсивного электрического разряда в жидкости, что приводит к сильному гидравлическому удару, под воздействием которого обрабатываемый материал может деформироваться;

б) в воздействии электрогидравлического толкателя на материал заготовки, в результате чего она деформируется;

в) в воздействии электрогидравлического домкрата на материал заготовки, в результате чего она деформируется.

6. ***На чем основаны электрохимические методы обработки материалов?***

а) на преобразовании электрической энергии в энергию химических связей;

б) на воздействии кислотных травителей;

в) на воздействии щелочных травителей.

7. ***Для чего применяют ультразвук при пайке алюминия и его сплавов?***

а) для удаления оксидной пленки и последующего лужения;

б) для нагрева места пайки до температуры плавления припоя;

в) для нагрева флюса до температуры плавления.

8. ***Какую форму поверхности позволяет получить электроэрозионный метод обработки?***

а) любую;

б) только форму тела вращения;

в) только плоские поверхности.

1.20. АДДИТИВНЫЕ ТЕХНОЛОГИИ

Цель лекции — изучение особенностей применения аддитивных технологий в приборостроении.

1.20.1. Основы аддитивных технологий

Одним из направлений развития современного промышленного «цифрового» производства является разработка и применение новых технологий. Использование более совершенных методов и материалов позволяет создавать более надежную, качественную и дешевую продукцию. Примером того, как новые разработки и оборудование улучшают традиционное производство, является использование аддитивных технологий. Аддитивные технологии, или технологии послойного синтеза, — одно из наиболее динамично развивающихся направлений «цифрового» производства. Аддитивные технологии — это технологии построения изделия путем добавления материала (от английского *add* — добавлять) в отличие от традиционной технологии, в которой создание детали происходит путем удаления лишнего материала.

Аддитивные технологии производства позволяют изготовлять любое изделие послойно на основе компьютерной 3D-модели. Такой процесс создания объекта также называют «выращиванием» вследствие постепенности изготовления. В зависимости от технологии объект может строиться снизу-вверх или наоборот, получать различные свойства.

Аддитивные технологии получили широкое развитие начиная с середины 1980-х годов [14–18, 27, 37].

В 1980 г. Хидео Кодама (Муниципальный промышленный исследовательский институт Нагоя, Япония) подал заявку на регистрацию патента на устройство, которое с помощью УФ-засветки послойно формировало жесткий объект из фотополимерной смолы.

В 1983 г. трое французских инженеров Ален Ле Мехо, Оливье де Витт и Жан-Клод Андрэ (Национальный центр научных исследований) предложили при создании «фрактальных объектов» применить лазер для превращения мономера в полимер.

В 1984 г. Ч. Халл (США) предложил использовать технологию «стереолитографии» (SLA) для печати пространственных моделей по данным цифровых моделей из фотополимеризуемых композиционных материалов [14].

В 1985 г. М. Фейген предложил послойно формировать объемные модели из листового материала: пленок, полиэстера, композиционных материалов, пластика, бумаги и т. д., скрепляя между собой слои с помощью разогретого валика. Такая технология получила название «производство объектов ламинированием» (LOM).

В 1986 г. К. Декарт и Б. Биман (Техасский университет в Остине) получили патент на метод селективного лазерного спекания (SLS).

В 1987 г. израильской компанией Cubital была разработана Технология послойного уплотнения (SGC).

В 1988 г. С. Крамп предложил более простой и дешевый способ 3D-печати FDM (*Fused Deposition Modelling*) — технологию послойного наплавления пластикой нити [15].

В 1993 г. Массачусетский технологический институт (MIT) запатентовал технологию трехмерной печати 3DP (печать склеиваемым порошком), подобную струйной технологии обычных 2D-принтеров.

В 1993 г. (Michigan University, USA) разработан процесс направленного нанесения металла (*Direct Metal Deposition*, *DMD*).

В 1994 г. (Liverpool University, UK) предложен метод объемной лазерной наплавки (*3D Laser Cladding*) и метод объемной лазерной генерации (*3D Laser generating*, Fraunhofer-Institute of Production Technology (IPT), Germany).

В 1996 г. (Sandia National Laboratories & Sandia University (USA) разработан процесс лазерного формования (*Laser Engineered Net Shaping*, *LENS*).

В 1999 г. предложен метод объемной лазерной сварки (*3D Laser Welding*, Southern Methodist University, USA).

В 2005 г. Э. Боуэр (Университет Бата, Великобритания) инициировал открытый проект RepRap (*Replicating Rapid Prototyper*) — самовоспроизводящийся механизм для быстрого изготовления прототипов.

В 2008 г. (Objet Geometries Ltd) разработан принтер Connex500, печатающий несколькими различными материалами сразу (3DP). В настоящее время количество материалов превысило 100.

Т. Боланд (Клемсонский Университет) запатентовал использование струйной печати для 3D-печати живых клеток, что сделало возможным печать человеческих органов в будущем. 8 декабря 2010 г. медицинская компания Organovo, Inc. объявила о создании технологии, которая сможет создавать искусственные кровеносные сосуды на 3D-принтере [18].

Параллельно шли разработки и других технологий [19, 34, 53, 54]. Обобщенная классификация основных аддитивных технологий представлена на рис. 1.179.

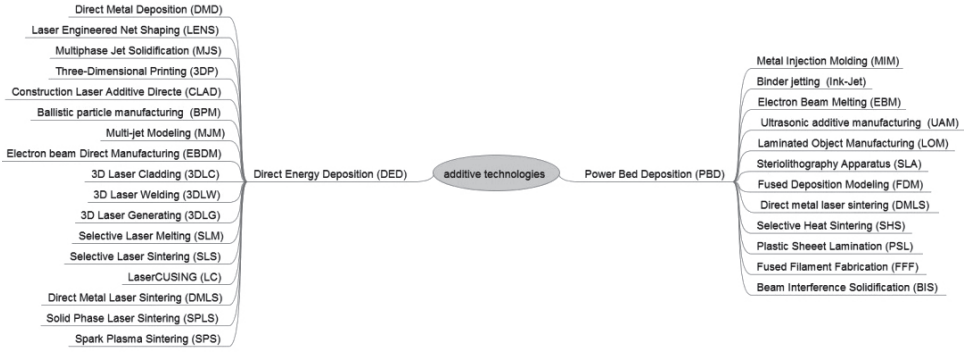


Рис. 1.179. Обобщенная классификация базовых аддитивных технологий

Аддитивные технологии активно используются в машиностроении, промышленности, науке, образовании, проектировании, медицине, литейном производстве и многих других областях.

Первые аддитивные системы производства работали главным образом с полимерными материалами. Сегодня 3D-принтеры, олицетворяющие аддитивное производство, работают также и с инженерными пластиками, композитными порошками, различными типами металлов, керамикой, песком (табл. 1.19).

Таблица 1.19

Сравнительные характеристики материалов для аддитивных технологий

Название / форма материала / вид технологии	Преимущества	Недостатки
PLA — пластик (полиактид) / проволока / FDM	Температура плавления (170–180 °C); биоразлагаемый; высокоэкологичный	Повышенная хрупкость; повышенная гигроскопичность
ABS — пластик / проволока / (акрилонитрил-бутадиенстирол) / FDM	Долговечность; прочность; низкая себестоимость; хорошая склеиваемость; растворяется в ацетоне; быстрое затвердевание; хорошая адгезия к покрытиям	Плохая термостойкость; не устойчив к агрессивным средам; склонность к деформации; низкая адгезия к подложке; токсичность паров
Нейлон / проволока / FDM	Высокая износостойкость; низкий коэффициент трения; малое коробление; хорошая адгезия слоев и покрытий	Высокая гигроскопичность; токсичность паров
Металлы / порошки / SLS, SLM, MIM, UAM, MJS, DMD, LENS, CLAD, EBDM, EMB	Долговечность; высокая прочность; высокая износостойкость; хорошая адгезия слоев и покрытий; низкая гигроскопичность; высокая термостойкость; устойчив к агрессивным средам	Высокая себестоимость

Окончание табл. 1.19

Название / форма материала / вид технологии	Преимущества	Недостатки
Керамика / порошки / SPLS	Долговечность; высокая прочность; малая плотность, легкость; высокая износостойкость; хорошая адгезия слоев и покрытий; низкая гигроскопичность; высокая термостойкость (до 3500 °C); радиационная устойчивость; биосовместимость; устойчива к агрессивным средам	Высокая себестоимость
Пластик / листовой материал / UAM, LOM	Долговечность; прочность; низкая себестоимость; хорошая склеиваемость; растворяется в ацетоне; быстрое затвердевание; хорошая адгезия к покрытиям	Плохая термоскойкость; не устойчив к агрессивным средам; склонность к деформации; низкая адгезия к подложке; токсичность паров
Композитные смеси (термопластики, воски и фотополимерные смолы) / гель / MJM, SLA	Высокая точность; минимальная толщина слоя до 16 микрон; высокое разрешение	Высокая себестоимость
Гранулы металлов / Feedstock / EBDM	Долговечность; высокая прочность; высокая износостойкость; хорошая адгезия слоев и покрытий; низкая гигроскопичность; высокая термостойкость; устойчив к агрессивным средам	Высокая себестоимость; ограниченная доступность материалов

Применение аддитивных технологий может значительно сократить затраты на разработку и внедрение вновь разрабатываемых изделий. К таким технологиям относятся методы трехмерного быстрого прототипирования. Они предназначены для получения образцов, которые используют для визуальной оценки, тестирования или мастер-моделей при создании литейных форм.

Преимущества аддитивных технологий.

1. Возможность изготовления изделий со сложной геометрией, которые невозможно получить другим способом.

2. Изготовление изделий с улучшенными свойствами благодаря послойному построению изделия.

3. Большая экономия сырья, так как используется практически то количество материала, которое необходимо для производства изделия. Потери сырья при традиционных способах изготовления могут составлять до 80...85 %.

4. Мобильность производства и ускорение обмена данными за счет замены большого числа чертежей, замеров и громоздких образцов компьютерными моделями будущих изделий, которые можно передать в считаные минуты изготовителю — и сразу начать производство.

Медленный процесс трансформации традиционного отечественного производства связан с наличием следующих проблем.

1. Неразвитость цифровой культуры.

2. Дефицит соответствующих специалистов, которые могут работать в динамичной цифровой экосистеме как представители цифрового поколения.

3. Отсутствие стратегии привлечения специалистов, оптимизации процессов, внедрения новых технологий.

4. Отсутствие эффективных организационных структур, обеспечивающих применение аналитики данных.

5. Отсутствие качественной аналитики данных, которая обеспечивает доверие, подкрепленное прозрачностью и неопровержимостью информации.

6. Отсутствие надежных систем управления рисками и факторами дестабилизации операционной деятельности.

7. Отсутствие систем управления с цифровой совместимостью, поддерживающих сквозные процессы с партнерами по горизонтальной цепочке создания стоимости.

8. Отсутствие стандартов и инфраструктуры.

1.20.2. Виды аддитивных технологий

3DP — струйная 3D-печать — одна из наиболее старых технологий, разработана Массачусетским технологическим институтом (США).

Самые первые 3DP-принтеры использовали в качестве расходного материала гипс, который склеивали водой. Современные экструдеры справляются также и с пластиками, песчаными смесями, некоторыми металлическими сплавами. Сама по себе технология недорогая, однако в большинстве случаев требуется дополнительная постобработка и улучшение прочностных характеристик изделия.

3DP работает по принципу послойного построения модели из порошкового расходного материала любого типа и назначения. После равномерного распределения каждого нового слоя порошка по рабочей поверхности печатная головка наносит на него связующий материал. Каждый последующий слой склеивается с предыдущим, образовывая полноценную модель.

Одним из преимуществ метода является отсутствие необходимости использования опорных конструкций, как в технологиях FDM и SLA.

Область применения метода — биопечать для выращивания органической ткани.

SLA — стереолитография — самая первая технология 3D-печати, изобретенная в 1984 г. и запатентованная в 1986 г. Ч. Халлом, который первым в мире сконструировал устройство для изготовления плотных физических объектов путем наслоения жидкого фотополимера.

Как и в случае с пластиковой нитью, модель выращивается путем послойного вычерчивания лазером ее очертаний. В точках соприкосновения модели с лазером фотополимер застывает. По мере формирования каждого слоя рабочая платформа погружается в наполненный жидкой смолой бак для выравнивания поверхности. Этот цикл повторяется столько раз, сколько необходимо для завершения процесса прототипирования.

Главное преимущество стереолитографии — высокая точность. Это одна из самых точных технологий послойного синтеза, основанная на послойном отверждении жидкой фотополимерной смолы лучом ультрафиолетового лазера или аналогичного источника энергии. Толщина слоя в зависимости от возможностей принтера может достигать 15 мкм, что в несколько раз тоньше волоса.

Используется для изготовления высокоточных изделий с различными свойствами в цифровой медицине, стоматологии и ювелирном деле. Промышленные принтеры для SLA-печати позволяют создавать объекты размером до нескольких метров.

FDM — послойное наплавление разработано в 1988 г. С. Крампом на кухне. Технология послойного наплавления является самым простым и самым распространенным способом 3D-печати в мире, на основе которого работают миллионы 3D-принтеров — от самых дешевых до промышленных систем трехмерной печати. Файл для печати создается преимущественно в формате STL, позволяющем сегментировать виртуальную модель на слои. Он поддерживается всеми CAD-программами автоматизированного проектирования и считается универсальным.

Пластиковая нить при попадании в экструдер нагревается до температуры плавления и дозированно подается через сопло на рабочую поверхность 3D-принтера. Слой за слоем, толщина которого зависит от возможностей принтера, на рабочем столике выращивается готовый объект, контуры и геометрия которого точно соответствуют виртуальному прототипу. Полученные изделия отличаются высокой прочностью, гибкостью, прекрасно подходят для тестирования продукции, прототипирования, а также для изготовления готовых к эксплуатации объектов.

FDM-принтеры работают с различными типами пластиков, что позволяет изготовлять готовые изделия и их фрагменты различного размера, типа и назначения, определяемого физико-химическими свойствами материала.

DMLS — прямое лазерное спекание — разработано известной мюнхенской компанией EOS и применяется для производства изделий из металла.

Файл в формате STL перед запуском печати разделяется на чертежи, каждый из которых представляет один из слоев, создаваемых при построении модели.

Спекание металлического порошка обеспечивают достаточно мощные оптоволоконные лазеры. Небольшое количество металла подается в камеру построения и разравнивается с помощью специального валика. Лазерная головка движется по заданным в чертеже контурам и спекает свежий порошок в соответствии с контуром будущего изделия.

К достоинствам технологии относится высокая точность, толщина слоя достигает 20 мкм.

Прямое лазерное спекание — одна из наиболее производительных профессиональных промышленных технологий. Время прототипирования сокращается за счет увеличения числа лазеров без ущерба для точности.

SLM — селективная лазерная плавка разработана сотрудниками Института лазерной техники (США).

SLM-технология используется для прототипирования изделий из металлического порошка с использованием волоконного лазера высокой мощности.

На рабочую поверхность, которая находится в заполненной инертным газом (преимущественного аргоном) камере, наносится тонкий слой порошка. Полное отсутствие контакта металла с кислородом препятствует его окислению, что дает возможность работать даже со сложными с точки зрения обработки титановыми сплавами. Каждый новый слой сплавляется с предыдущим под воздействием направляемого в координатной плоскости лазерного луча. В качестве расходного материала используются коррозионностойкая и инструментальная стали, золото, серебро, алюминий, титан и сплавы на основании кобальта и хрома. Эта технология считается лучшей для изготовления тонкостенных объектов со сложной геометрией, которые с успехом применяются в машиностроительной, авиакосмической отраслях промышленности, автопроме, медицине. Наиболее похожие технологии — прямое лазерное спекание металлов (DMLS) и электронно-лучевое плавление (EBM).

С помощью этой технологии можно быстро изготовлять сложные по геометрии металлические изделия больших размеров, которые по своим качествам превосходят литейное и прокатное производство (повышенная прочность, гибкость, термостойкость и др.).

SLM-технология позволяет печатать объекты с точностью в пределах 20...100 мкм.

SLS — селективное лазерное спекание разработано сотрудниками Университета Техаса (Остин, США) К. Декардом и Д. Биманом.

В качестве расходного материала при выборочном лазерном спекании используют полимерные порошки для печати функциональных прототипов и изделий в мелкосерийном производстве. Ее суть состоит в последовательном послойном спекании порошкового расходного материала с использованием высокомощных лазеров.

Порошковые пластики и металлы обрабатываются одним или несколькими углекислотными (как правило) лазерами — спекаются до образования

физического объекта. Его контуры постепенно вычерчиваются в соответствии с цифровой моделью.

Одна из особенностей изготовленных таким методом изделий состоит в том, что их плотность определяется не продолжительностью облучения, а максимальной энергией излучателя. Кроме того, для получения изделий селективным лазерным спеканием не требуется опорной структуры, которая характерна для FDM- и SLA-технологии, так как поддержка навесных элементов будущей модели обеспечивается неизрасходованным материалом.

SLS-технологию иногда путают с SLM-технологией, но разница между этими методами состоит в том, что первый обеспечивает только частичное плавление порошкового сырья, степень которого достаточна для того, чтобы обеспечить надежное сцепление слоев, а во втором — происходит полная плавка расходного материала с образованием монолитных моделей.

EBM — электронно-лучевое плавление — аддитивная технология для работы с металлами, напоминающая SLM-технологию, однако отличающаяся более высокой производительностью.

Ключевым отличием от других методов быстрого прототипирования является то, что в качестве источника энергии в этом случае вместо лазера используется электронный излучатель.

В процессе плавки высокомощный электронный пучок воздействует на металлический порошок, который находится в вакуумной камере. Главным преимуществом EBM-технологии перед другими технологиями, в которых используются порошковые расходники, является то, что слои будущего изделия выращиваются постепенно, без контакта с кислородом и другими активными газами, благодаря чему и обеспечивается высокая плотность и прочность итогового изделия. В настоящее время метод электронно-лучевой плавки (*Electron Beam Melting*, *EBM*) является наиболее совершенным среди других технологий 3D-печати (рис. 1.180). Этот метод, изначально разработанный в аэрокосмической отрасли, начал проникать и в гражданские сферы. Разработчиком EBM-технологии принято считать шведскую компанию Arcam AB. Порошок в необходимом количестве помещают в вакуумную камеру и разравнивают скребком, после чего управляемый поток электронов «обходит» контуры модели первого слоя и расплавляет порошок, формируя прочную структуру.

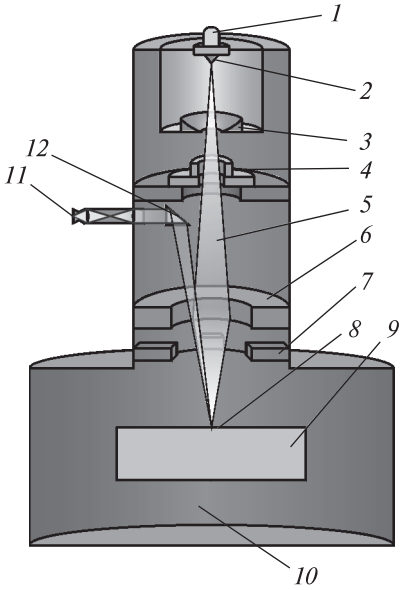


Рис. 1.180. Схема 3D-принтера, работающего по EBM-технологии:

1 — контакт с высоким напряжением; *2* — катод; *3* — отклоняющая чаша; *4* — анод; *5* — электронный луч; *6* — фокусирующая катушка; *7* — отклоняющая катушка; *8* — область плавления; *9* — изделие; *10* — вакуумная камера; *11* — окуляр для наблюдения; *12* — призма

Затем опять насыпается тонкий слой порошка и скребок разравнивает второй слой, и все повторяется.

Сочетание вакуума и общей высокой температуры позволяет добиться явления так называемой разгрузки внутреннего напряжения. Финальное изделие получает прочность, сопоставимую с прочностью кованых сплавов.

Мощность электронного пучка 50...3500 Вт (с плавной регулировкой). Диаметр электронного луча (FWHM) 0,2...1,0 мм (с плавной регулировкой). Скорость сканирования 800 м/с. Скорость построения (эталонная модель ARCAM) 55/80 $см^3$/ч (Ti6Al4V). Число электронных лучей 1...100. Энергопотребление 3х 400 В, 32 А, 7 кВт. Размер и масса 1850 × 900 × 2200 мм, 1420 кг.

Связь с CAD-программой на ПК. Формат CAD-файла: STL. Сетевое подключение Ethernet 10/100/1000. Настройки для максимально качественной поверхности. Имеются настройки на максимальную скорость построения. В качестве исходного строительного материала применяется металлический порошок, как правило, это титановые сплавы, но иногда используются и другие для получения каких-либо специфических свойств.

В отличие от других схожих технологий 3D-печати SLS и DLMS при этом методе не требуется последующая температурная обработка для достижения высокой прочности. Кроме того, EBM работает быстрее и точнее благодаря высокой энергетической плотности электронного луча.

LOM — трехмерное ламинирование — метод разработан известной компанией Helisys Inc и относится к технологиям быстрого прототипирования. Это наиболее доступный и недорогой метод 3D-прототипирования благодаря невысокой стоимости расходников, однако разрешение уступает стереолитографии или выборочному лазерному спеканию.

Суть метода состоит в последовательном послойном склеивании пленочных или листовых материалов (металлической фольги, пластика и даже бумаги). Контур каждого нового слоя определяется параметрами лазерной резки. В процессе печати на рабочую платформу помещается первый слой материала с предварительно нанесенным клеевым слоем, лазер вычерчивает контур будущего изделия, лишний материал отсекается, платформа с готовым слоем сдвигается вниз, а в камеру подается новый лист.

Трехмерное ламинирование позволяет изготовлять плотные и крупногабаритные изделия, толщина слоя которых зависит от выбранного материала производства.

К особенностям метода LOM относят необходимость последующей обработки готового изделия, однако изделия хорошо ей поддаются.

SDL-технология — селективно осаждающее ламинирование с использованием селективного осаждения не имеет ничего общего с технологией LOM. Резка бумаги в SDL-процессе выполняется специализированными лезвиями, а с помощью принтера склеиваются только определенные фрагменты будущего изделия. Фактически это 3D-печать на бумаге и из бумаги.

Необычность процесса состоит в том, что первый лист бумаги устанавливается на поверхности сборочной пластины вручную.

Перед запуском принтера проверяют параметры сечения и выборочного нанесения клея. При этом используется два вида клея с разной плотностью — более плотный формирует каркас будущей модели, менее плотный — опорный каркас. Каждый новый лист бумаги отправляется точно в «проклеенную» область. Далее сборочная пластина перемещается вверх к раскаленному нагревательному элементу, и слои склеиваются между собой. После этого сборочная пластина возвращается в исходное положение и лишние фрагменты отсекаются.

SGC-технология — масочная стереолитография появилась в 1986 г. в Израиле. Технология SGC основана на высокоточном послойном построении модели с использованием фотополимерных смол и последующим УФ-облучением физического фотошаблона будущего изделия, или по так называемой маске (отсюда и название). В результате материал полимеризируется, излишки удаляются из рабочей камеры, а все полости заливаются воском. В завершении каждого этапа построения модели возможна механическая обработка поверхности, после чего процесс печати возобновляется. В самом конце процесса воск выплавляют. Используемые в качестве расходного материала полимерные смолы по плотности и степени вязкости подобны АБС-пластику. Это позволяет не применять в процессе печати поддерживающие структуры, как при SLA-прототипировании, и помимо высокой точности в горизонтальной плоскости добиваться высокого разрешения и по вертикали.

Сегодня SGC-технология в чистом виде практически не используется, ее заменила более совершенная FTI-технология, напоминающая цифровую светодиодную печать.

DLP-технология — цифровая светодиодная печать считается одной из наиболее достойных альтернатив лазерной стереолитографии. В основе метода также лежит обработка фотополимерных смол, позволяющая добиться высокой точности при прототипировании. Вместо лазеров в DLP-принтерах используются светодиодные световые проекторы, формирующие не только контур будущей модели, но и весь слой.

К преимуществам технологии относят высокую точность (до 15 мкм), широкий диапазон механических и физико-химических характеристик фотополимерных смол и большой выбор цветовых решений.

DLP-технология востребована в цифровой стоматологии, производстве сувениров, в области свободного дизайна и в ювелирном деле, работающие в ней 3D-принтеры постепенно вытесняют SLA-оборудование.

MJM — многоструйное моделирование разработали и запатентовали специалисты всемирно известной компании 3D Systems для использования в линейке профессиональных 3D-принтеров ProJet.

Технология MJM — многоструйное моделирование с помощью фотополимерного или воскового материала. Эта технология позволяет изготовлять выжигаемые или выплавляемые мастер-модели для литья, а также прототипы различных изделий.

Уникальность данной технологии состоит в том, что сочетаются в ней все лучшие характеристики технологий FDM, SLA и 3DP (трехмерной

струйной печати). Спектр расходных материалов достаточно широк — в него входят постепенно застывающие по мере охлаждения модели термопластики и воски, а также полимеризирующиеся под УФ-воздействием фотополимерные смолы. Воск также может использоваться для надстройки вспомогательных опорных элементов, а его дешевизна существенно удешевляет стоимость прототипирования. MJM-принтеры незаменимы в производстве образцов и деталей, к которым предъявляются повышенные требования. Они востребованы в цифровой стоматологии, ювелирном деле, инжиниринге, промышленном дизайне.

CJP — цветная струйная печать — послойное распределение клеящего вещества по порошковому гипсовому материалу. В настоящее время это единственная промышленная технология полноцветной 3D-печати. С ее помощью получают яркие красочные прототипы продукции для тестирования и презентаций, а также различные сувениры, архитектурные макеты.

CJP-технология — это одна из разновидностей 3DP-технологии, в которой используются порошковые расходные материалы, на их тонкий слой при печати наносится связующий полимер.

С помощью этой технологии можно создавать разноцветные модели высокой геометрической сложности, при этом неизрасходованное сырье может использоваться в качестве опорной конструкции или в конце сеанса печати собираться для дальнейшего использования. В основном CJP-принтеры работают с различными пластиками — от напоминающих по своим характеристикам силикон и резину до ударопрочных и термически устойчивых материалов. В основном оборудование этого типа используется в промышленном и архитектурном дизайне, мультипликации.

При относительно невысокой стоимости производства преимущества этой технологии заключаются также в высокой точности в воспроизведении геометрии и возможности создавать многоцветные изделия.

SHS — выборочное тепловое спекание основано на плавке. Как и в других аналогичных технологиях, в ней подразумевается спекание пластикового или металлического порошка под воздействием источника тепловой энергии — единственное значимое отличие от SLS-технологии.

В завершение формирования каждого слоя рабочая платформа опускается вниз, после чего на поверхность наносится с помощью роликового механизма новый тонкий слой расходного материала. Спекание слоев — контурное, соответствует виртуальной модели.

Такие 3D-принтеры обладают меньшей энергетической отдачей и могут работать только с выбранными расходниками — пластиками и легкоплавными металлами, что ограничивает область их применения. Тем не менее они широко применяются в области промышленного дизайна и несерийного производства объектов с высокими требованиями к детализации.

EBF_3 — производственная электронно-лучевая плавка — это высокотехнологичный современный аддитивный метод, разработанный специалистами NASA для изготовления моделей, качество которых настолько высоко, что

они не требуют постобработки и могут сразу использоваться по своему прямому назначению.

Ключевая особенность EBF_3 — постепенное добавление материала, что существенно снижает его расход и одновременно обеспечивает высокую точность в послойном построении. В результате печати получают практически готовое изделие с высокой точностью соответствия геометрических характеристик виртуальному прототипу, отличные показатели плотности и качества поверхности. Камера для плавки металла (основной расходный материал) вакуумная, контур фиксируется подвижным электронным пучком, тонкая металлическая проволока подается в точку фокусировки. Металл моментально застывает, что делает процесс печати еще более быстрым. В этой технологии можно печатать высокоточные, геометрически сложные изделия размером от пары миллиметров до пары метров.

EBM — электронно-лучевое плавление; похоже на лазерное плавление, но работает с электронным лучом вместо лазера, при котором на платформу распределяется слой металлического порошка, после чего он расплавляется электронным лучом.

PolyJet — отверждение жидкого фотополимера под воздействием УФ-излучения, используется в линейке 3D-принтеров Objet американской компании Stratasys. Технология применяется для получения прототипов и мастер-моделей с гладкими поверхностями.

Тесты к лекции 1.20

1. ***Что такое аддитивные технологии?***

а) это технологии построения изделия путем добавления материала;

б) это технология тонкопленочного напыления;

в) это технология специального травления материала.

2. ***Какие ограничения по формообразованию есть у аддитивных технологий?***

а) нет ограничений;

б) возможно формообразование только тел вращения;

в) возможно формообразование только симметричных тел.

3. ***По какому принципу работает струйная 3D-печать?***

а) по принципу послойного построения модели из порошкового расходного материала любого типа и назначения;

б) по принципу распыления жидких чернил;

в) по принципу отсасывания ненужного порошка.

4. ***По какому принципу работает стереолитография?***

а) по принципу выращивания модели путем послойного вычерчивания лазером очертаний модели в жидком полимере;

б) по принципу просвечивания лазером через фотошаблон;

в) по принципу засвечивания лазером фоторезиста.

5. ***По какому принципу работает послойное наплавление?***

а) пластиковая нить при попадании в экструдер нагревается до температуры плавления и дозированно подается через сопло на рабочую поверхность 3D-принтера;

б) по принципу наслоения листового материала;

в) по принципу послойного снятия листового материала.

6. ***По какому принципу работает прямое лазерное спекание?***

а) порошок металла подается в камеру построения и разравнивается с помощью специального валика. Лазерная головка движется по заданным контурам и спекает порошок послойно;

б) порошок металла подается тонкой струей под луч лазера и спекается;

в) суспензия из металлического порошка подается в камеру и спекается лучем лазера.

7. ***По какому принципу работает селективная лазерная плавка?***

а) сплавление каждого нового слоя из металлического порошка осуществляется в среде инертного газа под действием лазерного излучения;

б) сплавление осуществляется в вакууме под действием лазерного излучения;

в) под действием мощного лазерного излучения осуществляется испарение материала из определенных мест согласно чертежу детали.

8. ***По какому принципу работает селективное лазерное спекание?***

а) принцип состоит в последовательном послойном спекании полимерного порошкового расходного материала с использованием лазеров;

б) принцип состоит в последовательном послойном спекании тонких слоев полимерного материала;

в) принцип состоит в последовательном послойном спекании тонких, но широких нитей полимерного материала.

9. ***По какому принципу работает электронно-лучевое плавление?***

а) в процессе плавки высокомощный электронный пучок воздействует на металлический порошок, который находится в вакуумной камере;

б) в процессе плавки высокомощный электронный пучок воздействует на металлический порошок, который находится в камере, заполненной инертным газом;

в) в процессе плавки высокомощный электронный пучок воздействует на тонкую металлическую нить, которая расплавляется и создает контур детали.

10. ***В чем заключается суть метода трехмерного ламинирования?***

а) в последовательном послойном склеивании пленочных или листовых материалов;

б) в последовательном послойном ламинировании плоских деталей;

в) в 3D-ламинировании объемных деталей.

1.21. ЛАЗЕРНЫЕ ТЕХНОЛОГИИ В ФОРМИРОВАНИИ ФУНКЦИОНАЛЬНЫХ СТРУКТУР

Цель лекции — изучение принципов применения лазерных технологий для формирования функциональных структур.

1.21.1. Основы лазерных технологий

Лазерные технологии — совокупность способов обработки, изменения состояния, свойств и формы материала или полуфабриката, осуществляемых посредством лазерного излучения. В большинстве процессов лазерной технологии используется термическое действие света, вызываемое поглощением энергии лазера в обрабатываемом материале. Эффективность лазерной технологии обусловлена локальностью воздействия и высокой плотностью потока энергии лазерного излучения в зоне обработки, возможностью ведения технологических процессов в любой прозрачной среде (в вакууме, газе, жидкости, твердом теле), а также возможностью бесконтактной подачи энергии к зоне обработки в замкнутом объеме через прозрачные стенки или специальные окна в непрозрачной оболочке, что значительно облегчает выполнение требований, предъявляемых к чистоте технологических процессов.

Особенно большое значение имеет лазерная технология в производстве изделий электронной техники, так как она обеспечивает необходимую технологическую чистоту и высокую точность обработки, зачастую недостижимые при других способах воздействия на обрабатываемый материал (изделие). Наиболее часто используются лазеры на алюмоиттриевом гранате и лазеры на ниодимовом стекле, а также лазеры на углекислом газе со средней мощностью от единиц до нескольких сотен ватт.

Лазерная сварка позволяет соединять металлы и сплавы с сильно отличающимися теплофизическими свойствами. С помощью лазерной сварки можно получать высококачественные и высокопрочные соединения деталей из Ni, Mo, коррозионно-стойкой стали, из материалов с высокой теплопроводностью (Cu, Ag, Al и сплавов на их основе), а также из материалов, плохо поддающихся сварке другими способами (W, Nb). Плотность потока излучения на поверхности свариваемых деталей от 0,1 до 1 МВт/см^2; глубина проплавления достигает 0,05...2,0 мм (что позволяет получать надежное соединение деталей толщиной 0,01...1,5 мм).

Используемое в электронной промышленности оборудование для лазерной сварки обеспечивает энергию лазерного излучения в импульсе 0,1...50 Дж при длительности импульса 0,5...10 мс и диаметре светового пятна 0,05...1,5 мм. Производительность точечной сварки до 100 операций в минуту, шовной —

до 1,5...2 м/мин (при глубине проплавления 0,5 мм). Наиболее эффективно применение лазерной сварки в труднодоступных местах конструкций, при соединении миниатюрных и легкодеформируемых деталей, при необходимости обеспечить минимальную зону термического влияния. Широко применяют лазерные установки для сварки деталей электровакуумных приборов, а также для герметизации корпусов интегральных схем, кварцевых резонаторов, миниатюрных конденсаторов и других изделий.

Сверление отверстий лазерным лучом возможно в любых материалах. Обычно для этого используют импульсные лазеры с энергией в импульсе 0,1...30 Дж при длительности импульса 0,1...1 мс и плотности потока излучения в зоне обработки до 10 МВт/см^2 и более. Максимальная производительность достигается при сверлении отверстий однократными импульсами большой энергии, однако точность обработки таким способом невысокая (10...20 % диаметра отверстия). Наибольшая точность обработки (1...5 %) достигается при воздействии на материал серией импульсов (многоимпульсный метод) относительно небольшой энергии (0,1...1 Дж) и малой длительности (0,1...0,5 мс). При таком режиме зона термического влияния мала (до 10 мкм) и возможен активный контроль процесса обработки. Лазеры позволяют получать отверстия диаметром 0,003...1 мм.

В электронной промышленности лазерные установки применяют для сверления диафрагм электронно-лучевых приборов, обработки отверстий в подложках гибридных интегральных схем, сверления деталей из керамики, ситалла, инструментальных сталей и других труднообрабатываемых материалов.

Лазерная резка осуществляется как в импульсном, так и в непрерывном режиме, с поддувом в зону резки струи газа (чаще воздуха или кислорода). В производстве электронных приборов импульсную лазерную резку применяют для разделения диэлектрических и полупроводниковых подложек толщиной 0,3...1 мм. Скорость резки в зависимости от толщины материала и параметров излучения составляет 0,1...0,5 м/мин. Лазерную поверхностную резку успешно применяют для скрайбирования полупроводниковых пластин; скорость скрайбирования при глубине прорези 0,05 мм достигает 250 мм/с. Благодаря большей глубине получаемой прорези (канавки) лазерное скрайбирование по сравнению с обычным скрайбированием алмазным резцом обеспечивает значительно бóльшую точность разделения полупроводниковых пластин и способствует повышению выхода годных изделий.

Лазеры непрерывного действия применяют для резки хрупких изделий из стекла, ситалла и других материалов методом управляемого термического раскалывания (возникающая трещина развивается вслед за лазерным лучом). Скорость резки достигает 2...3 м/мин при толщине материала до 3 мм. Управляемое термическое раскалывание используется при резке стеклянных труб, листового стекла, ситалловых подложек интегральных схем и др.

Лазерное излучение применяют также при подгонке в номинал резисторов ИС, для нарезки спиральных дискретных резисторов, ретуши фотошаблонов и при других операциях. Наиболее часто для этих целей используют импульсные лазеры со средней мощностью излучения 5...15 Вт при частоте

повторения импульсов 1...40 кГц и длительности 200...600 нс. Для особо точной обработки тонких пленок используют импульсные лазеры на азоте с длительностью импульса порядка 10 нс и импульсной мощностью более 10 кВт. С помощью таких лазеров можно удалять тонкие пленки с поверхности подложек на участках размером несколько микрометров при неровности обрабатываемого контура менее 1 мкм практически без какого-либо повреждения подложки.

Перспективными направлениями лазерной технологии в производстве изделий электронной техники являются:

– поверхностный отжиг полупроводниковых пластин для восстановления структуры их кристаллической решетки при ионном легировании;

– осуществление поверхностных химических реакций в полупроводниках для создания активных структур;

– получение *p–n*-переходов методом локальной диффузии с лазерным нагревом;

– нанесение тонких металлических и диэлектрических пленок путем лазерного испарения;

– эпитаксиальное выращивание тонких полупроводниковых пленок из паровой фазы и ряд других операций.

Таким образом, в технологии производства электронной аппаратуры лазеры могут выполнять следующие операции:

– сверление отверстий;
– резку листового материала;
– скрайбирование;
– пайку;
– сварку;
– подгонку микрокомпонентов;
– модификацию поверхности;
– гравирование;
– осаждение материалов.

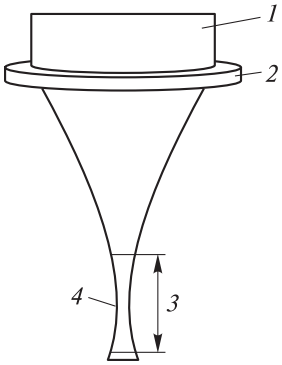


Рис. 1.181. Схема фокусировки лазерного луча:
1 — лазерный луч; *2* — фокусирующая линза; *3* — рабочая дистанция (глубина резкости); *4* — фокусная точка

Ла́зер (англ. *laser*, акроним от *light amplification by stimulated emission of radiation* «усиление света посредством вынужденного излучения»), или опти́ческий ква́нтовый генера́тор, — это устройство, преобразующее энергию накачки (световую, электрическую, тепловую, химическую и др.) в энергию когерентного, монохроматического, поляризованного и узконаправленного потока излучения. Идеально когерентная (упорядоченная) волна имеет строго определенные длину (и частоту), плоский фронт и является идеально поляризованной. Когерентное излучение обладает следующими свойствами: монохроматичностью, малой расходимостью луча, высокой яркостью.

Это позволяет фокусировать лазерное излучение на поверхность обрабатываемого материала с помощью простой оптической системы (рис. 1.181).

Рассмотрим устройство лазера с рабочим телом из рубина (рис. 1.182). Рабочее тело *5* представляет собой цилиндр из рубина, по обе стороны ко-

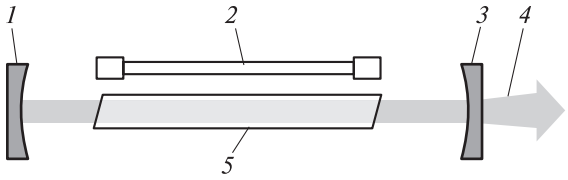


Рис. 1.182. Схема твердотельного лазера:
1 — непрозрачное зеркало; *2* — лампа накачки; *3* — полупрозрачное зеркало; *4* — луч лазера; *5* — рабочее тело

торого находятся два зеркала. Одно непрозрачное *1*, второе — полупрозрачное *3*. Рабочее тело освещается импульсной лампой *2*. При освещении рабочего тела импульсной лампой в нем происходит генерация монохроматического излучения *4*, которое выходит через полупрозрачное зеркало.

Структурная схема лазерной установки представлена на рис. 1.183. Программное устройство *1* осуществляет координацию перемещения детали *7* относительно лазера *2*. Лазерное излучение *4*, пройдя через оптическую систему *5*, попадает в необходимое место на детали *7*.

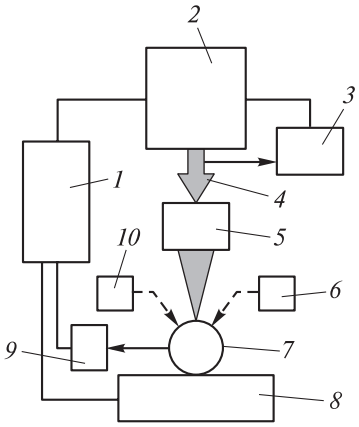


Рис. 1.183. Структурная схема лазерной технологической установки:
1 — программное устройство; *2* — лазер; *3* — датчик параметров излучения лазера; *4* — излучение лазера; *5* — оптическая система; *6* — источник вспомогательной энергии (генератор ультразвука, устройство возврата отраженного излучения и т. п.); *7* — обрабатываемая заготовка; *8* — устройство для закрепления и перемещения обрабатываемой заготовки; *9* — датчик параметров технологического процесса; *10* — устройство подачи технологической среды

Возможно применение вспомогательного источника энергии *6* для интенсификации процесса, а также введения в зону обработки технологической среды через специальное устройство *10*.

1.21.2. Взаимодействие лазерного излучения с веществом

Большинство технологических операций производства приборов микроэлектроники, осуществляемых с помощью лазеров, основано на поглощении лазерного излучения веществом, т. е. на тепловом действии света на непрозрачные среды.

Попадая на поверхность сваривания материалов, лазерное излучение частично поглощается поверхностью, а частично отражается. Проникновение излучения $I_{(x)}$ в материал описывается экспоненциальным законом Бугера — Ламберта:

$$I_{(x)} = I_0(1 - R)e^{-\alpha x},$$

где $I_{(x)}$ — интенсивность лазерного излучения, проникающего в материал на глубину x; I_0 — интенсивность лазерного излучения, падающего на поверхность материала; R — коэффициент отражения поверхности; α — коэффициент поглощения.

Процесс взаимодействия лазерного излучения с веществом можно условно разделить на несколько этапов:

– поглощение лучистой энергии и переход ее в теплоту;
– нагревание материала до температуры плавления;
– плавление материала и испарение продуктов разрушения;
– остывание материала.

Сверление отверстий и гравировка лазером

Преимущества сверления лазером:

– способность фокусировки излучения в пятно малых размеров (диаметр отверстий от 0,005 мм);
– обработка деталей без механического воздействия инструмента;
– управляемость процессом сверления по глубине отверстия;
– небольшая зона прогрева;
– сокращение времени сверления в сверхтвердых материалах с 20...30 мин до нескольких секунд;
– возможность сверления практически любых материалов (например, полупроводниковых, дерева, бумаги, керамики, пластмасс и др.).

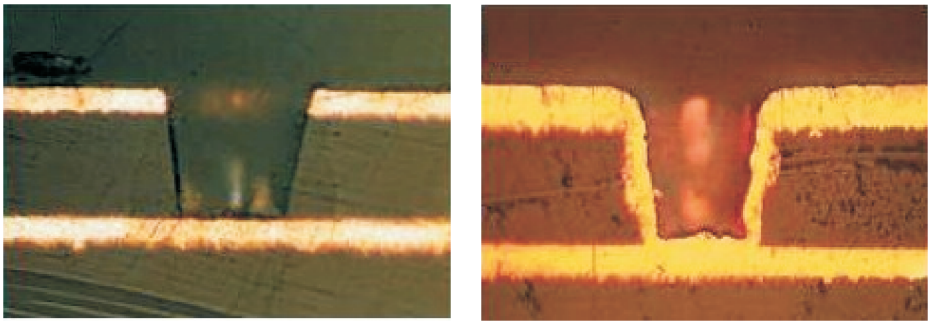
Технологические особенности:

– прямолинейность и контур поверхности, конусность отверстия и отсутствие микротрещин зависят от интенсивности лазерного излучения и времени облучения;
– единичным лазерным импульсом можно получить отверстие, максимальная глубина которого составит 5...6 его диаметров;
– при использовании периодических импульсов увеличивается глубина отверстия до десяти диаметров, но удлиняется время обработки.

Лазерным лучом можно сверлить следующие материалы: металл, пластмассы, дерево, алмазы, полупроводники, керамику, стекла, бумагу.

С помощью лазера можно проводить высокопроизводительное сверление глухих микроотверстий в многослойной печатной плате (МПП) — до 400 отверстий/с диаметром 50...300 мкм, глубиной 50...500 мкм (рис. 1.184).

Использование систем для лазерной резки с излучением УФ-диапазона открыло новые возможности обработки специальных материалов. Лазерное



а *б*

Рис. 1.184. Сверление глухих микроотверстий в МПП [55]:
а — идеально подготовленное отверстие, просверленное лазером; *б* — металлизированное отверстие, просверленное лазером

излучение УФ-диапазона (355 нм) обладает высокой энергией квантов и меньшим диаметром пятна в области фокусировки за счет более короткой длины волны по сравнению с волоконными (1064 нм) и CO_2-лазерами (10,6 мкм). Минимально возможный диаметр пятна фокусировки соответствует длине волны лазерного излучения. Соответственно, для УФ-лазера (355 нм) он в 30 раз меньше, чем для ИК-диапазона с длиной волны 10,06 мкм, и составляет несколько микрометров. При взаимодействии излучения УФ-диапазона с диэлектрическими материалами, такими как полимеры, в веществе происходит разрыв внутримолекулярных связей и электронное возбуждение молекул вещества. Возникает фотохимический механизм взаимодействия, так называемая холодная абляция. При высокой плотности мощности лазерного излучения создаются условия, при которых величина энергии квантов оказывается достаточной как для разрыва связей между полимерными цепями, внутри цепей между отдельными молекулами, так и для разрыва химических связей внутри молекул (например, типа C–C или C–H в полимерах) [56]. Холодная абляция характеризуется небольшой зоной термического влияния — всего несколько микрометров.

Тонкие полимерные материалы и соединения, например, медь с полимером, керамику, слюду, металлическую фольгу, можно гравировать, резать и сверлить с помощью УФ-лазера. Результатом обработки являются очень точные контуры. Кромки реза получаются гладкими и прямоугольными (рис. 1.185–1.188) [57].

Также УФ-лазером можно выполнять резку слюды без расслоения материала. Образцы резки слюды на волоконном, CO_2- и УФ-лазерах приведены на рис. 1.189.

Для выполнения операций лазерного сверления выпускают специальные станки, отличающиеся назначением и мощностью используемого лазера. Например, установка JK704 мощностью 400 Вт имеет систему автофокуса и обрабатывает отверстия с точностью ±0,025 мм. Отверстие диаметром 0,5 мм

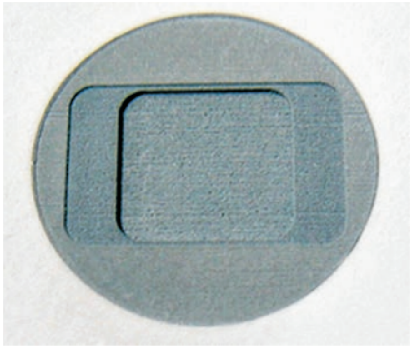


Рис. 1.185. Гравировка по глубине полиэтиленового материала: шаг по глубине 2 мм, 8 мм и 10 мм

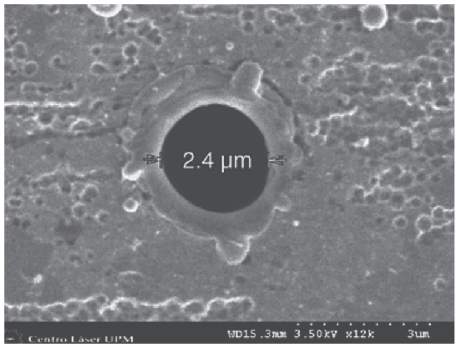


Рис. 1.186. Сверление отверстия в фольге из коррозионно-стойкой стали толщиной 50 мкм [57]

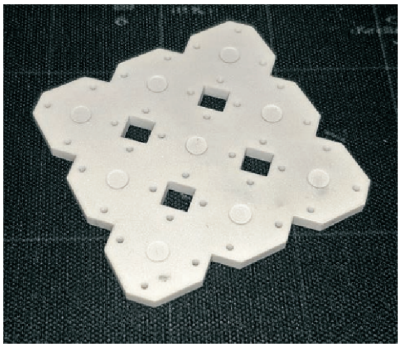
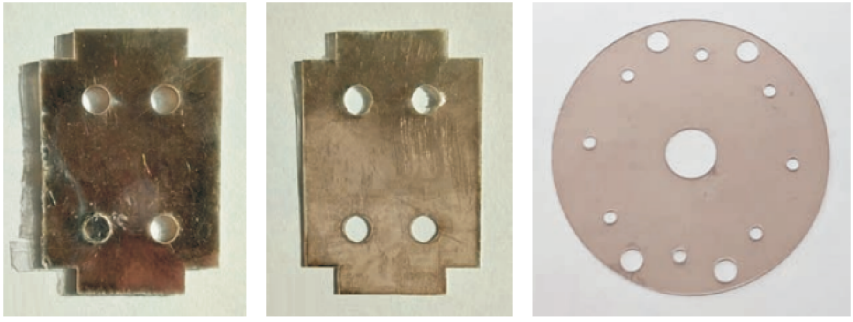


Рис. 1.187. Сверление отверстий в керамике УФ-лазером [57]



а *б* *в*

Рис. 1.188. Сверление отверстий в слюде:
а — волоконным лазером (1064 нм); *б* — CO_2-лазером (10,6 мкм);
в — УФ-лазером (355 нм) [57]

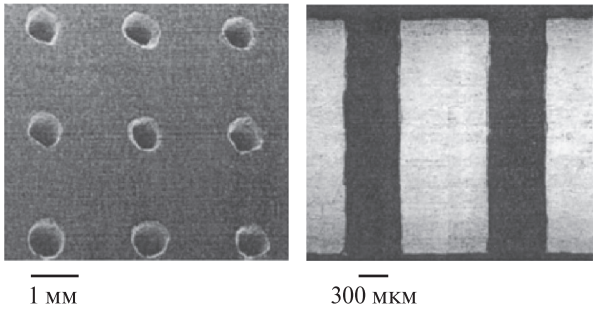


Рис. 1.189. Микрофотографии отверстий в стали после лазерной прошивки [58]

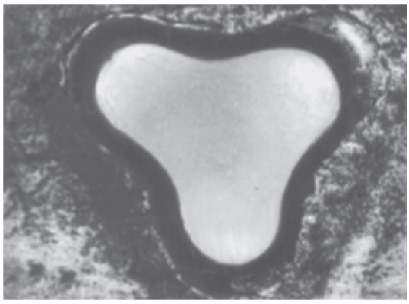


Рис. 1.190. Отверстие, полученное прошивкой в пластине из коррозионно-стойкой стали толщиной 0,3 мм [58]

в стали толщиной 24,5 мм она прошивает за 90 с, а такое же отверстие в никелевом сплаве толщиной 1 мм — за 1 с [58].

Лазерная резка

В технологии резки и раскроя материалов используют лазер высокой мощности. Сфокусированный лазерный луч, обычно управляемый компьютером, обеспечивает высокую концентрацию энергии и позволяет разрезать практически любые материалы независимо от их теплофизических свойств. В процессе резки под воздействием лазерного луча материал разрезаемого участка плавится, возгорается, испаряется или выдувается струей газа. При этом можно получить узкие резы с минимальной зоной термического влияния. Лазерная резка отличается отсутствием механического воздействия на обрабатываемый материал, возникают минимальные деформации, как временные в процессе резки, так и остаточные после полного остывания. Вследствие этого лазерную резку даже легкодеформируемых и нежестких заготовок и деталей можно осуществлять с высокой степенью точности. Благодаря большой мощности лазерного излучения обеспечивается высокая производительность процесса в сочетании с высоким качеством поверхностей реза.

Легкое и сравнительно простое управление лазерным излучением позволяет проводить лазерную резку по сложному контуру плоских и объемных деталей и заготовок с высокой степенью автоматизации процесса.

Преимущества лазерной резки:

– обработка сверхтвердых материалов (например, алмаза);
– незначительная ширина пропила;
– независимость направления распиловки от ориентации кристалла;
– возможность разрезов сложной формы;
– обработка кристаллов с большими внутренними напряжениями.

Подложки из поликора с различными формами отверстий, вырезанных с помощью лазера, показаны на рис. 1.191 и рис. 1.192.

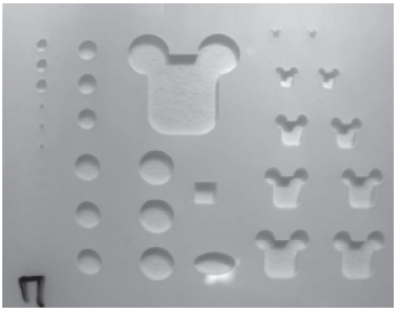


Рис. 1.191. Форма отверстий, вырезанных в поликоре толщиной 1 мм

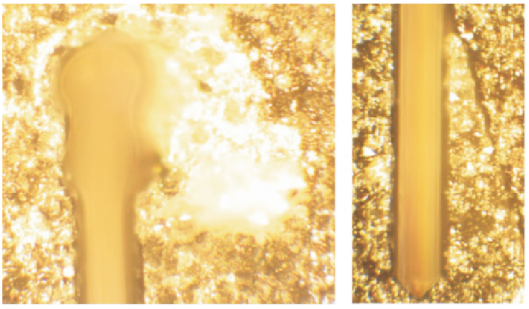


Рис. 1.192. Фото лазерных резов на поликоре толщиной 2 мм [59]

Значительное негативное влияние на результаты лазерного резания керамик оказывает их большая теплопроводность. Позитивное влияние проявляется в выдерживании многократных термических ударов, возникающих при лазерном резании практически всех материалов.

Подгонка пленочных резисторов микросхем

Для достижения требуемых параметров изделий твердотельной электроники можно использовать различные методы настроек — изменения параметров пленочных резисторов, конденсаторов или индуктивностей, изготовленных по планарной технологии. Наибольшее применение получил метод лазерной подгонки резисторов. В основу метода положен ТП локального испарения части пленочного резистора под воздействием сфокусированного лазерного излучения. При лазерной подгонке материал можно удалять поочередным выжиганием отверстий (рис. 1.193, *а*) либо непрерывными линейными резами (рис. 1.193, *б*).

Преимущества лазерного метода подгонки: возможность подгонки резисторов из любых материалов; повышение механической прочности изделия в результате сплавления резистора с подложкой по контуру лазерной обработки;

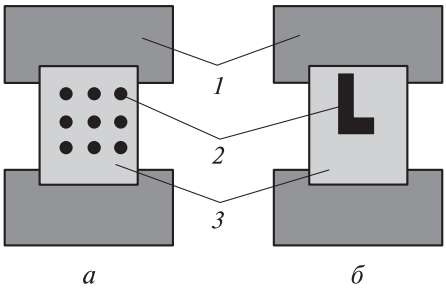


Рис. 1.193. Лазерная подгонка резисторов:

1 — КП; *2* — участки, вырезанные лазером; *3* — резистор

высокая скорость подгонки; малая ширина и высокая чистота реза; возможность подгонки резисторов через прозрачное герметизирующее покрытие; отсутствие нагрева и повреждений близлежащих, особенно термочувствительных элементов ИМС; высокая точность подгонки (до 0,01 %); малое количество загрязняющих продуктов разложения, образующихся в процессе подгонки.

К недостаткам метода относится нестабильность сопротивления резистора во времени (послеподгоночный дрейф), связанная с изменением свойств пленки вокруг выжженного отверстия.

Схема установки для лазерной подгонки тонкопленочных резисторов представлена на рис. 1.194.

Устройством автоматического управления *7* координатный стол *15* выводится в рабочее положение и включается лазер *5*. Дальнейшее перемещение координатного стола управляется сигналами, поступающими с устройства

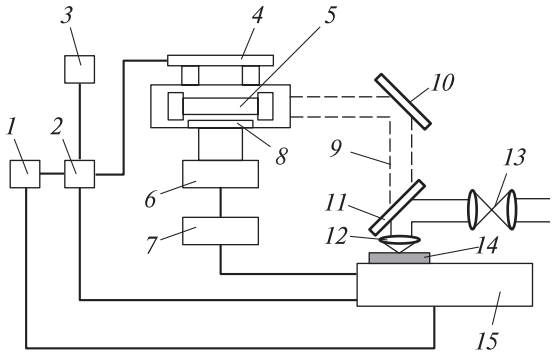


Рис. 1.194. Схема установки для подгонки тонкопленочных резисторов:

1 — устройство контроля сопротивления; *2* — устройство автоматического управления установкой; *3* — пульт управления; *4* — устройство охлаждения; *5* — лазер; *6* — источник питания; *7* — устройство автоматического управления столом; *8* — лампа накачки; *9* — лазерное излучение; *10* — отражающее зеркало; *11* — полупрозрачное зеркало; *12* — фокусирующая система; *13* — устройство для наблюдения; *14* — резистор; *15* — координатный стол

контроля сопротивления *1*. При достижении требуемого значения сопротивления резистора *14* процесс подгонки прекращается.

Аналогичным образом осуществляют подгонку (рис. 1.195) номинала емкости тонкопленочных конденсаторов (ТПК).

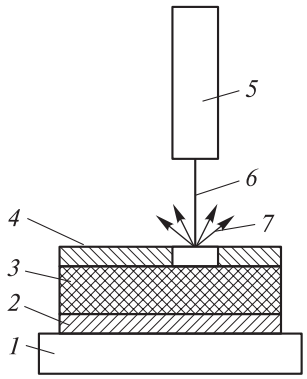


Рис. 1.195. Схема установки для подгонки тонкопленочных конденсаторов:
1 — подложка; *2* — нижняя обкладка; *3* — диэлектрик; *4* — верхняя обкладка коденсатора; *5* — источник излучения; *6* — луч лазера; *7* — направление испарения металла верхней обкладки

Подгонку емкости ТПК лазерным излучением осуществляют путем изменения площади перекрытия обкладок. При обработке обкладки конденсатора *4* лучом лазера *6* с короткими импульсами большой мощности удаляется часть верхней обкладки *4*.

Лазерное скрайбирование для ИМС

Скрайбирование заключается в нанесении на поверхность пластины в двух взаимно перпендикулярных направлениях рисок, например алмазным резцом, диском, проволокой или лучом лазера. Под рисками образуются напряженные области, по которым после приложения к пластине механического воздействия происходит ломка пластины. При лазерном скрайбировании скрайберные риски создаются испарением полупроводникового материала с поверхности пластины при ее перемещении относительно сфокусированного лазерного пучка, имеющего большую мощность излучения. При испарении полупроводникового материала, которое происходит при высокой температуре, в ослабленном канавкой сечении пластины возникают термические напряжения, а сама канавка, являясь узкой (до 25...40 мкм) и глубокой (до 50...100 мкм) по форме, является концентратором механических напряжений. Наряду с созданием глубокой разделительной канавки вследствие отсутствия механического воздействия на рабочей поверхности пластины не образуются микротрещины и сколы, что позволяет поднять скорость скрайбирования до 200 мм/с и выше. Возможно также лазерное скрайбирование без удаления материала с поверхности пластины, так называемое скрытое скрайбирование, и в настоящее время этот метод практически вытеснил испарительный. Для этого применяется ИК-лазер на ниобий-иттриевом гранате, для длины волны которого кремний (как наиболее применяемый

полупроводник) является полупрозрачным, причем поглощение довольно велико. Короткие импульсы высокой мощности фокусируются в глубине пластины, ее материал расплавляется и быстро перекристаллизуется в месте фокусировки, создавая зону напряжения. Несколько проходов лазера с разной глубиной фокусировки создают дорожку напряженных зон в толще полупроводниковой пластины, по которой она затем легко разламывается.

Скрайбирование является эффективным методом разделения таких неметаллических материалов, как керамика, кремний или стекло.

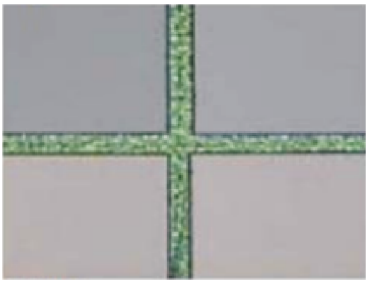


Рис. 1.196. Фотография кремниевой пластины после лазерного скрайбирования [60]

Преимущества лазерного скрайбирования:

– отсутствие трещин и микросколов;

– обработка практически всех полупроводниковых материалов с различными покрытиями;

– высокая скорость обработки (до 250 мм/с);

– малая ширина реза;

– малая ширина дефектной зоны (менее 50 мкм).

Фотография кремниевой пластины после лазерного скрайбирования представлена на рис. 1.196.

Лазерная резка полупроводниковых пластин позволяет легко автоматизировать процесс с сохранением ориентации кристаллов, необходимой для автоматизации проведения сборочных операций (рис. 1.197).

Скорость разделения пластин при глубине реза 0,25 мм составляет 120 мм/мин.

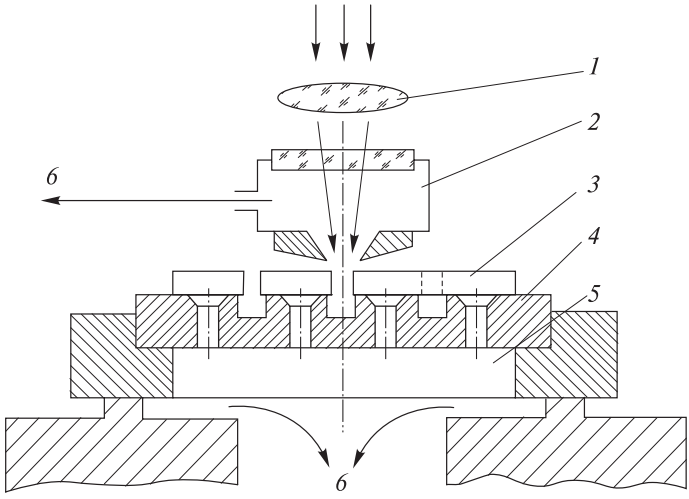


Рис. 1.197. Схема процесса разделения полупроводниковой пластины с сохранением ориентации кристаллов:

1 — объектив; *2* — устройство защиты; *3* — пластина; *4* — спутник; *5* — камера; *6* — направления откачки воздуха насосом

Лазерное упрочнение

Лазерное упрочнение или лазерная закалка, проводимая с помощью лазера, перспективна для изделий, долговечность которых лимитируется износостойкостью и сопротивлением усталости, особенно если закалка другими методами затруднена вследствие сложности конфигурации детали и возможности ее значительного коробления при нагревании до закалочных температур. Поверхностное упрочнение лучом лазера характеризуется рядом особенностей, позволяющих обеспечить упрочнение локальных (по глубине и площади) объемов материала обрабатываемых деталей в местах их изнашивания.

1. Твердость упрочняемых участков может превышать на 15...20 % и более твердость, достигаемую после термической обработки обычными способами.

2. Возможность локального упрочнения поверхностей труднодоступных углублений или полостей, в которые луч лазера может быть введен с помощью несложных оптических устройств.

3. Возможность «пятнистого» поверхностного упрочнения значительных площадей деталей.

4. Получение заданной микрошероховатости упрочненных поверхностей.

5. Получение определенных физико-механических, химических и других свойств поверхностей обрабатываемых деталей легированием их различными элементами с помощью лазерного излучения.

6. Отсутствие деформаций обрабатываемых деталей вследствие локальности термической обработки, что позволяет полностью исключить необходимость дополнительного финишного шлифования.

7. Простота автоматизации процесса обработки лучом лазера по контуру, в том числе деталей сложной формы, так как лазерный нагрев осуществляется бесконтактно.

Лазерную обработку применяют для повышения стойкости деталей штампов, пресс-форм, режущего инструмента и деталей, имеющих рабочие поверхности, доступные для обработки лучом лазера, в том числе с использованием оптических и управляющих систем. Поверхностной лазерной обработке подвергают инструмент, прошедший термическую обработку, окончательное шлифование и заточку.

Лазерное осаждение слоев

Особенности взаимодействия лазерного излучения с веществом, приведенные выше, позволяют напылять тонкопленочные структуры различного назначения с использованием вакуумных установок. Упрощенная схема лазерной напылительной установки изображена на рис. 1.198. Основные детали технологической оснастки — мишени *6* и подложка *5*, на поверхность которой конденсируется вещество, испаренное лазером. Оптимальными параметрами мощности излучения являются такие значения, которые позволяют за один импульс нанести мономолекулярный слой.

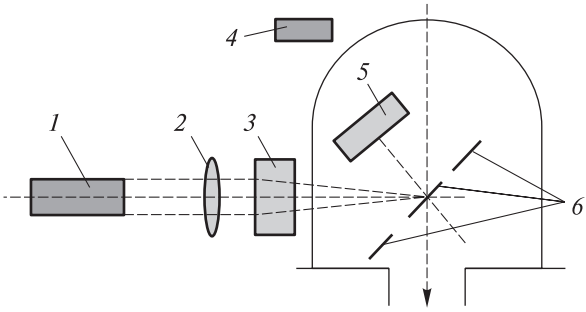


Рис. 1.198. Схема лазерной напылительной установки:
1 — лазер; *2* — фокусирующая линза; *3* — система сканирования; *4* — система контроля за процессом; *5* — подложка с нагревателем; *6* — сменные мишени

Интенсивно развивающийся способ осаждения пленок в вакууме — испарительные системы с использованием импульсного лазера в качестве первичного источника энергии. Этот способ позволяет варьировать величину энергопотока в широких пределах (от 10^8 до 10^{16} Вт/м^2) и изменять длительность его воздействия от непрерывного до величины 10^{-10} с. В таких испарительных системах управление энергетическими параметрами процесса испарения мишени легко достигается либо изменением степени фокусирования лазерного пучка, либо с помощью управления мощностью накачки при постоянной фокусировке.

Лазерное микропрофилирование

Из существующих способов маркировки лазерная маркировка — наиболее современный, технологичный и гибкий метод, позволяющий управлять лазерным излучением (во времени и в пространстве), регулировать его энергию. При использовании лазеров с различной длиной волн круг маркируемых материалов очень широк: металлы, пластик, полупроводники, резина, кожа, спецсплавы, дерево и т. д. Маркировка осуществляется точно, быстро и качественно.

Лазерные технологии позволяют эффективно решить задачу микропрофилирования поверхностей. Фотографии лазерной маркировки подшипника и штрихкодов на поверхности цилиндрической детали приведены на рис. 1.199.



а



б

Рис. 1.199. Фотографии лазерной маркировки штрихкода (*а*) и маркировки подшипника (*б*) [61]

Современный лазерный комплекс для маркировки содержит, как правило, управляющий компьютер, источник излучения, системы передачи, перемещения и контроля параметров излучения.

Лазерная пайка и сварка

Пайка, при которой нагрев паяемых материалов и припоя осуществляется лазером, называется лазерной пайкой. Лазерной сваркой называется ТП получения неразъемного соединения частей изделия путем местного расплавления металлов по примыкающим поверхностям. Схемы лазерной сварки и пайки представлены на рис. 1.200.

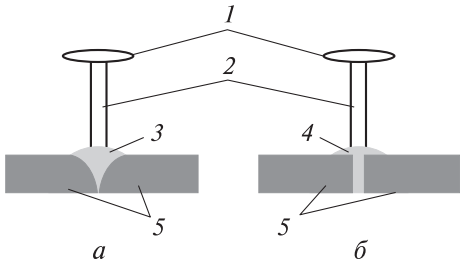


Рис. 1.200. Схемы лазерной сварки (*а*) и пайки (*б*):

1 – фокусирующая линза; *2* – лазерный луч; *3* – сварной шов; *4* – припой; *5* – соединяемые детали

Лазерная сварка. При лазерной сварке в качестве источника нагрева используют концентрированный поток излучения лазера. В результате плавления и кристаллизации возникает прочное сцепление (сварной шов), основанное на межатомном взаимодействии.

Характерные свойства светового луча в лазерной сварке — когерентность, монохроматичность и высокая направленность. Благодаря этому практически отсутствует рассеивание лазерного луча при его перемещении от источника к области сварки во время сварочного процесса.

Соединяемые элементы при лазерной сварке фиксируются у соединительной линии и на стык направляется лазерный луч. При этом свариваемые детали расплавляются в месте стыка, жидкий металл заполняет место стыка и после остывания соединение становится неразъемным.

Особенностью сварочного процесса является то, что источник может находиться на удалении от области сварки, в то время как в промежутке лазерной ванны не обязательно наличие вакуума.

Преимущества метода:

– высокая плотность мощности излучения, позволяющая обрабатывать тугоплавкие металлы (вольфрам, молибден);

– минимум нежелательных структурных изменений в материале, что обеспечивает высокую скорость сварки;

– отсутствие внесенных загрязнений;

– возможность проведения сварки практически в любой атмосфере;

– возможность соединения материалов с различными оптическими, теплофизическими и механическими свойствами;

– минимальная зона термического влияния;

– возможность проведения сварки в непосредственной близости от термочувствительных элементов.

Недостатки метода:

– высокая стоимость, инструменты и комплектующие для лазерной сварки относительно дорогие;

– наличие высокой квалификации обслуживающего персонала для устройств лазерной сварки;

– особые требования выдвигаются и к помещениям, где будет размещено оборудование для лазерной сварки, рассматриваются все показатели: от запыленности до показателей вибрации и влажности;

– низкий КПД, не более 10 %;

– высокая зависимость от отражающей способности у самой заготовки.

Лазерной сваркой можно получать высококачественные соединения деталей из коррозионно-стойкой стали, никеля, молибдена, ковара и др. Высокая мощность лазерного излучения позволяет сваривать материалы с высокой теплопроводностью (медь, серебро).

Сварку подразделяют на две основные группы:

– сварка поверхностная, осуществляется при сварке материалов малых толщин (менее 1 мм);

– сварка с глубоким проплавлением, осуществляется при сварке материалов толщиной более 1 мм.

Лазерная пайка. Преимущества лазерной пайки:

– высокая скорость нагрева обрабатываемых объектов;

– точное дозирование энергии в процессе пайки;

– нагрев труднодоступных участков обрабатываемых деталей;

– пайка в изолированном объеме и строго контролируемой среде;

– совмещение процессов пайки с другими ТП (очисткой поверхности, изменением ее химического состава и др.).

Недостатки лазерной пайки:

– относительно высокая стоимость оборудования;

– высокие требования к квалификации персонала.

Схема установки для лазерной пайки представлена на рис. 1.201. Излучение, выходящее из оптического квантового генератора, проходит через оптическую систему и попадает на непрозрачную пластину, представляющую собой зеркало. Отражаясь от зеркала, излучение проходит через частично прозрачную пластину, которая разделяет световой поток на две неравные части.

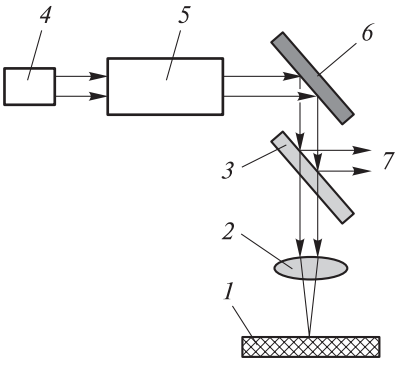


Рис. 1.201. Схема установки для лазерной пайки:

1 — ПП; *2* — фокусирующая система; *3* — полупрозрачное зеркало; *4* — лазер; *5* — оптическая система; *6* — зеркало; *7* — луч к оператору

Основная часть светового потока направляется на фокусирующую оптическую систему и далее в зону пайки, а незначительная его часть к наблюдателю, который настраивает установку.

Схема лазерной пайки проводника к подложке, на которую на место пайки нанесен флюс, показана на рис. 1.202.

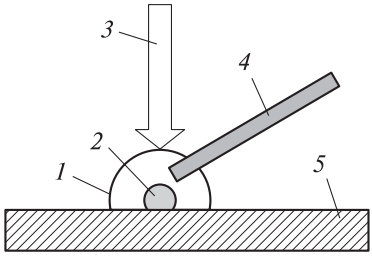


Рис. 1.202. Схема пайки электрического проводника к подложке:

1 — флюс; *2* — шарик припоя; *3* — луч лазера; *4* — припаиваемый проводник; *5* — подложка

Шарик припоя располагают на участке пайки, а конец проводника подводят к ее зоне. Луч лазера концентрируют на припое.

Лазерная пайка при сборке электронных модулей. Лазерная пайка применяется при сборке электронных модулей. Схема лазерной пайки компонентов с J-образными выводами показана на рис. 1.203.

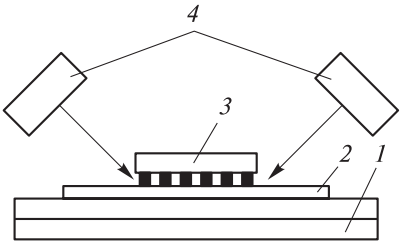


Рис. 1.203. Схема лазерной пайки компонентов с J-образными выводами:

1 — координатный стол; *2* — ПП; *3* — компонент; *4* — отклоняющая система

Электронный компонент *3* устанавливают на ПП *2* и отклоняющая система *4* направляет лазерное излучение на место пайки.

Лазерное формирование топологии

Уникальные свойство лазерного излучения — когерентность, малая расходимость, поляризованность — позволили использовать его для формирования топологии различных изделий микроэлектроники:

– прямое лазерное формирование рисунка (рис. 1.204) проводников в фоторезисте — лазерная литография;

– прямое лазерное изображение в масочном покрытии;

– прямое лазерное формирование рисунка непосредственно в фольговом покрытии (лазерное фрезерование);

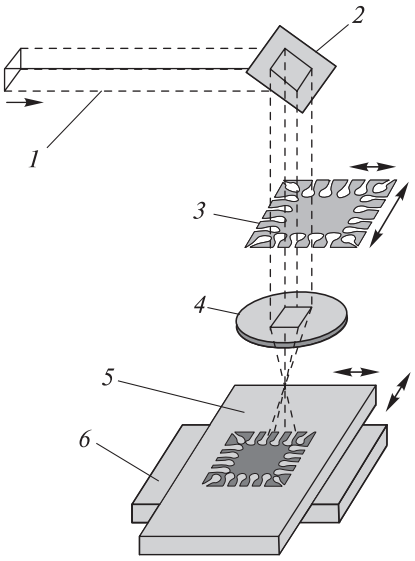


Рис. 1.204. Схема прямого лазерного формирования рисунка:

1 – лазерное излучение; *2* – зеркало; *3* – маска; *4* – оптическая система; *5* – обрабатываемая заготовка; *6* – стол для закрепления и перемещения заготовки

– прямое лазерное формирование рисунка проводников (лазерно-химическая обработка);

– избирательная (по рисунку) активация диэлектрика лазером.

Лазерное излучение *1* зеркалом *2* направляется на маску *3* и далее, пройдя через оптическую систему *4*, попадает на заготовку *5*, которая закреплена на столе *6*. В результате на заготовке происходит формирование рисунка.

Прямое лазерное формирование рисунка. Возможности увеличения плотности межсоединений в ПП непосредственно связаны с литографическими процессами. На смену классической фотолитографии, начавшейся с фотошаблонов, приходят процессы прямого формирования рисунка на фоторезисте LDI (*Laser Direct Imaging*), исключающие операции изготовления фотошаблонов. Это позволяет вообще обходиться без процессов фотолитографии и травления (см. рис. 1.202).

Растровый рисунок экспонируется на фоторезисте непосредственно лучом лазера, минуя процессы изготовления фотошаблонов и экспонирования с фотошаблона. Маска содержит необходимые элементы, из которых возможно сформировать необходимый рисунок на ПП. При двустороннем LDI-экспонировании автоматически совмещаются рисунки двух сторон.

Отсутствие необходимости производства шаблонов уменьшает срок от разработки проекта до готового изделия и существенно снижает себестоимость.

Тесты к лекции 1.21

1. ***В чем заключается лазерная технология?***

а) это совокупность способов обработки, изменения состояния, свойств и формы материала или полуфабриката, осуществляемых посредством лазерного излучения;

б) это совокупность способов определения частоты излучения лазера;

в) это совокупность методов определения мощности излучения лазера.

2. ***Какой вид воздействия света используется в большинстве процессов лазерной технологии?***

а) термическое действие света;

б) монохроматичность света;

в) когерентность света.

3. ***Чем обусловлена эффективность лазерной технологии?***

а) локальностью воздействия и высокой плотностью потока энергии лазерного излучения в зоне обработки;

б) монохроматичностью светового потока;

в) когерентностью излучения.

4. ***В каких материалах возможно сверление отверстий лазерным лучом?***

а) в любых материалах;

б) только в легкоплавких материалах;

в) только в металлах.

5. ***Какие преимущества имеет лазерная резка?***

а) позволяет резать сверхтвердые материалы, незначительная ширина пропила;

б) высокий КПД и низкая стоимость;

в) невысокие требования к квалификации персонала.

6. ***В чем суть метода лазерной подгонки резисторов?***

а) докальное испарение части пленочного резистора под воздействием сфокусированного лазерного излучения;

б) наплавка с помощью лазерного излучения дополнительного материала на пленочный резистор;

в) локальное удаление части контактной площадки.

7. ***Каковы преимущества лазерного метода подгонки резистора?***

а) высокая точность, возможность подгонки резисторов из любых материалов;

б) наличие послеподгоночного дрейфа;

в) невысокие требования к квалификации персонала.

8. ***Что такое скрайбирование полупроводниковых пластин?***

а) нанесение на поверхность пластин рисок в двух взаимно перпендикулярных направлениях;

б) это покрытие пластин специальным составом;

в) это высушивание пластин в среде ультразвука.

9. ***В чем суть технологии лазерного осаждения слоев?***

а) осаждение слоев пленок в вакууме при импульсном лазерном облучении материала мишени;

б) лазерное облучение слоев пленок в среде инертного газа;

в) лазерное облучение слоев пленок в среде химически активного газа.

10. ***Какой процесс называют лазерной сваркой?***

а) процесс получения неразъемного соединения частей изделия путем местного расплавления лазерным лучом металлов по примыкающим поверхностям;

б) процесс получения неразъемного соединения частей изделия путем введения между этими изделиями металла (припоя), расплавляемого лазерным лучом;

в) процесс получения разъемного соединения с помощью лазера.

1.22. ЭЛЕКТРОННО-ЛУЧЕВАЯ ОБРАБОТКА МАТЕРИАЛОВ

Цель лекции — изучение методов электронно-лучевой обработки материалов.

1.22.1. Основы электронно-лучевой обработки материалов

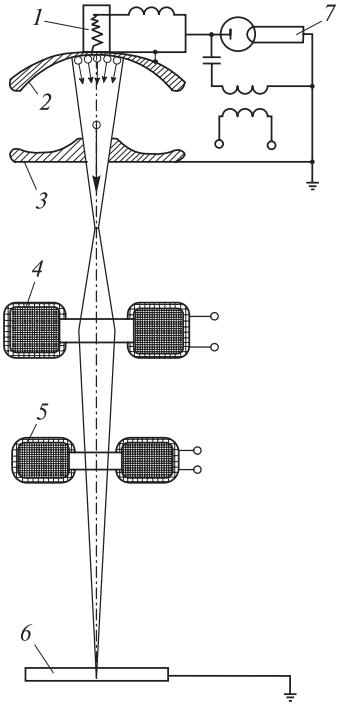


Рис. 1.205. Схема электронной пушки:

1 — катодная спираль; *2* — фокусирующая головка катода; *3* — первый анод с отверстием; *4* — фокусирующая магнитная катушка для регулирования диаметра пятна нагрева на изделии; *5* — магнитная система отклонения пучка; *6* — свариваемое изделие (анод); *7* — высоковольтный источник постоянного тока для питания катода

Электронно-лучевая обработка материалов (ЭЛО) основана на использовании теплоты, выделяющейся при резком торможении потока электронов поверхностью обрабатываемого изделия. Кинетическая энергия электронов преобразуется в тепловую и только незначительная часть (0,1...3 %) — в рентгеновское излучение.

В качестве источника свободных электронов используют металлическую проволоку из вольфрама, тантала и др. Нагрев осуществляют в глубоком вакууме. Высокая концентрация энергии при малой площади электронного луча позволяет вести обработку в ограниченной рабочей зоне, не подвергая перегреву все изделие. Температура обработки может достигать 8000 °С и выше, многие металлы при этом мгновенно испаряются. Электронным лучом можно выполнять операции сверления, сварки, пайки, наплавки, модификации поверхности, термической очистки, закалки, зонального отжига. Электронный луч позволяет обрабатывать металлы, ферриты, стекла, графит, керамику, алмаз. Схема электронной пушки, используемой при ЭЛО, представлена на рис. 1.205.

Электронный луч получают в вакуумном приборе — электронной пушке. В вакууме с раскаленного катода выделяются электроны, которые направляются к аноду — свариваемому изделию. Для образования электронного луча электроны фокусируют магнитным полем, создаваемым специальным устройством.

Зависимость диаметра электронного пучка $d_э$ от тока в нем:

$$0,5d_э \approx c_{сф}^{1/4}\pi^{3/4} I \frac{\Delta V}{U_у j_{эм}},$$

где $c_{сф}$ — коэффициент сферической аберрации электронной линзы; I — ток в электронном пучке, А; ΔV — тепловой разброс скоростей электронов при выходе из катода, эВ; $j_{эм}$ — плотность тока эмиссии катода, А/см^2; $U_у$ — ускоряющее напряжение, кВ.

При увеличении ускоряющего напряжения повышается плотность энергии электронного потока, но возникает опасность появления рентгеновского излучения при торможении электронов на веществе детали. Обработка базируется на нагреве заготовок в вакууме высококонцентрированным электронным лучом.

Изменение плотности электронного луча и его развертки в пространстве позволяет проводить сварку, наплавку, пайку, термическую обработку и модифицирование поверхности.

1.22.2. Поверхностная электронно-лучевая обработка материалов

Распределение энергии в поверхностном слое сплавов железа — 75 % — превращается в теплоту, остальные 25 % энергии тратятся на рентгеновское излучение, отраженные электроны, вторичные электроны, тепловое излучение.

Толщина слоя, в котором происходит выделение энергии,

$$h = \frac{2,1 \cdot 10^{-12} U}{\rho},$$

где U — ускоряющее напряжение, В; ρ — плотность материала, г/см^2.

Для сталей при ускоряющем напряжении 60 кВ глубина слоя составляет 10 мкм, при 200 кВ — 57 мкм, при 5 МВ — 2,8 мм, при 10 МВ — 5,7 мм.

Основные схемы модифицирования поверхности ЭЛО представлены на рис. 1.206. Электронный луч, воздействующий на поверхность изделия, на рисунке представлен в виде галочки. Рафинирующее оплавление (рис. 1.206, *а*) применяется для очистки металлов. Поскольку растворимость примесей различна в расплаве и в твердом состоянии, проведя оплавление с последующим затвердеванием металла с небольшими скоростями передвижения фронта фазовых превращений, можно очистить металл от примесей.

Электронно-лучевая обработка позволяет проводить закалку металлов и сплавов из твердого состояния (рис. 1.206, *б*) со скоростями нагрева и последующего охлаждения (~100...10 000 °С/с), а также закалку с фазовым превращением (рис. 1.206, *в*). Поверхностное легирование (рис. 1.206, *г*) осуществляется путем введения в расплавленную область различных присадок (на рисунке показано в виде прутка).

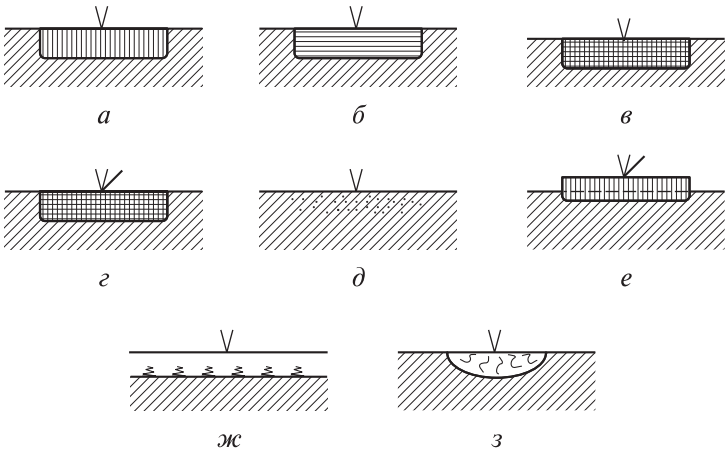


Рис. 1.206. Схемы модифицирования поверхности ЭЛО:
а — рафинирующее оплавление; *б* — закалка из твердого состояния; *в* — закалка с фазовым превращением; *г* — легирование, внедрение; *д* — диффузия; *е* — наплавка; *ж* — обработка предварительно нанесенных покрытий; *з* — ударное упрочнение

Возможно проведение диффузии различных примесей (рис. 1.206, *д*). Также ЭЛО позволяет проводить наплавку металлов на поверхность изделия (рис. 1.206, *е*) путем введения в зону оплавления прутка соответствующего металла. С помощью ЭЛО можно обрабатывать покрытия, предварительно нанесенные на поверхность изделия (рис. 1.206, *ж*). Ударное упрочнение поверхности изделия (рис. 1.206, *з*) проводят при очень кратковременном воздействии электронного луча в диапазоне от одной сотой микросекунды до одной микросекунды.

Преимущества поверхностной ЭЛО:

– постоянная глубина обработки (закалки и т. п.);

– минимальное коробление изделия;

– высокий КПД (низкие затраты энергии);

– поглощение энергии не зависит от оптических свойств, шероховатости поверхности, наличия покрытий;

– высокая стабильность и воспроизводимость параметров излучения, простота контроля характеристик;

– возможность сканирования электронного луча с высокой частотой и большой амплитудой, высокая надежность электромагнитной системы сканирования;

– экологическая чистота.

В промышленности все более широкое применение находят тугоплавкие и химически активные металлы и сплавы. Поэтому для их сварки необходимо применять источники с высокой концентрацией теплоты, а для защиты расплавленного и нагретого металла использовать среды, содержащие минимальное

количество водорода, кислорода и азота. Этим условиям отвечает электронно-лучевая сварка, или сварка электронным лучом (рис. 1.207).

Преимущества электронно-лучевой сварки:

– высокая концентрация ввода теплоты в изделие, которая выделяется не только на поверхности изделия, но и на некоторой глубине в объеме основного металла;

– фокусировкой электронного луча можно получить пятно нагрева диаметром 0,0002...5 мм, что позволяет за один проход сваривать металлы толщиной от десятых долей миллиметра до 200 мм;

– отсутствие насыщения расплавленного и нагретого металла газами, наоборот, в целом ряде случаев наблюдается дегазация металла шва и повышение его пластических свойств;

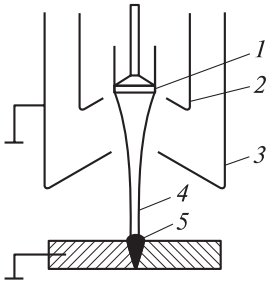


Рис. 1.207. Схема сварочной пушки для ЭЛО:
1 — катод; *2* — прикатодный электрод; *3* — ускоряющий электрод (анод); *4* — граница электронного пучка; *5* — сварной шов на изделии

– уменьшение протяженности зоны термического влияния снижает вероятность рекристаллизации основного металла в этой зоне;

– малое количество вводимой теплоты (как правило, для получения равной глубины проплавления при электронно-лучевой сварке требуется вводить количество теплоты в 4–5 раз меньшее, чем при дуговой), в результате резко снижаются коробления изделия.

Лучшими характеристиками обладают сварочные пушки для ЭЛО с ускоряющим электродом, находящимся под потенциалом изделия.

1.22.3. Нанесение покрытий с помощью ЭЛО

С помощью ЭЛО можно наносить покрытия из различных металлов (рис. 1.208). Электронная пушка *1* формирует поток электронов, который с помощью отклоняющей системы *2* попадает на источник материала

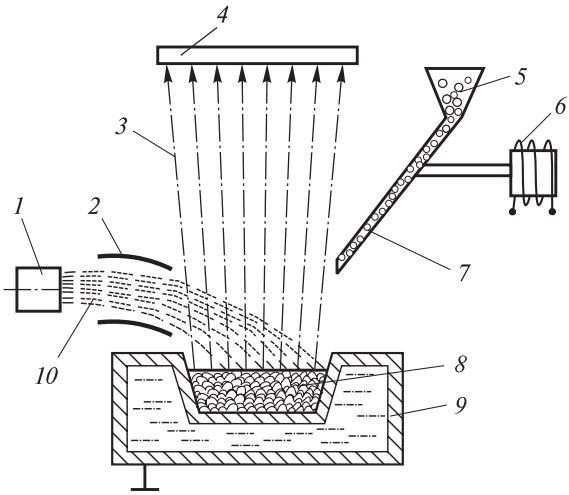


Рис. 1.208. Схема нанесения покрытий с помощью ЭЛО:
1 — электронная пушка; *2* — отклоняющая система; *3* — поток испаряемого материала покрытия; *4* — деталь; *5* — бункер; *6* — виброподача; *7* — желоб; *8* — материал покрытия; *9* — охлаждаемый тигель; *10* — поток электронов изогнут до 270°

покрытия *8* и испаряет его. Атомы материала покрытия летят к детали *4* и осаждаются на ее поверхности. Из бункера *5* по желобу *7* постоянно подаются новые порции материала покрытия.

Поток электронов *10*, выходя из электронной пушки *1*, проходит через отклоняющую систему *2* и попадает на материал покрытия *8*, который находится в охлаждаемом тигле *9*. Материал покрытия *8* испаряется, и поток испаряемого материала *3* поднимается вверх и осаждается на поверхности детали *4*. Из бункера *5* при помощи виброподачи *6* материал покрытия ссыпается в тигель *9*.

1.22.4. Размерная обработка электронным лучом

Размерная обработка электронным лучом применяется для получения отверстий фигурной или цилиндрической формы малых диаметров (2...500 мкм), тонких пазов, щелей, прорезей размерами от нескольких десятков микрометров в материалах малой толщины (пленки, фольги); для разрезки материалов (полупроводников, ферритов, сверхчистых материалов и др.), когда к поверхностям реза предъявляются особые требования.

Размерная обработка материалов электронным лучом осуществляется при плотности тепловой энергии выше $10^6...10^9$ Вт/см^2. Материал при такой плотности вскипает и испаряется, образуя на детали углубление (отверстие), а при перемещении луча — сквозной или глухой паз. В зоне обработки температура может достигать 6000 °С, а на расстоянии всего лишь 1 мкм от последней — 280...300 °С, отсюда высокая локализация процесса.

Достоинства размерной обработки электронным лучом:

– возможность широкой регулировки режимов и тонкого управления тепловыми процессами;

– пригодность для обработки металлических и неметаллических материалов;

– повышенная чистота среды при обработке;

– высокий КПД (до 98 %);

– возможность автоматизации процесса.

Недостатки размерной обработки электронным лучом:

– необходимость защиты от рентгеновского излучения, возникающего при работе на напряжениях свыше 20 кВ;

– относительно высокая стоимость;

– сложность оборудования;

– необходимость высокого вакуума;

– трудность непосредственного наблюдения за процессом.

В промышленности размерная обработка электронным лучом применяется: для изготовления деталей с числом отверстий от нескольких тысяч до нескольких миллионов; для получения отдельных отверстий в кварцевых пластинах; для обработки микроминиатюрных электронных схем; резки ферритов для «памяти» ЭВМ; локального легирования, прецизионной пайки и т. д. Схема вырезания отверстий сложного профиля с помощью обработки электронным лучом приведена на рис. 1.209.

Электронный луч *3* фокусируется линзой *1* и отклоняется регулятором *2*. Затем луч попадает на деталь *5* и вырезает на ней заданный рисунок.

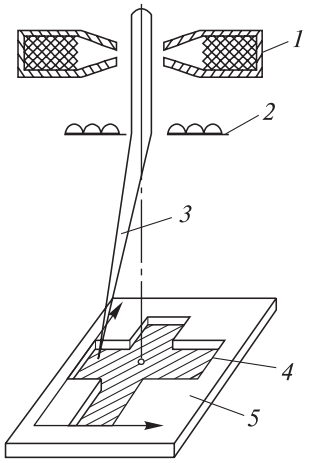


Рис. 1.209. Схема вырезания отверстий сложного профиля: *1* — линза объектива; *2* — регулятор отклонения луча; *3* — электронный луч; *4* — крестообразный вырез; *5* — обрабатываемая деталь

Выращивание нитевидных кристаллов и поверхностная полировка. Выращивание нитевидных монокристаллов с использованием электронно-лучевого нагрева (применяется в исследовательских целях) позволяет с высокой точностью поддерживать температуру расплава, доводить ее до любой требуемой величины и получать монокристаллы, однородные по составу, приемлемых геометрических размеров.

Электронно-лучевая полировка поверхности происходит без съема материала и основана на поверхностном оплавлении выступов и впадин полируемого материала с последующей его кристаллизацией. Например, полировку поверхности кремниевых подложек до чистоты класса 13 осуществляют при скорости перемещения подложки относительно пучка ~100 см/с, ширине ленточного пучка 40...80 мм, толщине пучка 0,2...0,5 мм, удельной мощности $(1{,}25...2{,}5)\cdot10^4$ Вт/см^2, в вакууме $(1{,}33...6{,}65)\cdot10^{-3}$ Па, предварительном нагреве подложки до 1073...1123 °К.

Очистка поверхности подложек. Очистка поверхности подложек электронным пучком происходит следующим образом. При соударении электронов с загрязнениями последние удаляются частично за счет разрыхления, выброса, ионизации примесей и оксидов, а оставшиеся — по мере повышения температуры подложки.

Микрофрезерование электронным пучком. Для получения микро- и наноразмеров, а также подгонки номиналов резисторов используют микрофрезерование электронным пучком. Применяя электронный пучок диаметром <0,1 мкм, можно изготовить элементы субмикронных размеров. Микрофрезерование электронным пучком успешно используют для подгонки номиналов тонкопленочных резисторов с точностью до 0,1...0,5 %. Электронным пучком также можно сверлить отверстия малых диаметров (1...30 мкм) и сложной формы в различных материалах.

Дополнительные возможности электронного пучка. Перекристаллизацией слоев можно выращивать монокристаллические слои на подложках с ориентирующей и неориентирующей структурами. При этом на подложки в вакууме наносится поликристаллический слой, который впоследствии оплавляется электронным пучком.

С помощью электронного луча можно вызвать ускорение процессов диффузии. Локальная обработка полупроводниковых пластин острофокусированным электронным пучком вызывает интенсивное образование дефектов

($10^6...10^7$ см$^{-2}$), которые существенно влияют на диффузионные свойства материала. Подсоединение выводов микросваркой и микропайкой и сваркой электронным пучком позволяет формировать надежные контактные соединения. Контакт получается прочным и выдерживает многократный перегиб у места сварки.

Герметизация корпусов дает возможность формировать прецизионные любой конфигурации — прямоугольные, кольцевые, круговые неправильной формы без соединения ограничения габаритных размеров корпуса. Используя бесконтактные методы контроля на основе электронного пучка, можно достаточно легко контролировать параметры ИС бесконтактным методом.

С помощью электронного пучка можно измерять потенциал и наблюдать распределение зарядов на поверхности твердого тела, определять ширину p–n-перехода и концентрацию примесных атомов, измерять удельное сопротивление материалов, время жизни неосновных носителей, вычислять контактную разность потенциалов и многое другое.

Нетепловое воздействие электронного пучка на химические соединения позволяет получать тонкие слои, которые могут найти применение в микроэлектронике. Полимеризация органических соединений с применением электронного пучка, происходящая вследствие разрыва определенных связей между атомами и перестройки диссоциированных молекул, обеспечивает создание диэлектрических слоев тонкопленочных конденсаторов заданной конфигурации.

Тесты к лекции 1.22

1. ***На чем основана электронно-лучевая обработка материалов?***

а) на использовании теплоты, выделяющейся при резком торможении потока электронов поверхностью обрабатываемого изделия;

б) на эффекте туннелирования электронов через материал заготовки;

в) на эффекте возникновения рентгеновского излучения.

2. ***Какими преимуществами обладает электронно-лучевая сварка?***

а) высокая концентрация ввода теплоты в изделие, высокая степень фокусировки луча;

б) низкая стоимость;

в) возможность сваривать детали на воздухе.

3. ***Для чего применяется размерная обработка электронным лучом?***

а) для получения отверстий фигурной или цилиндрической формы малых диаметров, тонких пазов, щелей;

б) для получения измерительных инструментов;

в) для резки заготовок с большим припуском.

4. ***Каким преимуществом обладает размерная обработка электронным лучом?***

а) пригодность для обработки металлических и неметаллических материалов;

б) обработка в среде вакуума;

в) легкость наблюдения за техпроцессом.

5. ***В чем суть технологии ElectronBeamMelting (EBM) или электронно-лучевой плавки?***

а) это 3D-печать с помощью металлического порошка и электронного луча в вакууме;

б) это расплавление металла электронным лучом в вакууме с последующей заливкой расплава в форму;

в) это расплавление полупроводниковых пластин для образования в них окон.

1.23. МЕТОДЫ И СРЕДСТВА ЭЛЕКТРОННОЙ ГИГИЕНЫ

Цель лекции — изучение методов и средств электронной гигиены.

1.23.1. Влияние загрязнений на производство элементов приборных устройств

Изготовление надежных приборов, способных работать в течение длительного времени, является одной из важных задач как разработчиков, так и технологов. Известно, что электрические параметры электронных полупроводниковых приборов, стабильность их работы и долговечность зависят от качества и состояния поверхности полупроводниковых пластин. При контакте полупроводниковых пластин с различными технологическими средами, с атмосферным воздухом на их поверхности адсорбируются атомы и молекулы различных веществ, которые классифицируются как загрязнения. Надежность, качество и процент выхода годных приборов в значительной степени зависят от загрязнений, вызываемых прежде всего механическими частицами. В процессах фотолитографии механические частицы приводят к искажению формируемого рисунка и, как следствие, к отказам в работе приборов. Присутствие инородных частиц на поверхности полупроводниковой подложки, подверженной ионной имплантации, приводит к рассеянию ионного пучка, в результате доза имплантированных ионов будет отличаться от нормы. Возникают локальные участки с отличающейся электропроводностью, которые являются причиной возрастания токов утечки или короткого замыкания с полупроводниковой подложкой. При выращивании эпитаксиальных слоев загрязнения приводят к дефектообразованию, проявляющемуся в виде вздутий, бугорков, трещин, проколов.

Механические загрязнения имеют различный состав и могут содержать органические вещества, металлические примеси. Вредное действие органических загрязнений состоит в том, что они разлагаются при нагревании, а также под действием ионной и электронной бомбардировки, выделяя газообразные продукты (CO, CO_2, H_2, H_2O, O_2 и др.), ухудшающие условия осаждения и роста тонких пленок, эпитаксиальных слоев и т. д.

Металлические загрязнения могут попадать на поверхность полупроводниковых пластин до или после химической обработки. Остаточные либо привнесенные загрязнения металлов проникают в приповерхностный слой полупроводниковой пластины, нарушая характеристики работы транзистора, ухудшают результаты термического окисления, изменяют время жизни носителей заряда и т. д.

Загрязнения металлов могут диффундировать вглубь кристалла во время высокотемпературных обработок, образуя энергетические уровни в запре-

щенной зоне, увеличивая токи утечки. Наиболее распространены загрязнения микрочастицами железа, так как железо содержится во многих металлических элементах оборудования. Остатки травителей на основе водных растворов плавиковой кислоты, в состав которых входят металлические примеси, оставляют механические загрязнения на поверхности кремния. Наиболее опасными примесями для полупроводниковых изделий являются тяжелые металлы — Fe, Cu, Ni, Zn, Cr, Au, Hg, Ag. Например, для технологии с минимальными топологическими нормами 0,6 мкм уровень опасных примесей металлов, включая Ni, Cu, Na, менее $5 \cdot 10^{10}$ ат./см^2, для технологии с нормами 250 нм — менее $2{,}5 \cdot 10^{10}$ ат./см^2, для технологии 180 нм — менее $1{,}3 \cdot 10^{10}$ ат./см^2.

1.23.2. Требования к электронной гигиене

Электронная гигиена — комплекс обязательных требований, норм, средств и мероприятий, направленных на обеспечение заданных параметров технологического микроклимата для защиты изделий от неблагоприятных внешних воздействий в процессе производства (ГОСТ Р 50116–92).

Воздушная среда характеризуется запыленностью, температурой, относительной влажностью, скоростью воздушного потока и его ламинарностью, избыточным давлением, уровнем вибрации и шума, напряженностью электромагнитного поля, уровнем электростатического заряда. Поэтому необходимо создавать технологический микроклимат.

Диаграмма распределения источников загрязнения в электронном производстве представлена на рис. 1.210.

К основным источникам загрязнений относят:

1) персонал (его численность, одежда, парфюмерия, волосы, отпечатки пальцев, продукты дыхания); этот источник загрязнения по эмпирическим данным составляет 30...40 % от общего количества загрязнений;

2) технологические среды (загрязнения от используемой воды, газов, химических реактивов); они составляют 5...10 % от общего числа загрязнений;

3) технологическое оборудование (конструкция, принципы действия, материалы, инструмент, тара для хранения пластин); вклад составляет 20...30 % от общего числа;

4) производственное помещение и ТП (пыль, водяные пары, пары масел); вклад составляет 25...35 % от общего числа загрязнений.

В соответствии с ГОСТ Р ИСО 14644-1–2017 чистое помещение (cleanroom) — помещение, в котором контролируется концентрация аэрозольных частиц и которое спроектировано, построено и эксплуатируется так, чтобы свести к минимуму поступление, выделение и удержание частиц в нем.

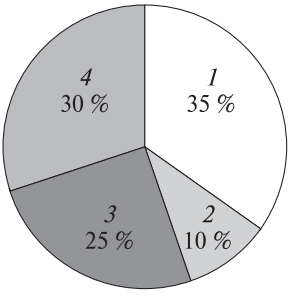


Рис. 1.210. Диаграмма распределения источников загрязнения:
1 — персонал (35 %); *2* — технологические среды (10 %); *3* — оборудование (25 %); *4* — помещение (30 %)

Чистые помещения и связанные с ними контролируемые среды обеспечивают контроль загрязнения воздуха и, если необходимо, поверхностей для поддержания допустимого уровня загрязнений в чувствительных к ним процессах.

Ниже приведен перечень стандартов ГОСТ ИСО Р 14644 «Чистые помещения и связанные с ними контролируемые среды»:

– 14644-1–2017 «Классификация чистоты воздуха по концентрации частиц»;

– 14644-2–2020 «Текущий контроль для подтверждения постоянного соответствия чистоты воздуха по концентрации частиц»;

– 14644-3–2020 «Методы испытаний»;

– 14644-4–2002 «Проектирование, строительство и ввод в эксплуатацию»;

– 14644-5–2005 «Эксплуатация»;

– 14644-6–2010 «Термины»;

– 14644-7–2007 «Изолирующие устройства (укрытия с чистым воздухом, боксы перчаточные, изоляторы и мини-сооружения)»;

– 14644-8–2017 «Классификация чистоты воздуха по концентрации химических загрязнений»;

– 14644-9–2013 «Классификация чистоты поверхности по концентрации частиц».

Классы чистоты помещений представлены в табл. 1.20.

Таблица 1.20

Классы чистоты помещений ISO 14644-1–2017

Класс чистоты	Предельно допустимые концентрации частиц, частиц/м^3, с размерами, равными или большими следующих значений[a], мкм					
N	≥ 0,1	≥ 0,2	≥ 0,3	≥ 0,5	≥ 1,0	≥ 5,0
ИСО 1	10[b]	2	[d]	[d]	[d]	[e]
ИСО 2	100	24[b]	10[b]	[d]	[d]	[e]
ИСО 3	1000	237	102	35[b]	[d]	[e]
ИСО 4	10 000	2370	1020	352	83[b]	[e]
ИСО 5	100 000	23 700	10 200	3520	832	[d, e, f]
ИСО 6	1 000 000	237 000	102 000	35 200	8 320	293
ИСО 7	[c]	[c]	[c]	352 000	83 200	2930
ИСО 8	[c]	[c]	[c]	3 520 000	832 000	29 300
ИСО 9	[c]	[c]	[c]	35 200 000	8 320 000	293 000

Примечание: [a] — все концентрации в таблице являются кумулятивными, например, для класса 5 ИСО число 10 200 частиц/м^3 для порогового размера 0,3 мкм включает все частицы, размеры которых равны или превышают это значение;

[b] — при этих концентрациях объем пробы, необходимый для классификации, становится слишком большим и может применяться последовательный отбор проб;

[c] — в этой части таблицы пределы концентраций частиц не устанавливаются ввиду их очень высоких значений;

[d] — классификация не предусматривается из-за ограничений, связанных с отбором проб и статистическим анализом при малых концентрациях частиц;

[e] — классификация не предусматривается из-за ограничений на время отбора проб как при низких концентрациях частиц, так и при размерах частиц более 1 мкм из-за возможной потери частиц в системе отбора проб;

[f] — для этих размеров частиц при классе 5 ИСО может использоваться дескриптор макрочастиц (М-дескриптор) совместно по крайней мере с одним из других размеров частиц.

Соответствие различных стандартов приведено в табл. 1.21.

Таблица 1.21

Соответствие различных стандартов

ИСО 14644-1	ГОСТ Р 50766–95	Стандарт США 209E	Стандарт США 209D
1ИСО	Р1	–	–
2ИСО	Р2	–	–
3ИСО	Р3(1)	М 1,5	1
4ИСО	Р4(10)	М 2,5	10
5ИСО	Р5(100)	М 3,5	100
6ИСО	Р6(1000)	М 4,5	1000
7ИСО	Р7(10 000)	М 5,5	10 000
8ИСО	Р8(100 000)	М 6,5	100 000
9ИСО	Р9(1 000 000)	–	–

От класса чистоты помещений сильно зависит процент брака в производстве микросхем. Чистые помещения в микроэлектронике обеспечивают выпуск высококачественных, так называемых годных, микросхем — интеллектуальной основы всей современной техники.

1.23.3. Требования к чистым помещениям

Одной из ключевых характеристик в производстве микросхем является минимальный топологический или минимально-контролируемый размер. В свете стремительного развития нанотехнологий это настолько миниатюрная величина, что угрозу для нее представляют даже частицы размером с молекулу. Сегодня расстояния в микросхемах измеряются в десятых и сотых долях микрона и даже меньше. Это значит, что каждый микроб, каждый ион химических соединений, используемых в производстве, каждая частичка испарений с поверхностей приборов, участвующих в технологическом процессе, и вообще любой элемент, невидимый невооруженным глазом, могут создать в микросхеме критический дефект, т. е. брак. И если не устранить из окружающего воздуха циркулирующие в нем микрочастицы, количество бракованных чипов будет нарастать.

И еще один нюанс: в микроэлектронике оперируют очень маленькими размерами и классы чистоты помещений здесь, как правило, одни из самых высоких. Такая стерильность не может быть достигнута исключительно контролем и поддержанием должных параметров стерильности, поэтому упор делается на так называемые безлюдные технологии с практически 100%-ной автоматизацией ТП. Но при отсутствии человеческого фактора на первый план выходят другие источники загрязнения, в первую очередь химические, поскольку в современном микроэлектронном производстве используют десятки самых разнообразных химических соединений, частицы которых могут

стать причиной серьезного брака. Поэтому особое внимание в нанодиапазоне уделяется контролю именно химических загрязнений. Для решения проблемы применяются специальные конструкции помещений (рис. 1.211) и особая система фильтрации, поскольку традиционно используемые герметики и фильтры HEPA сами активно выделяют в окружающую среду бор и прочие химические элементы, легирующие кремниевые структуры чипов и снижающие их годность. В чистых помещениях должен существовать

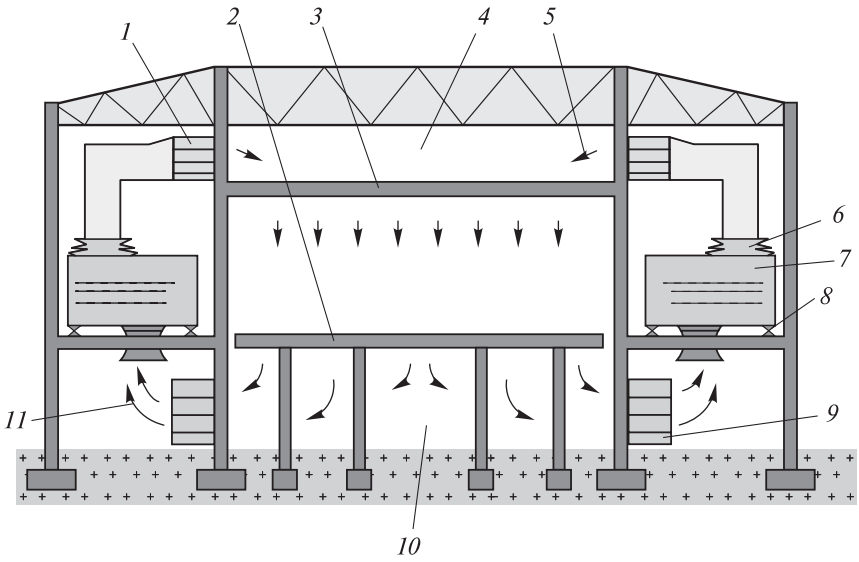


Рис. 1.211. Концепция чистого помещения:

1 — верхний шумоглушитель; *2* — перфорированный пол; *3* — потолочные фильтры HEPA; *4* — камера статического давления; *5* — направление движения воздуха; *6* — гибкая вставка; *7* — вентиляционная система; *8* — виброизолятор; *9* — нижний шумоглушитель; *10* — подпольное пространство для рецикла воздуха; *11* — направление возврата воздуха на рецикл

предел, ограничивающий максимальную скорость воздушного потока, но имеется также и нижний предел, связанный со временем восстановления ламинарности потока. Оптимальной является скорость потока 0,2...0,4 м/с. В чистом помещении поддерживается давление воздуха несколько больше, чем снаружи. Благодаря этому микрочастицы из окружающей среды не могут попасть внутрь помещения.

Характеристика чистых помещений для производства СБИС представлена в табл. 1.22.

Как следует из табл. 1.22, самыми критичными к чистоте помещения являются операции фотолитографии и эпитаксии.

Таблица 1.22

Характеристика чистых помещений для производства СБИС

Технологическая операция	Класс чистоты			
	ИСО1	ИСО2	ИСО3	ИСО4
Фотолитография	+			
Эпитаксия	+	+		
Нанесение функциональных слоев		+		
Формирование рисунка (травление)		+	+	
Сборка		+	+	
Хранение				+

Тесты к лекции 1.23

1. ***К чему приводит наличие механических частиц в воздушной среде при фотолитографии?***

а) к искажению формируемого рисунка;

б) к необходимости увеличивать время экспонирования;

в) к необходимости уменьшать время экспонирования.

2. ***К чему приводит присутствие инородных частиц на поверхности полупроводниковой подложки, подверженной ионной имплантации?***

а) к рассеянию ионного пучка, в результате чего доза имплантированных ионов будет отличной от нормы;

б) к необходимости увеличивать скорость потока ионов;

в) к необходимости уменьшать скорость потока ионов.

3. ***К каким дефектам приводит наличие механических частиц при эпитаксии?***

а) к дефектообразованию, проявляющемуся в виде вздутий, бугорков, трещин, проколов;

б) к возникновению линий дислокации;

в) к возникновению пор и трещин.

4. ***В чем заключается вредное действие органических загрязнений при производстве интегральных схем?***

а) разлагаются при нагревании, а также под действием ионной и электронной бомбардировки, выделяя газообразные продукты, ухудшающие условия осаждения и роста тонких пленок, эпитаксиальных слоев и т. д.;

б) ухудшают условия наблюдения на оптическом микроскопе;

в) ухудшают условия наблюдения на электронном микроскопе.

5. ***Что такое электронная гигиена?***

а) комплекс обязательных требований, норм, средств и мероприятий, направленных на обеспечение заданных параметров технологического микроклимата для защиты изделий от неблагоприятных внешних воздействий в процессе производства;

б) это способы очистки электронных изделий от микробов;

в) это комплекс мероприятий, обеспечивающих стерильную поверхность электронных компонентов.

6. ***Что относят к основным источникам загрязнений при производстве электронных изделий?***

а) персонал, технологические среды, оборудование, помещение;

б) пыль во внешней среде;

в) ионизирующие излучения.

7. ***Что такое чистое помещение?***

а) помещение, в котором контролируется концентрация аэрозольных частиц и которое спроектировано, построено и эксплуатируется так, чтобы свести к минимуму поступление, выделение и удержание частиц в нем;

б) помещение, в котором произведен комплекс очистительных мероприятий и проведена проверка чистоты;

в) помещение, полностью изолированное от внешней среды и в котором откачан воздух.

8. ***Какое давление воздуха в чистом помещении?***

а) несколько больше, чем снаружи;

б) несколько меньше, чем снаружи;

в) такое же, как и снаружи.

1.24. АНАЛИЗ ПЕРСПЕКТИВ РАЗВИТИЯ ЭЛЕКТРОННОЙ ТЕХНИКИ НА ОСНОВЕ ДОСТИЖЕНИЙ МИКРО- И НАНОТЕХНОЛОГИЙ

Цель лекции — анализ дорожной карты развития микро- и нанотехнологий, перспектив развития электронной техники.

1.24.1. Дорожная карта для наноэлектроники как инструмент стратегического планирования

Электроника является одной из важнейших отраслей экономики страны, и ее развитие определяется технологией производства, материальной базой и подготовкой новых кадров для отрасли. В условиях мирового рынка анализ тенденций развития электроники следует проводить с учетом зарубежных рынков.

Технологическая дорожная карта — это направленный в будущее взгляд на выбранный круг проблем, представляющий собой продукт коллективного знания и предвидения наиболее авторитетных специалистов. Она дает комплексное, взаимосвязанное представление о перспективах развития технологий в конкретных сферах деятельности, позволяя взаимно увязать программы научных исследований, создания промежуточных и конечных продуктов, а также показать их связь с намеченными целями развития [62].

Для выработки эффективных стратегий необходима экспертная оценка перспектив развития экономики в России и мире, приоритетных направлений использования технологий, окон возможностей для России, рисков и ограничений, возможных траекторий достижения поставленных целей, динамики развития отдельных секторов экономики в России и зарубежных странах, анализ эффективности принимаемых решений [63].

1.24.2. Дорожные карты развития электронной индустрии в России

В России растущее внимание к дорожным картам как методу прогнозирования связано с увеличением вклада инноваций в экономический рост, повышением сложности и наукоемкости конечных продуктов, развитием конкуренции. Увеличивается количество факторов, которые необходимо учесть при построении прогнозов. В их числе — состояние внешней среды организации, развитие научных исследований и коммерциализация их результатов, наличие взаимодополняющих и конкурирующих производств, существование альтернативных стратегий достижения целей (в том числе связанных

с использованием различных технологических решений) и др. Благодаря использованию метода дорожных карт можно предложить комплексный подход к решению поставленных задач [64].

Стратегия развития электронной индустрии в России базируется на основных положениях Президентской инициативы «Стратегия развития наноиндустрии» (от 24.04.2007 № Пр-688), Федеральном законе «О российской корпорации нанотехнологий» от 19 июля 2007 г. № 139-ФЗ, поручении Правительства РФ по обеспечению реализации программы развития наноиндустрии в РФ до 2015 г. от 04.05.2008 № ВЗ-П7-2702 и распоряжении Правительства РФ от 17 января 2020 г. № 20-р «О стратегии развития электронной промышленности РФ на период до 2030 г.» и плане мероприятий по ее реализации.

Стратегия развития электронной промышленности на период до 2030 г. (далее Стратегия) определяет основные направления государственной политики в сфере развития электронной промышленности РФ на период до 2030 г.

Стратегия направлена на создание нового конкурентоспособного облика электронной промышленности РФ на основе развития научно-технического и кадрового потенциала, оптимизации производственных мощностей, их модернизации и технического перевооружения, создания новых технологических направлений и технологий, освоения прорывных промышленных электронных технологий, а также совершенствования нормативно-правовой базы для удовлетворения потребностей государства и иных заказчиков в современной продукции отрасли электронной промышленности.

Дорожная карта для электроники как инструмент стратегического планирования позволяет организациям подготовиться к новым вызовам рынка и извлечь преимущества из вновь открывающихся возможностей. Для производителей электроники, например, это означает выявление рыночных тенденций и спроса на новые, перспективные продукты с последующим выбором технологии, необходимой для их производства на приемлемом ценовом уровне.

Составление дорожных карт позволяет обеспечить два основных преимущества. Во-первых, процесс их подготовки позволяет предприятию оценить угрозы и возможности, определить приоритеты и, во-вторых, встроить важнейшие факторы (рыночный спрос, требования потребителей, уровень конкуренции, технологию производства, разработки новых продуктов, финансовый менеджмент и др.) в последовательный стратегический план.

Результирующая дорожная карта способствует выявлению проблемных ситуаций (нехватка финансирования, низкий технологический потенциал, разрывы в цепочке поставок), которые необходимо будет разрешить, и конкретизации приоритетов в области инвестиций, подбора кадров, исследований и разработок. Дорожная карта для электроники охватывает три ключевых аспекта, которые носят динамический характер:

1) **рыночный спрос**, который изменяется во времени под влиянием повышения доходов потребителей, технологического развития и изменяющихся ожиданий. Дорожная карта выявляет целевые рынки, основные производственные

технологии и их возможные альтернативы, временной график проведения исследований и инвестирования;

2) **предприятие**, которое функционирует в непрерывно изменяющейся конкурентной среде, характеризующейся появлением новых игроков, запуском новых продуктов, падением неэффективных бизнесов и захватом их рыночных долей другими компаниями;

3) **технологии**, используемые предприятием для производства пользующихся спросом продуктов и услуг.

Они также изменяются со временем. Это особенно заметно в таких областях, как информатика и электронные технологии, где и фундаментальная наука, и инженерные приложения эволюционируют одновременно, изменяя как базовые концепции, так и представления о практических возможностях.

Российская госкорпорация «Ростех» разработала дорожную карту под названием «Новые поколения микроэлектроники и создание электронной компонентной базы». Согласно данному плану, в частности, предполагается разработка чипов с топологическими нормами 65 (55) нм, 28 нм, 14 нм и твердотельных накопителей данных с топологической нормой 25...30 нм.

Государство вложит в мероприятия по развитию микроэлектроники около 615 млрд руб., остальные инвестиции составят 102,6 млрд руб., в их числе 30 млрд руб. придется на долю «Ростеха». Согласно плану, в 2024 г. объем экспорта российской микроэлектроники нового поколения достигнет 20,4 млрд руб., а к 2030 г. — 48,8 млрд руб. Внутренний рынок в 2024 г. может составить 466 млрд руб.

Согласно Стратегии, в частности, предусматривается разработать и промышленно освоить технологии создания и производства цифровой электроники (процессор, контроллер, память) и системного программного обеспечения, силовой электроники, радиоэлектроники, включая СВЧ-электронику и аналоговую электронику, оптоэлектронику, фотонику и радиофотонику, в том числе:

– кремниевые технологии производства электронной компонентной базы с топологическими нормами 65...45 нм, 28 нм, 14...12 нм, 7...5 нм и последующий выпуск изделий на их основе;

– разработку изделий по кремниевой технологии с топологической нормой 5 нм с последующим выпуском изделий на их основе на зарубежных фабриках и переносом производств в РФ;

– кремниевые технологии производства твердотельных средств хранения данных с топологической нормой 25...30 нм и числом слоев не менее 96;

– технологии производства приборов отображения информации, в частности дисплеев на основе OLED не ниже шестого поколения с разрешениями до 2048×2048 пикселей, микродисплеев на пластинах диаметром 200 мм;

– технологии производства электронной компонентной базы СВЧ-диапазона, в том числе технологии BiCMOS HBT, HEMT, pHEMT с топологической нормой 65...45 нм, гетерогенную интеграцию на уровне пластины GaN on Si, SiGe, GaAs;

– изделия электронной компонентной базы для терагерцового диапазона частот на основе InP и других материалов для радаров, видеосистем, медицинского оборудования и иных применений;

– технологии фотоники, в том числе гетерогенную интеграцию InP с кремниевой технологией для изготовления фотонных интегральных схем, а также технологии для активных и пассивных сенсоров тепловизионных и других оптических систем;

– технологии изготовления полупроводниковых лазеров, в том числе на основе GaAs, GaN, InP и соединений на их основе, для всех сфер применения, включая телекоммуникационное оборудование, лазерные сканеры, лидары;

– технологии для производства силовой электроники на основе GaN, SiC, высоковольтной (до 6500 В и 1200 А) и высокотемпературной (до 4500 °С);

– технологию изготовления MEMS-сенсоров с топологическими нормами до 0,5 мкм;

– технологии источников питания с КПД до 99 %;

– технологии шифрования и криптозащиты, включая аппаратную реализацию технологий блокчейна;

– технологии изготовления многослойных жестких, гибких и гибко-жестких ПП (до 32 слоев), в том числе с использованием органических материалов, и т. д.

Дорожная карта проекта «Новые поколения микроэлектроники и создание электронной компонентной базы» предусматривает целевые показатели технологического развития, включая объем производства и продаж на внутреннем и внешнем рынках продукции (товаров, работ, услуг), основанной в том числе на соответствующих отечественных технологиях; количественные характеристики созданных результатов интеллектуальной деятельности и научных исследований; обеспеченность кадрами с необходимым уровнем квалификации; обеспеченность и качество научно-технологической и производственной инфраструктуры; иные показатели. Кроме того, дорожная карта включает подробный план мероприятий, в том числе: назначение должностных лиц федеральных органов исполнительной власти, компаний и иных заинтересованных организаций; сроки реализации отдельных задач и мероприятий; контрольные точки и ожидаемые результаты; необходимое финансовое обеспечение, включая средства бюджетов бюджетной системы России и внебюджетных источников; принципы и подходы взаимодействия сторон и иных привлекаемых заинтересованных лиц.

1.24.3. Компоненты дорожных карт

Дорожная карта представляет собой план действий, в котором определены сроки реализации и приоритеты инвестирования в развитие технологий предприятия. Рынки, продукты и технологии, постоянно развиваясь и изменяясь, создают сложную, многокомпонентную динамичную среду, что приводит к необходимости тесного взаимодействия и сотрудничества при

составлении дорожных карт. В результате становится необходимой междисциплинарная кооперация, работа целой группы экспертов и руководителей.

В результате такой работы определяются приоритетные направления инвестиций, исследований и разработок, формируется база для бизнес-планирования, рекрутинга и программ подготовки кадров.

Составление дорожной карты служит катализатором развития компании, помогая ей конкретизировать свои цели, сфокусировать знания о рынке, сделать обоснованный стратегический выбор таких технологий и управленческих решений, которые будут отвечать потребностям рынка и самой организации в наиболее эффективной форме.

В зависимости от специфики конкретной организации дорожная карта учитывает различные группы факторов, например:

1) технологические приложения, достижения и инновации;
2) потенциальные точки разрыва, шоки и риски;
3) конкурентоспособность;
4) инвестиции, финансы и планирование;
5) временно́й график реализации;
6) разрушающие технологии.

В *первой группе* факторов анализируются основные технологии и возможные варианты, способные обеспечить наилучший результат при меньших затратах.

Во *второй группе* исследуются важнейшие направления изменения и развития в данном секторе рынка, оцениваются будущие позиции компании, прогнозируются изменения в основных технологиях, конкурентной среде и на основных рынках, выявляются узкие места в цепочках поставок и сетях распространения, источники возможных проблем.

В *третьей группе* определяются конкурентные преимущества данного предприятия, такие, как выпускаемые продукты, технология, технические компетенции, менеджмент, маркетинговая стратегия.

В *четвертой группе* проводится критический анализ имеющихся финансовых ресурсов, определяются приоритеты расходов.

В *пятой группе* определяется комплекс задач по созданию нового продукта, определяются этапы его разработки.

К *шестой группе* относятся разрушающие технологии. Разрушающей принято называть новую технологию, обладающую тремя важными характеристиками. Во-первых, она значительно отличается от устоявшейся, классической технологии. Во-вторых, заметно превосходит последнюю по ряду важнейших, конкурентных параметров. В-третьих, ее появление существенно изменяет рынок, меняя ожидания потребителей, их запросы, стиль потребления и ощущение того, что является возможным, желаемым и нормальным в отношении данного типа продукта.

Разрушающие технологии представляют определенную угрозу для компаний, занимающих существенную долю рынка, поскольку способны обесценить их текущие инвестиции и даже привести к краху компаний.

Новые игроки на рынке, внедряя разрушающие технологии, напротив, обеспечивают себе конкурентное преимущество.

Ключевое свойство разрушающей технологии состоит в том, что она представляет не только лучшее решение существующей проблемы, но и меняет саму проблему. Подобная инновация несет новые возможности, трансформируя ожидания потребителей и их запросы. Из истории развития техники известно, что некоторые привычные сегодня технологии и продукты (например, телефон, автомобиль и Интернет) при первом своем появлении носили разрушающий характер.

Следует особо отметить, что организация может понести существенные убытки от слишком больших инвестиций в разработку нового продукта, поскольку это почти всегда затягивает сроки выхода продукта на рынок, а конкуренты могут раньше выпустить на рынок более дешевый и «достаточно хороший» аналог.

В некоторых случаях при составлении дорожной карты необходимо сделать анализ критических траекторий, в результате может быть выявлена цепочка последовательных событий, предопределяющая либо успех, либо неудачу проекта.

1.24.4. Достижения нанотехнологии в электронике

Нанотехнологии — новое направление науки и технологии, активно развивающееся в последние десятилетия. Нанотехнологии включают в себя создание и использование материалов, устройств и технических систем, функционирование которых определяется наноструктурой, т. е. ее упорядоченными фрагментами размером от 1 до 100 нм.

Нанотехнологии подразделяют на три направления:

– изготовление электронных схем, элементы которых состоят из нескольких атомов;

– создание наномашин, т. е. механизмов и роботов размером с молекулу;

– непосредственная манипуляция атомами и молекулами.

Технологии манипулирования веществом на молекулярном уровне затронули все отрасли промышленности. Не избежала этого и электроника, в первую очередь технологии создания микропроцессоров и интегральных схем. Ведущие страны вкладывают значительные средства в развитие данной сферы. Дальнейшее развитие микроэлектроники немыслимо без использования нанотехнологий.

Нанотехнологии в электронике получили мощный импульс за счет использования углеродных нанотрубок (графена). Углеродные нанотрубки не только могут преодолеть барьер уменьшения транзисторов, но и придать электронным схемам революционные механические и оптические свойства, или, другими словами, сделать электронику гибкой и прозрачной.

Другая область применения нанотехнологий в электронике — создание жестких дисков нового типа. В 2007 г. нобелевская премия по физике была присуждена П. Грюнбергу и А. Ферту за открытие эффекта гигантского

магнетосопротивления, или GMR-эффекта. Это квантово-механический эффект, который происходит в тонких металлических пленках, состоящих из чередующихся ферромагнитных и проводящих немагнитных слоев. При изменении взаимного направления намагниченности соседних магнитных слоев происходит значительное изменение электрического сопротивления такой структуры. С помощью внешнего магнитного поля направлением намагниченности можно управлять. На базе этого эффекта можно создавать датчики магнитного поля такой точности считывания, что информацию можно будет записывать на жесткий диск буквально с атомарной плотностью.

Создание нанороботов, т. е. молекулярной машины, способной складывать предметы и устройства из отдельных атомов, является чрезвычайно перспективным направлением.

Нанороботы смогут:

– стыковать атомы друг с другом, передвигаясь при этом по различным поверхностям и в различных средах;

– образовывать локальные компьютерные сети и связываться с макрокомпьютерами, управляемыми человеком;

– строить всевозможные макрообъекты: пищу, различную технику, дома и орбитальные станции.

Фабрика, насчитывающая миллиарды нанороботов, сможет обеспечить товарами и продуктами питания все человечество.

Нанокомпьютер — устройство нанометрических размеров, способное производить логические операции.

Симбиоз наноэлектроники и достижений биотехнологии позволит делать имплантаты.

Формы жизни, созданные на биоэлектронной основе, будут в принципе универсальны — они смогут приспособиться как к вакууму, так и к агрессивным средам, и при этом размножаться.

Искусственный интеллект, скорее всего, будет реализован именно в наноэру.

Плазмоны представляют собой коллективные колебания свободных электронов в металле. Длина волны плазмонного резонанса, например, для сферической частицы серебра диаметром 50 нм составляет примерно 400 нм. В начале 2000 г. благодаря быстрому прогрессу в технологии изготовления частиц порядка наноразмеров появилось новое направление в нанотехнологии — наноплазмоника. Выяснилось, что электромагнитное излучение можно передавать вдоль цепочки металлических наночастиц с помощью возбуждения плазмонных колебаний.

Эта технология может стать заменой традиционных технологий, используемых в современных компьютерах. Логические цепи, построенные на основе плазмоники, работают гораздо быстрее, имеют значительно большую информационную емкость, чем традиционные электронные цепи и, что более важно, имеют значительно меньшие габариты, чем существующие оптические системы.

В будущем материя и софт станут почти неотделимы друг от друга. Любой материальный предмет может быть программой, а любая программа —

реализоваться материально. С помощью квантовых кристаллов можно будет сделать материю, в которой каждый тип атома задается пользователем. Ученые работают над созданием умных полимерных материалов, которые могут собираться и разбираться. Следует отметить, в недалеком будущем большинства современных материалов может и не быть совсем — их заменят самособирающиеся полимеры.

Все нанороботы, нанокомпьютеры и наносистемы тесно связаны с наноэлектромеханическими системами (НЭМС): подшипниками, моторчиками, передачами, редукторами и т. п. На их основе можно будет создать наноманипуляторы — устройства, способные выполнять управляемую сборку атомов или перемещать отдельные молекулы. Все просто: инженерные решения макромира переносятся в наномир с некоторыми исправлениями. В настоящее время исследователи построили множество новых наносистем: молекулярные конвейеры, способные транспортировать отдельные молекулы вдоль нанотрубок; механические нанолифты, позволяющие наладить молекулярное производство; различные наножидкостные системы; ДНК-компьютеры, которые помогут в построении «настоящих» НЭМС. Проектов манипуляторов на бумаге уже много, но пока что ни один из них не был реализован.

На сегодняшний день ученые не обнаружили физических законов, опровергающих возможность манипулирования материей атом за атомом. Экспериментальные данные и прогресс в области нанотехнологий за последние годы полностью подтверждают это.

Нанотехнологии позволяют создавать встроенные конкурентные преимущества и ограждающие барьеры. Это может быть индустрия с очень низким порогом восприятия для потенциальных потребителей. Недалеко то время, когда развитая нанотехнология станет практически неотличима от волшебства.

Тесты к лекции 1.24

1. ***Что собой представляет дорожная карта электроники?***

а) является инструментом стратегического планирования;

б) технологическую карту изготовления прибора;

в) топографический план предприятия электронной техники.

2. ***Что предусматривает дорожная карта проекта «Новые поколения микроэлектроники и создание электронной компонентной базы»?***

а) целевые показатели технологического развития;

б) новую компонентную базу;

в) новые нанотехнологии.

3. ***Какую технологию принято называть разрушающей?***

а) новую технологию, значительно отличающуюся от классической технологии, заметно превосходящую последнюю по ряду важнейших, конкурентных параметров и изменяющую рынок;

б) экспериментальную технологию, которая привела к разрушению изделия;

в) устаревшую технологию.

4. ***Объекты какого размера используют в нанотехнологии?***

а) размером от 1 до 100 нм;

б) размером от 1 до 100 мкм;

в) размером от 1 до 100 мм.

5. ***Что представляют собой плазмоны?***

а) плазмоны представляют собой коллективные колебания свободных электронов в металле;

б) плазмоны представляют собой фрагменты высокотемпературной плазмы в сильном магнитном поле;

в) плазмоны представляют собой фрагменты сильно разреженной плазмы в магнитном поле.

6. ***Что такое гигантское магнитное сопротивление?***

а) это квантовомеханический эффект, который происходит в тонких металлических пленках, состоящих из чередующихся ферромагнитных и проводящих немагнитных слоев;

б) это эффект резкого усиления магнитного поля при облучении лазером;

в) это эффект, который происходит в прозрачных диэлектрических пленках при их облучении лазером.

2. Методические указания по выполнению лабораторных работ

ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ ПО ТЕХНИКЕ БЕЗОПАСНОСТИ ПРИ ВЫПОЛНЕНИИ ЛАБОРАТОРНЫХ РАБОТ

При выполнении лабораторных работ применяются химические реагенты и специальное оборудование, представляющие опасность для здоровья. Поэтому в ходе лабораторных работ необходимо строго соблюдать определенные требования по технике безопасности.

К работам в лаборатории допускаются лица, прошедшие обучение, инструктаж и проверку по охране труда, освоившие безопасные методы и приемы выполнения работ, методы и приемы правильного обращения с приспособлениями, инструментом и оборудованием, имеющимися в лаборатории. В случае возникновения вопросов по безопасному выполнению работы необходимо прервать работу и обратиться к своему непосредственному преподавателю или дежурному преподавателю. Ниже приведены требования по технике безопасности.

1. Перед началом работы необходимо:

– убрать волосы под шапочку или косынку;

– застегнуть манжеты одежды.

2. Включить электропитание на рабочих местах и убедиться, что электросоединения плотные, не греются, провода изолированные, не болтаются и не мешают работе.

3. При работе с химическими реагентами надеть защитные перчатки и защитные очки.

4. При смешивании реагентов не приближать лицо более чем на 30...40 см к емкости с реагентами.

5. При включении ламинатора и установки УФ-обработки (экспонирования) фоторезиста убедиться, что установки подключены к электропитанию, рабочие зоны чистые и исправные; перед использованием ламинатора проконсультироваться с преподавателем о толщине текстолита, допускающей возможность его прохождения через валы ламинатора; после окончания процесса закрепления фоторезиста на ламинаторе незамедлительно его выключить во избежание перегрева устройства.

6. Выполнять работы на установках, точно соблюдая требования и указания, изложенные в методическом пособии и инструкциях к установкам.

7. При работе на сверлильном станке:

– убедиться в исправности станка;

– включить освещение рабочего места;

– проверить наличие посторонних предметов рядом со станком;

– проверить крепление сверла в патроне: сверло не должно перемещаться и должно быть выставлено строго по прямой, перпендикулярно плоскости, в которой сверлятся отверстия;

– установку и замену сверла проводить с помощью ключа;

– ПП должна быть зафиксирована в тисках;

– при сверлении категорически запрещается держать ПП в руках;

– при работе станка запрещается наклоняться близко к ПП;

– сверло к ПП необходимо подводить плавно, без рывков;

– по окончании работы отключить электропитание станка, сверла аккуратно положить в коробку и убрать на полку стеллажа, стружку собрать с помощью пылесоса или влажной салфетки.

8. При работе с паяльником или термофеном могут воздействовать следующие затрудняющие факторы:

– повышенная загазованность воздуха рабочей зоны парами вредных химических веществ;

– повышенная температура ПП и инструмента, пожароопасность;

– брызги флюса или припоя;

– поражение электрическим током.

9. Рабочие места должны быть обеспечены местной вытяжной вентиляцией:

– воздухоприемники местных отсосов должны крепиться на гибких или телескопических воздуховодах, обеспечивающих перемещение к месту пайки;

– система местных отсосов должна включаться до начала работы и выключаться после ее окончания.

10. Правила работы с паяльником:

– паяльник необходимо подвергать проверке не реже одного раза в год с записью в журнале;

– кабель паяльника должен быть защищен от случайного повреждения и соприкосновения с горячими деталями;

– паяльник и термофен должны надежно фиксироваться на специальных подставках;

– перед началом работы следует проверить техническое состояние паяльника — кабель питания и соединительный кабель, штепсельная вилка, защитный кожух изоляции рукоятки не должны иметь повреждений;

– излишки припоя и флюса необходимо удалять с помощью хлопчатобумажных салфеток или куском ткани, смоченной ацетоном;

– растворители следует хранить в таре из цветного металла с крышкой либо в стеклянной таре на расстоянии не менее 20 см от включенного паяльника.

11. По окончании работы с паяльником:

– отключить от электросети паяльник, пульт питания, освещение;

– отключить местную вентиляцию;

– флюсы, тару с растворителем закрыть крышкой;

– использованные салфетки, обрезки провода и бракованные детали собрать и выкинуть в урну;

– убрать инструменты и приспособления в коробку для инструментов.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 1. СКАНИРУЮЩАЯ ЗОНДОВАЯ МИКРОСКОПИЯ

Цель лабораторной работы: изучение принципов работы сканирующей зондовой микроскопии, а также конструкции прибора NanoEducator, приобретение навыков получения и анализа изображений объектов нанометрового диапазона.

Задание по лабораторной работе

1. Ознакомиться с конструкцией сканирующего зондового микроскопа типа NanoEducator.
2. Ознакомиться с работой ПО NanoEducator.
3. Провести исследование образца.

Теоретическая часть

В основе работы сканирующего зондового микроскопа (СЗМ) лежит силовое взаимодействие между зондом и исследуемой поверхностью, поэтому часто такой микроскоп называют атомно-силовым микроскопом (АСМ), который был изобретен в 1986 г. Г. Биннигом, К. Куэйтом и К. Гербером. В качестве зонда используют миниатюрную конструкцию, представляющую собой упругую консоль (кантилевер) с очень тонким острием или иглой на конце (рис. 2.1). Иглы могут быть изготовлены из кремния или вольфрама. Типичный радиус кривизны кремниевых игл составляет порядка нескольких нанометров, радиус кривизны вольфрамовых игл — порядка нескольких десятков нанометров.

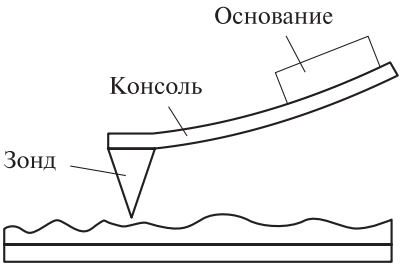


Рис. 2.1. Конструкция зонда

В воздухе практически всегда присутствуют пары воды, в результате чего на поверхности исследуемого образца и острия зонда адсорбируется тонкий слой воды. Когда зонд приближается к поверхности образца, возникают капиллярные силы, которые удерживают иглу зонда в контакте с поверхностью. Кроме этих сил существуют также вандерваальсовы силы притяжения и силы отталкивания в точке, где игла зонда касается образца. Также возможно сущест-

вование электростатических сил. Все перечисленные силы уравновешиваются силой, действующей на кончик зонда со стороны кантилевера. При этом сила, действующая на зонд со стороны поверхности, приводит к изгибу кантилевера. Регистрируя величину изгиба, можно контролировать силу взаимодействия зонда с поверхностью. Энергию вандерваальсова взаимодействия двух атомов, находящихся на расстоянии друг от друга, аппроксимируют степенной функцией — потенциалом Леннарда — Джонса (рис. 2.2):

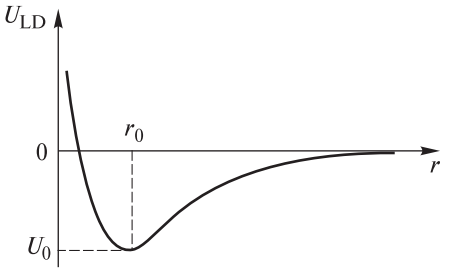


Рис. 2.2. Зависимость потенциальной энергии от расстояния

$$U_{\text{LD}}(r) = U_0 \left\{ -2\left(\frac{r_0}{r}\right)^6 + \left(\frac{r_0}{r}\right)^{12} \right\},$$

где U_0 — значение энергии в минимуме; r_0 — равновесное расстояние между атомами.

Первое слагаемое в данном выражении описывает дальнодействующее притяжение, обусловленное в основном диполь-дипольным взаимодействием атомов. Второе слагаемое учитывает отталкивание атомов на малых расстояниях.

Общую энергию системы можно получить, суммируя элементарные взаимодействия для каждого из атомов зонда и образца. В общем случае данная сила имеет как нормальную к поверхности, так и латеральную (лежащую в плоскости поверхности образца) составляющие.

Потенциал Леннарда — Джонса позволяет оценить силу взаимодействия зонда с образцом. Общую энергию системы можно получить, суммируя элементарные взаимодействия для каждого из атомов зонда и образца (рис. 2.3).

Тогда энергия взаимодействия

$$W_{PS} = \iint\limits_{V_P V_S} U_{\text{LD}}(r - r')\, n_P(r')\, n_S(r)\, dV dV',$$

где $n_P(r')$, $n_S(r)$ — плотности атомов в материале зонда и образца; V, V' — единичные объемы образца и зонда.

Соответственно сила, действующая на зонд со стороны поверхности,

$$\vec{F}_{PS} = -\text{grad}(W_{PS}).$$

В общем случае данная сила имеет как нормальную к поверхности, так и латеральную (лежащую в плоскости поверхности образца) составляющие.

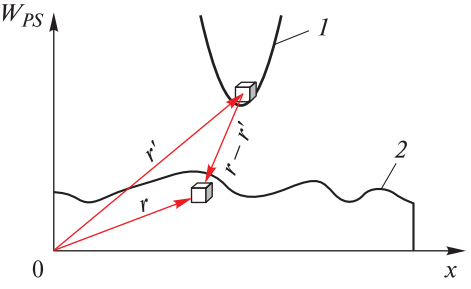


Рис. 2.3. Схема элементарных взаимодействий при расчете энергии взаимодействия зонда (*1*) и образца (*2*):

r, r' — расстояния от начала координат до атомов на поверхности образца и зонда

Реальное взаимодействие зонда с образцом имеет более сложный характер, однако основной характер данного взаимодействия сохраняется — зонд АСМ испытывает притяжение со стороны образца на больших расстояниях и отталкивание на малых.

Получение АСМ-изображений рельефа поверхности связано с регистрацией малых изгибов упругой консоли зондового датчика. В атомно-силовой микроскопии для этой цели широко используются оптические методы (рис. 2.4).

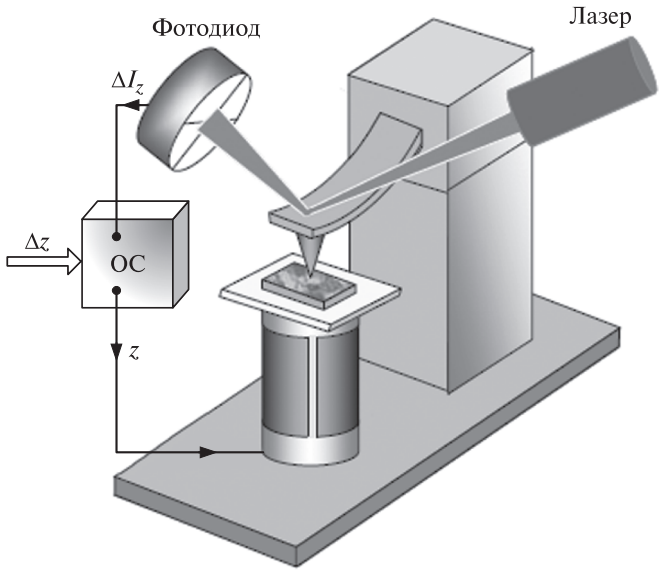


Рис. 2.4. Упрощенная схема АСМ:
Δz — изменение координаты z; ΔI_z — изменение тока фотодиода в зависимости от координаты z; ОС — обратная связь

Атомно-силовой микроскоп состоит из основания и зафиксированной на нем измерительной головки. На измерительной головке расположены держатель зонда с зондом, лазер и фотодиод. В основании прибора расположены сканер с держателем образца, система подвода образца к зонду и система позиционирования образца.

Наряду с отображением рельефа в процессе сканирования могут отображаться и другие характеристики исследуемого образца. Если сканирование проводится в направлении, перпендикулярном продольной оси кантилевера (в латеральном направлении), силы трения вызывают его скручивание. Измеряя это скручивание с помощью четырехсекционного фотодетектора, можно одновременно с отображением рельефа отображать также и распределение сил трения по поверхности образца.

Сила отталкивания F, действующая на зонд, связана с отклонением кантилевера x законом Гука: $F = -kx$, где k — жесткость кантилевера. Значение

жесткости для различных кантилеверов варьируется от 0,01 до нескольких ньютонов на метр.

Процесс построения изображения основан на сканировании зондом поверхности образца и регистрации отклонений кантилевера на фотодиоде (см. рис. 2.4).

По изменению сигнала на фотодиоде можно судить о профиле сканируемой поверхности. При сканировании прямоугольного участка с небольшим шагом смещения зонда или образца можно получить трехмерное изображение поверхности (топографию) с высоким разрешением. Общая схема СЗМ представлена на рис. 2.5.

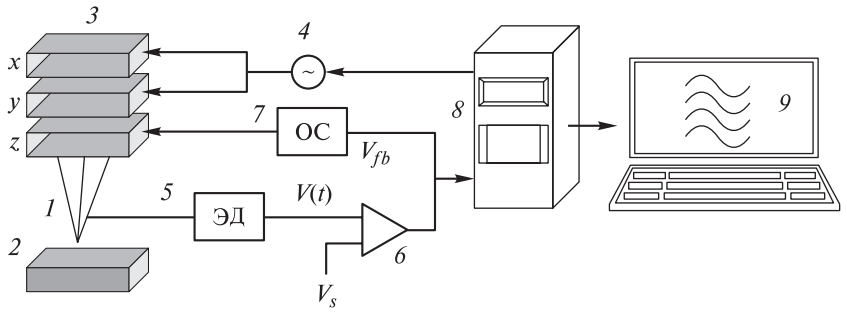


Рис. 2.5. Общая схема СЗМ:

1 — зонд; *2* — образец; *3* — пьезоэлектрические двигатели по осям (*x*, *y*, *z)*; *4* — генератор напряжения развертки на осях *x*, *y* пьезокерамики; *5* — электронный датчик; *6* — компаратор; *7* — электронная цепь ОС; *8* — компьютер; *9* — изображение *z*(*x*, *y*); V_s — заданный уровень сигнала; *V*(*t*) — текущий сигнал в цепи датчика; V_{fb} — корректирующий сигнал

Перемещение исследуемого образца в плоскости *xy* осуществляется с помощью пьезодвигателей. Перемещение зонда в вертикальном направлении осуществляется с помощью шагового и пьезодвигателей. При сканировании в память компьютера записываются параметры перемещений образца и отклонений консоли кантилевера, а также зависимости перемещений образца по оси *z* от изгиба кантилевера.

Лазер и фотодиод представляют собой оптическую систему регистрации отклонения зонда, которое возникает при сканировании поверхности. В настроенной системе луч лазера, отражаясь от кантилевера, попадает на фотодиод. Настройка системы регистрации проводится автоматически, с помощью перемещения держателя зонда и фотодиода шаговыми электродвигателями.

Образец фиксируется на подложке клеем или двусторонним скотчем. В свою очередь подложка с образцом механически фиксируется в держателе образца, который присоединен к сканеру.

Потенциал взаимодействия зонда с поверхностью. Потенциалы сил, действующих на различных расстояниях между образцом и кантилевером, позволяют получить кривую, приведенную на рис. 2.6, характеризующую режимы работы АСМ.

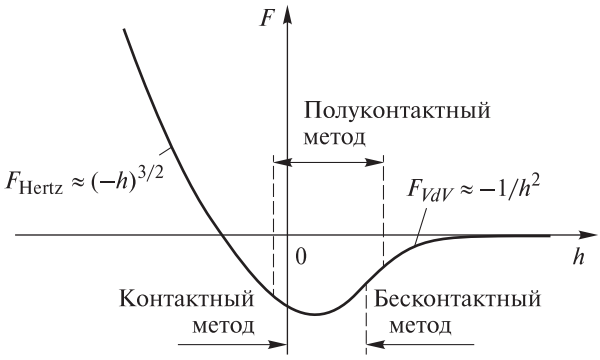


Рис. 2.6. Потенциал сил взаимодействия зонда с образцом

В зависимости от расстояния зонд–образец при сканировании различают три метода работы АСМ (см. рис. 2.6): контактный, бесконтактный, полуконтактный — промежуточный между контактным и бесконтактным.

В контактном методе острие зонда непосредственно соприкасается с поверхностью образца, в процессе сканирования образуются упругие деформации. Для определения усилия контакта решается контактная задача Герца, при этом усилие F_{Hertz} пропорционально глубине h взаимного проникновения. В бесконтактном методе зонд находится достаточно далеко и не касается поверхности. Сила притяжения зонда к поверхности образца F_{VdV} пропорциональна расстоянию h между ними. Полуконтактный метод подразумевает частичный контакт. Для реализации полуконтактного и бесконтактного методов используются модуляционные или колебательные методики.

Каждый метод предназначен для решения определенного ряда задач. Причем некоторые исследования можно проводить различными методиками в разных методах. Это дает исследователю широкие возможности и позволяет работать в том методе, который наиболее удобен и эффективен в условиях эксперимента.

Существует три метода измерения рельефа с помощью АСМ:

– контактная атомно-силовая микроскопия — измерение топографии поверхности в контактном методе;

– бесконтактная атомно-силовая микроскопия — измерение топографии поверхности в бесконтактном методе, основанном на использовании вибрационной методики;

– полуконтактная атомно-силовая микроскопия (или прерывисто-контактная атомно-силовая микроскопия) — в данном случае используется вибрационная методика, при которой колеблющееся острие слегка стучит по поверхности образца.

Экспериментальная часть

Подготовка оборудования к работе. Для выполнения работы используется сканирующий зондовый микроскоп типа NanoEducator (рис. 2.7), подключенный к компьютеру через блок контроллера. Он состоит из измерительной головки, электронного блока, соединительных кабелей и управляющего компьютера. Видеокамера соединяется с компьютером. Сигнал от датчика взаимодействия после преобразования в предусилителе поступает в электронный блок. Управляющие сигналы от электронного блока поступают в измерительную головку. Управление электронным блоком осуществляется от компьютера через контроллер связи (рис. 2.8).

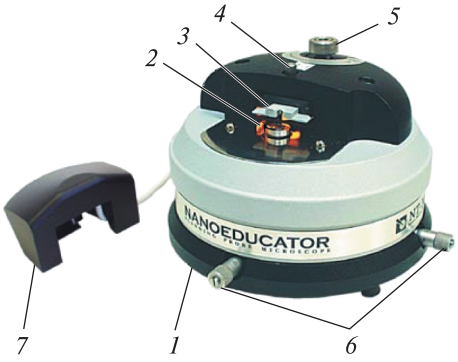


Рис. 2.7. Общий вид измерительной головки СЗМ NanoEducator

1 — основание; *2* — держатель образца; *3* — датчик взаимодействия; *4* — винт фиксации датчика; *5* — винт ручного подвода; *6* — винты перемещения сканера с образцом; *7* — защитная крышка с видеокамерой



Рис. 2.8. Общий вид контроллера СЗМ NanoEducator

Перед включением СЗМ NanoEducator необходимо выполнить следующие действия:

1) проверить соединение двумя кабелями измерительной головки СЗМ с контроллером;

2) проверить подключение контроллера к USB-порту компьютера соединительным кабелем;

3) подключить контроллер кабелем к сети 220 В;

4) проверить подключение видеокамеры, расположенной на крышке измерительной головки к USB-порту компьютера;

5) проверить подключение компьютера к сети 220 В;

6) включить компьютер и дождаться загрузки ОС;

7) включить контроллер нажатием на клавишу включения *POWER*;

8) запустить с рабочего стола компьютера ПО, нажав на иконку NanoEducator, и дождаться его загрузки. После этого система готова к работе.

Порядок выполнения лабораторной работы

Перед выполнением работы необходимо получить у преподавателя или лаборанта образец для исследования и установить его на предметном столике микроскопа. Во избежание поломки иглы зонда его необходимо снять, ослабив винт *4* (см. рис. 2.7), установить образец, затем установить зонд и закрепить его винтом.

1. В левом верхнем углу экрана монитора выбрать уровень пользователя «Продвинутый» (рис. 2.9).

2. Нажать на кнопку «Новый» и выбрать в открывшемся окне рабочий каталог (см. рис. 2.9) и нажать кнопку «OK».

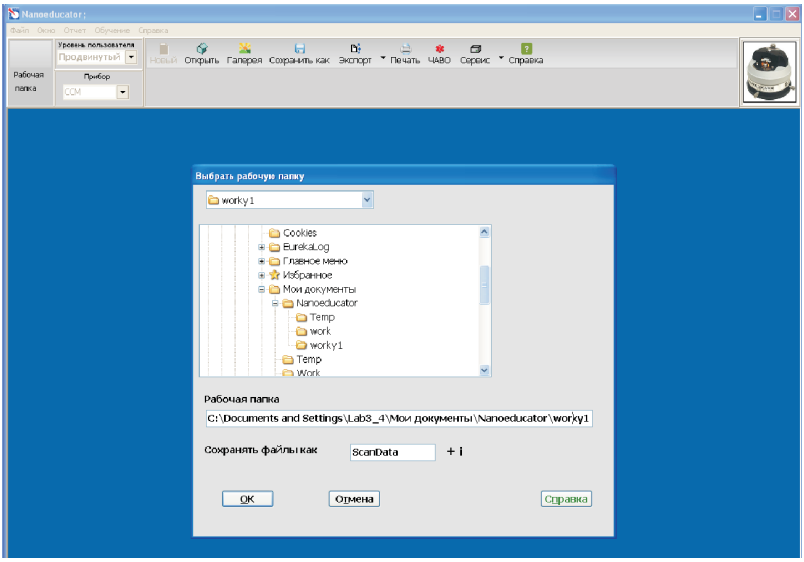


Рис. 2.9. Окно выбора рабочего каталога

3. В верхнем меню появится новый ряд кнопок. Следует нажать на кнопку «Резонанс» (рис. 2.10).

4. В открывшемся окне (см. рис. 2.10) выбрать режим авто и нажать кнопку «Старт», после чего автоматически будет построена АЧХ зонда.

5. Если АЧХ зонда имеет явно выраженный максимум примерно в середине шкалы, как показано на рис. 2.10, то такой зонд можно считать пригодным для проведения эксперимента. Если АЧХ не имеет явно выраженного максимума или он смещен к границе шкалы, то следует изменить

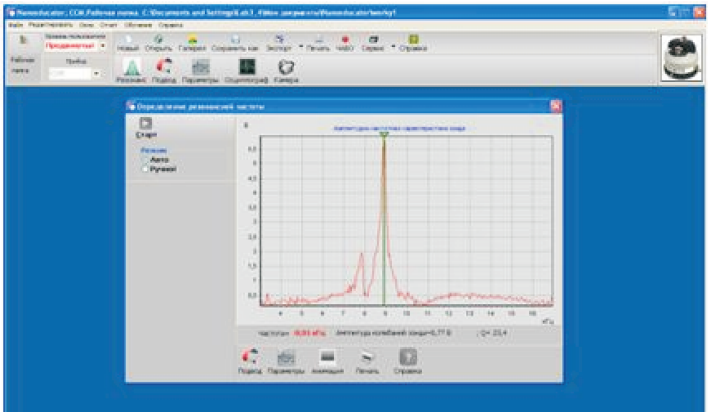


Рис. 2.10. Окно АЧХ зонда

винтом силу прижатия зонда или переустановить его, слегка сместив. Если это не помогает, то следует сменить зонд. После каждой переустановки зонда следует заново проводить измерение АЧХ.

6. При удовлетворительной АЧХ можно переходить к подводу зонда к образцу, нажав на кнопку «Подвод» (см. рис. 2.10), при этом на экране появится экранная форма (рис. 2.11) и автоматически откроется окно для наблюдения за подводом иглы к образцу.

Далее следует нажать кнопку «Параметры» (см. рис. 2.11) и проверить установку следующих параметров в окне сканирования *Scanning*:

– площадь сканирования *Scan Area* (*X* нм × *Y* нм): 5000×5000 нм.

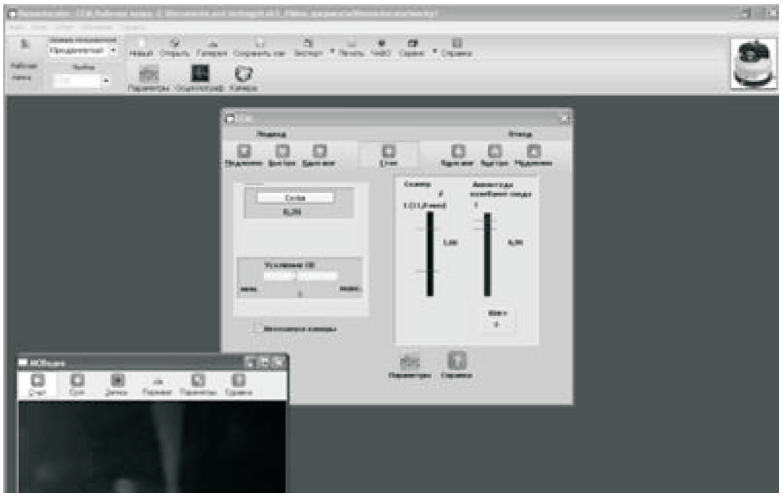


Рис. 2.11. Окно режима подвода/отвода зонда

Количество точек измерений по осям X, Y: $N_X = 300$, $N_Y = 300$:
– скорость сканирования *Velocity* = 3000 нм/с;
– усиление петли обратной связи *Feed Back Loop Gain* = 2;
– в окне *Set Interaction* значение *Amplitude Suppression* 0,10.

После проверки параметров нажать кнопку «Быстро» и наблюдать за параметрами подвода в правой части экрана, где в графическом и численном виде отображаются параметры сканера и амплитуда колебания зонда. Зонд автоматически подводится к образцу и после вхождения зонда в контакт с образцом на экране появляется надпись «Подвод выполнен». Далее следует нажать на кнопку «ОК» и переходить к сканированию.

7. Для запуска сканирования необходимо нажать кнопку «Старт» в левом верхнем углу окна рис. 2.12. После этого начнется автоматическое сканирование зондом поверхности образца и построение поверхности на экране монитора.

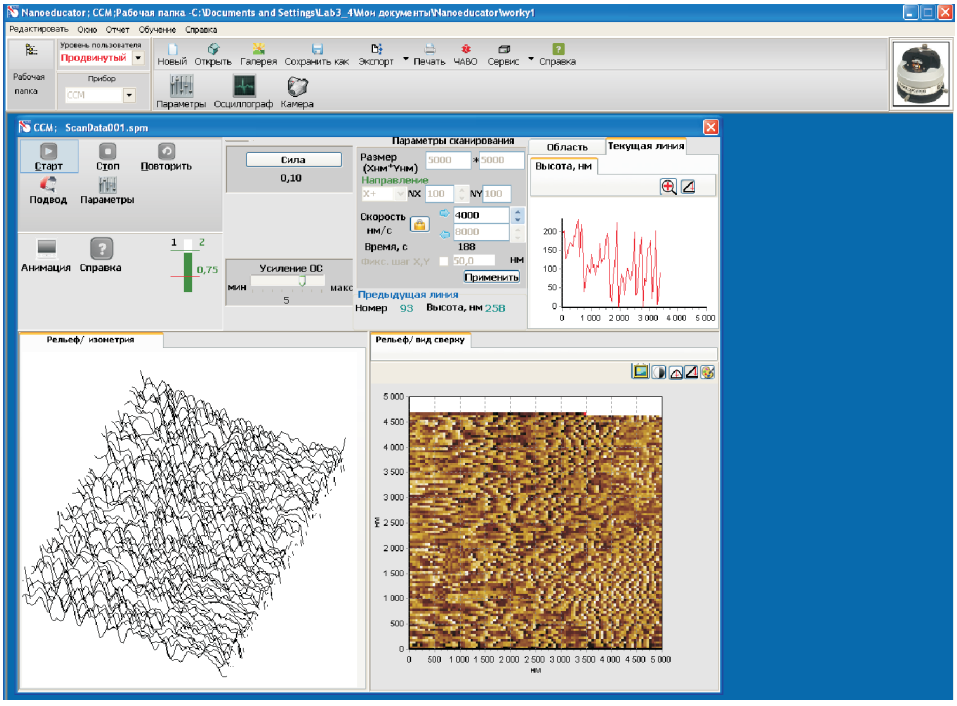


Рис. 2.12. Окно режима сканирования образца

8. Получить изображение поверхности образца на экране компьютера (см. рис. 2.12). Сделать принтскрин или фотографию полученного изображения. В левом нижнем углу экрана отображается рельеф поверхности образца в изометрической проекции, в правой нижнем углу экрана — вид сверху.

9. Оценить характерный размер фрагментов поверхности образца. Отчет по лабораторной работе представить в виде журнала с последующей защитой выполненной и оформленной работы.

Лабораторная работа выполняется в следующей последовательности:

1) получить удовлетворительную АЧХ зонда;

2) осуществить подвод зонда к образцу, после чего проверить выставленные параметры сканирования. В случае появления на экране надписи «Ошибка!!! Ошибка подвода...» в установках параметров увеличить время интегрирования и величину обратной связи. При возникновении затруднений следует обратиться к преподавателю;

3) запустить процесс сканирования зонда по образцу и получить на экране монитора вид поверхности в изометрической проекции и вид сверху;

4) провести оценку размеров наиболее характерных элементов поверхности (ямок и/или выступов);

5) сделать рисунок либо принтскрин или фотографии полученной поверхности.

Завершение лабораторной работы

После завершения сканирования поверхности образца следует отвести зонд от него примерно на 50 шагов и выключить СЗМ, соблюдая следующий порядок:

1) закрыть программное приложение NanoEducator;

2) выключить контроллер нажатием на кнопку *POWER* на передней панели корпуса;

3) завершить работу компьютера стандартным образом через кнопку «Пуск».

Порядок оформления отчета по лабораторной работе

Отчет оформляется в виде журнала лабораторных работ и должен содержать:

1) краткую теоретическую часть;

2) схематическое изображение или фотографию СЗМ NanoEducator с указанием его основных частей;

3) фотографии или эскизы исследуемых образцов;

4) фотографию или эскиз полученного на экране изображения образцов;

5) выводы.

Контрольные вопросы и задания

1. Назовите основные компоненты СЗМ и их назначение.

2. Назовите виды сенсоров и принципы их действия.

3. Объясните понятие пьезоэлектрического эффекта и принцип действия пьезоэлектрического двигателя, опишите различные конструкции сканеров.

4. Опишите общую конструкцию СЗМ.

5. Объясните конструкцию зондового датчика силового взаимодействия СЗМ и принцип его действия.

6. Опишите механизм подвода зонда к образцу в СЗМ, поясните параметры, определяющие силу взаимодействия зонда с образцом.

7. Объясните принцип сканирования и работы системы обратной связи, назовите критерии выбора параметров сканирования.

8. Какие действия следует предпринять при возникновении ошибки подвода зонда?

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 2.
ПОДГОТОВКА И ПРОВЕДЕНИЕ СЗМ-ЭКСПЕРИМЕНТА

Цель лабораторной работы: изучение основ СЗМ, изучение конструкции и принципов работы прибора NanoEducator, получение первого СЗМ-изображения, получение навыков обработки и представления экспериментальных результатов.

Задание по лабораторной работе

1. Изучить на практике общую конструкцию прибора NanoEducator (или другого СЗМ-прибора — по заданию преподавателя), используя руководство пользователя и ресурсы сети Интернет (http://nt-mdt.ru).

2. Изучить базовые принципы работы с программой управления прибором NanoEducator в режиме получения изображения.

3. Получить СЗМ-изображение. Получение изображения выполняется на одном приборе под контролем преподавателя. Рекомендуется использовать в качестве образца тестовую решетку TGX1, поставляемую в комплекте с комплексом NanoEducator. Решетка TGX1 (рис. 2.13) представляет собой массив квадратных колонн на кремниевой подложке. Период решетки 3±0,5 мкм, высота — 0,6 мкм, радиус закругления — менее 10 нм, зона эффективного сканирования 3×3 мм.

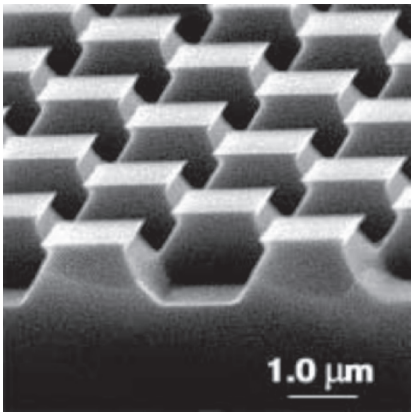


Рис. 2.13. Вид тестовой решетки TGX1

4. Провести обработку полученного изображения. Обработка экспериментальных данных каждым студентом проводится индивидуально.

5. Проанализировать результаты работы, сформулировать краткие выводы по работе, оформить отчет и представить его к защите.

Методические указания по выполнению лабораторной работы

Изучение принципов работы с программой управления прибором NanoEducator в режиме получения изображения. Провести внешний осмотр размещенного на рабочем месте СЗМ комплекса NanoEducator, согласно руководству пользователя комплекса, провести его включение и, если необходимо, первоначальную настройку. Включить управляющий компьютер комплекса и запустить на нем управляющую программу NanoEducator (ярлык которой размещен на рабочем столе). После вызова программы NanoEducator на экране компьютера появляется главное окно (рис. 2.14).

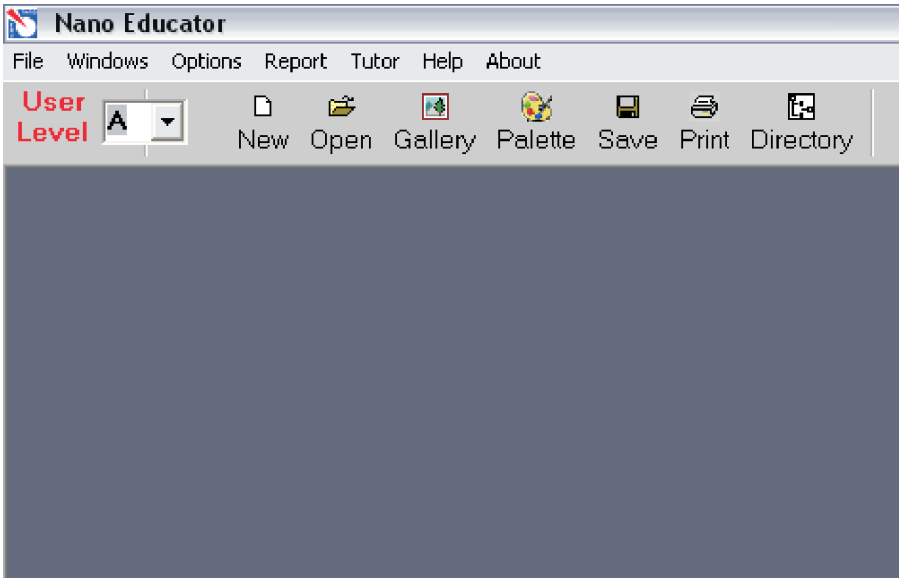


Рис. 2.14. Главное окно программы NanoEducator

Работу следует начать с пункта меню *File* и в нем выбрать *Open* или *New* либо соответствующие им кнопки на панели инструментов. Выбор команды *File* → *New* означает переход к проведению СЗМ-измерений, а выбор команды *File* → *Open* — переход к просмотру и обработке ранее полученных данных. Программа позволяет осуществлять просмотр и обработку данных параллельно с измерениями.

После выполнения команды *File* → *New* на экране появляется окно диалога, которое позволяет выбрать или создать рабочий каталог, в который по умолчанию будут записываться результаты текущего измерения. По умолчанию в этом каталоге создается файл данных текущего измерения с именем ScanData.spm. Если данные последнего проведенного измерения не сохранены, то перед началом нового измерения файл ScanData.spm можно переименовать любым доступным способом.

После закрытия окна диалога на экран выводится панель управления прибором (рис. 2.15). В левой части панели расположены кнопки выбора конфигурации СЗМ:

F – сканирующий силовой микроскоп (ССМ);

T – сканирующий туннельный микроскоп (СТМ).



Рис. 2.15. Панель управления прибором

Подготовка к ССМ-измерениям заключается в выполнении следующих операций.

Установка образца. *Внимание! Перед установкой образца необходимо снять датчик с зондом, чтобы не повредить зонд.*

Предусмотрено два способа крепления образца:

– на магнитном столике (в этом случае образец должен быть прикреплен к металлическому держателю);

– на двусторонней липкой ленте.

Внимание! Для установки образца на двусторонней липкой ленте необходимо вывинтить держатель из стойки (чтобы не повредить сканер), а затем вновь ввинтить его до легкого упора.

В случае магнитного крепления замена образца может проводиться без отвинчивания держателя образца.

Установка зондового датчика. *Внимание! Устанавливать датчик с зондом следует всегда после установки образца.*

Эту операцию рекомендуется выполнять при верхнем положении держателя датчика. Датчик переводится в верхнее положение поворотом винта ручного подвода по ходу часовой стрелки (рис. 2.16).



Рис. 2.16. Установка зондового датчика

Выбрав нужный зондовый датчик (держите датчик за металлические кромки основания) (см. рис. 2.16), ослабьте винт фиксации зондового датчика на крышке измерительной головки, вставьте датчик в гнездо держателя до упора, завинтите винт фиксации по ходу часовой стрелки до легкого упора (см. рис. 2.16).

Выбор места сканирования. Для выбора участка для исследования на образце используйте винты перемещения двухкоординатного столика, расположенного в нижней части прибора.

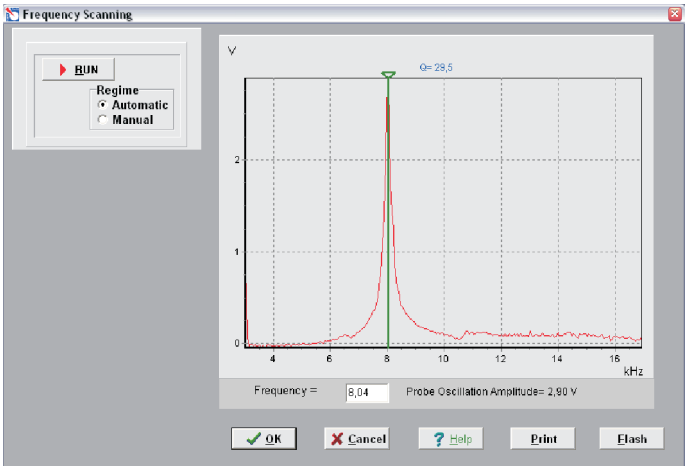
Предварительный подвод зонда к образцу. Операция предварительного подвода не является обязательной для каждого измерения, необходимость ее выполнения зависит от расстояния между образцом и острием зонда. Операцию предварительного сближения рекомендуется проводить, если расстояние между кончиком зонда и поверхностью образца превышает 0,5–1 мм. При использовании автоматизированного подвода зонда к образцу с большого расстояния между ними процесс подвода займет много времени.

Воспользуйтесь винтом ручного подвода для опускания зонда, контролируя расстояние между ним и поверхностью образца визуально (с помощью USB-камеры, вмонтированной в крышку).

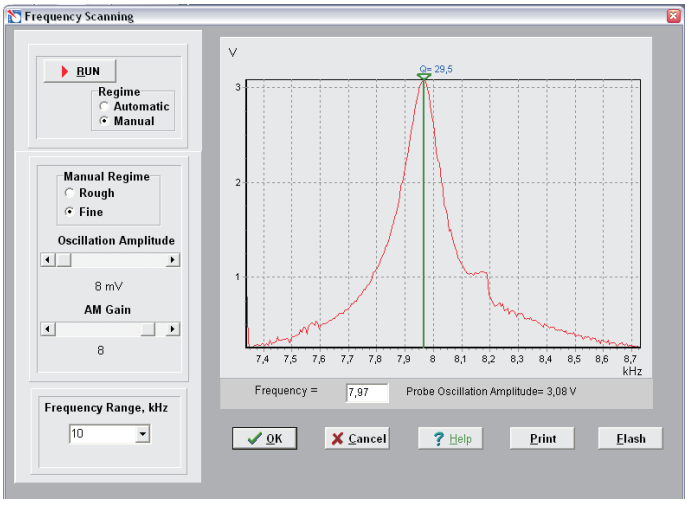
Построение резонансной кривой и установка рабочей частоты. Эта операция обязательно выполняется в начале каждого эксперимента, и пока она не выполнена, переход к дальнейшим этапам измерений заблокирован. Кроме того, в процессе измерений иногда возникают ситуации, требующие повторного выполнения этой операции (например, при потере контакта).

Окно поиска резонанса вызывается командой *Adjust* → *Resonance*. Выполнение этой операции предусматривает измерение амплитуды колебаний зонда при изменении частоты вынужденных колебаний, задаваемых генератором. Для этого необходимо нажать кнопку *Start* (рис. 2.17).

В режиме *Automatic* автоматически устанавливается частота генератора, равная частоте, при которой наблюдалась максимальная амплитуда колебаний зонда. График, демонстрирующий изменение амплитуды колебаний зонда в заданном диапазоне частот (рис. 2.17, *а*), позволяет наблюдать форму резонансного пика. Если резонансный пик недостаточно ярко выражен или амплитуда при частоте резонанса мала (менее 1 В), то необходимо изменить параметры проведения измерений и повторно провести определение резонансной частоты.



а



б

Рис. 2.17. Окно режима поиска резонанса и установки рабочей частоты:

а — автоматический режим; *б* — ручной режим

Для этого предназначен режим *Manual*. При выборе этого режима в окне *Frequency Scanning* появляется дополнительная панель (рис. 2.17, *б*), позволяющая корректировать следующие параметры:

– амплитуду колебаний, задаваемых генератором (*Oscillation Amplitude*). Рекомендуется устанавливать эту величину минимальной (вплоть до нуля) и не более 50 мВ;

– коэффициент усиления амплитуды (*AM Gain*). При недостаточной величине амплитуды колебаний зонда (<1 В) рекомендуется увеличить коэффициент *AM Gain*.

Для начала операции поиска резонанса необходимо нажать кнопку *Start*.

Режим *Manual* позволяет вручную изменять выбранную частоту, передвигая зеленый курсор на графике с помощью мыши, а также уточнить характер изменения амплитуды колебаний в узком диапазоне значений вокруг выбранной частоты (для этого необходимо установить переключатель *Manual Regime* в положение *Fine* и нажать кнопку *Start*).

Захват взаимодействия. Для захвата взаимодействия выполняется процедура контролируемого сближения зонда и образца с помощью механизма автоматизированного подвода.

Окно управления *Landing* этой процедурой вызывается кнопкой 

панели управления прибором. При работе с ССМ эта кнопка становится доступной после выполнения операции поиска и установки резонансной частоты. Окно *Scanning Force Microscopy*, *Landing* (рис. 2.18) содержит элементы управления подводом зонда, а также индикации параметров, которые позволяют анализировать ход выполнения процедуры.

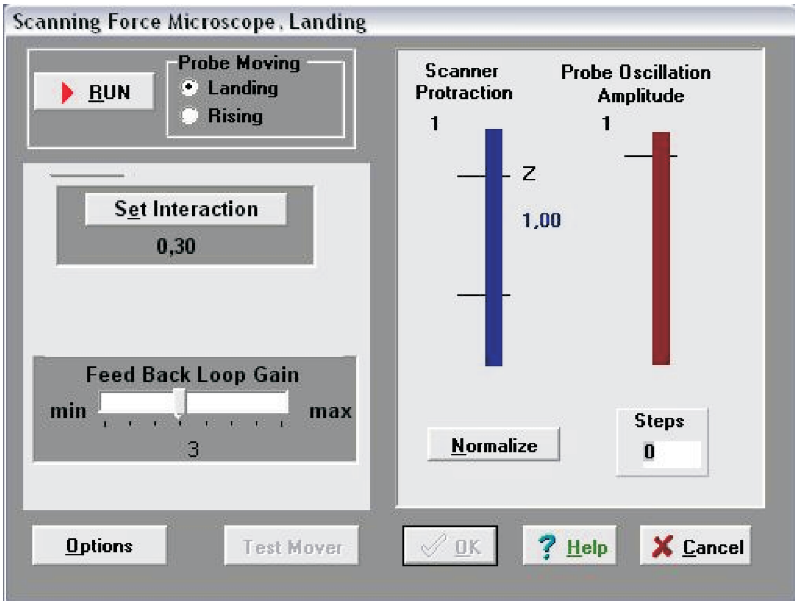


Рис. 2.18. Окно режима захвата взаимодействия

В окне *Landing* пользователь имеет возможность наблюдать за следующими величинами:

– вытянутость сканера (*Scaner Protraction*) по оси *Z* относительно максимально возможной, принятой за единицу. Величина относительного удлинения сканера характеризуется уровнем заполнения левого индикатора цветом, соответствующим зоне, в которой находится сканер в текущий момент: зеленый цвет — рабочая зона, синий — вне рабочей зоны, красный — сканер подошел слишком близко к поверхности образца, что может повлечь деформацию зонда. В последнем случае программа выдает звуковое предупреждение;

– амплитуда колебаний зонда (*Probe Oscillation Amplitude*) относительно амплитуды его колебаний при отсутствии силового взаимодействия, принятой за единицу. Величина относительной амплитуды колебаний зонда показана на правом индикаторе уровнем его заполнения бордовым цветом. Горизонтальная метка на индикаторе *Probe Oscillation Amplitude* указывает на уровень, при переходе через который проводится анализ состояния сканера и его автоматический вывод в рабочее положение;

– число шагов (*Steps*), пройденных в заданном направлении (*Probe Moving*): *Landing* — сближение, *Rising* — удаление.

До начала процесса опускания зонда необходимо следующее.

1. Убедиться, что в элементе *Probe Moving* выбран пункт *Landing* (сближение).

2. Проверить правильность установок параметров сближения: коэффициент усиления в цепи ОС *Feed BackLoop Gain* установлен на значении 3.

Нажать кнопку *Set Interaction* и убедиться, что значение параметра *Amplitude Suppression* в окне *Set Interaction* (рис. 2.19) около 0,3. Нажать кнопку *Normalize*. Мерцание и красный цвет надписи на кнопке напоминают пользователю о необходимости выполнить это действие перед началом подвода.

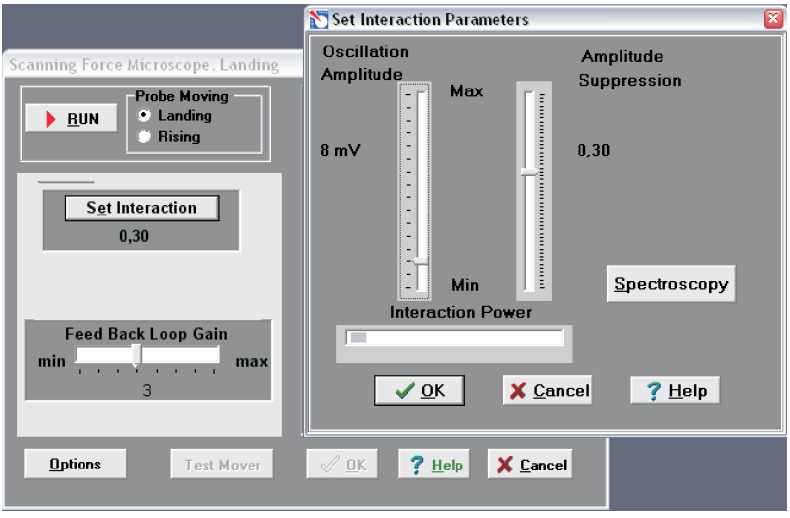


Рис. 2.19. Окно установки значения взаимодействия зонда и образца

Выполнять операцию *Normalize* имеет смысл при отсутствии взаимодействия зонда и образца. После выполнения команды *Normalize* правый индикатор *Probe Oscillation Amplitude* целиком заполняется бордовым цветом. Это означает, что амплитуда колебаний зонда в данный момент принята за единицу.

3. Нажать на кнопку *Start*.

Индикатор *Steps* начинает отсчитывать пройденные шаги. После захвата взаимодействия появляется сообщение «*OK*».

Для вывода зонда из обратной связи и увеличения расстояния между зондом и образцом используется режим отвода зонда (*Probe Moving: Rising*). Для выполнения операции отвода необходимо выбрать направление движения *Probe Moving*: *Rising* и нажать кнопку *Start*.

Сканирование. После выполнения процедуры подвода (*Landing*) и захвата взаимодействия становится доступным сканирование (кнопка SCAN в окне панели управления прибором). Нажав эту кнопку (рис. 2.20), пользователь приступает непосредственно к проведению измерений и получению результатов измерений.

В режиме сканирования необходимо установить параметры сканирования. Эти параметры сгруппированы в правой части верхней панели окна *Scanning*.

В первый раз после запуска программы они устанавливаются по умолчанию:

– площадь сканирования *Scan Area* (*X* нм × *Y* нм): 5000×5000 нм;

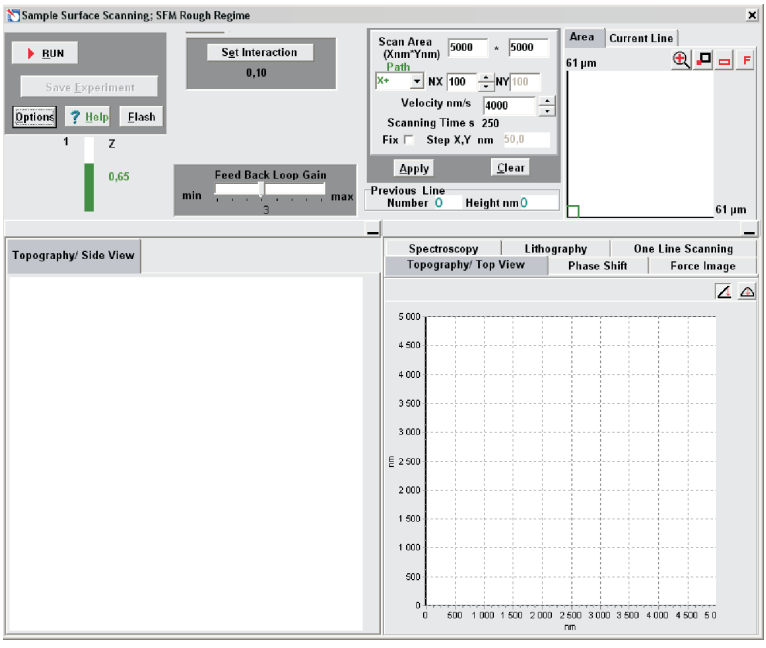


Рис. 2.20. Окно управления процессом и отображения результатов сканирования ССМ

– число точек измерений по осям *X*, *Y*: $N_X = 100$, $N_Y = 100$;

– скорость сканирования *Velocity* = 1000 нм/с.

Путь сканирования *Path* определяет направление сканирования. Программа позволяет выбирать направление оси быстрого сканирования (*X* или *Y*). При запуске программы устанавливается *Path* = *X*+.

После задания параметров сканирования необходимо нажать кнопку *Apply* — для подтверждения ввода параметров и кнопку *Start* — для начала сканирования.

Для сохранения результатов после окончания сканирования необходимо нажать кнопку *Save Experiment* и в появившемся окне диалога выбрать каталог и указать имя файла, при этом файл *ScanData.spm*, который служит временным файлом сохранения данных в процессе проведения измерений, будет переименован в заданное вами имя файла. По умолчанию файл будет сохранен в рабочем каталоге, назначенном перед началом измерений. Если не выполнить операцию сохранения результатов измерений, то данные последнего измерения будут сохранены в файле *ScanData.spm*, и новое измерение их уничтожит.

Проанализируйте полученные результаты, оформите их в виде отчета и сформулируйте основные выводы по работе.

Порядок оформления отчета по лабораторной работе

Отчет оформляется в виде журнала лабораторных работ и должен содержать:

1) краткую теоретическую часть;

2) схематическое изображение или фотографию сканирующего зондового микроскопа NanoEducator с указанием его основных частей;

3) фотографии или эскизы исследуемых образцов;

4) фотографию или эскиз полученного на экране изображения образцов;

5) обработку результатов исследования;

6) выводы.

Контрольные вопросы и задания

1. Назовите основные компоненты СЗМ и их назначение.

2. Назовите виды сенсоров и принципы их действия.

3. Объясните понятие пьезоэлектрического эффекта и принцип действия пьезоэлектрического двигателя. Опишите различные конструкции сканеров.

4. Опишите общую конструкцию прибора NanoEducator.

5. Объясните конструкцию зондового датчика туннельного тока/силового взаимодействия прибора NanoEducator и принцип его действия.

6. Опишите механизм подвода зонда к образцу в приборе NanoEducator. Поясните параметры, определяющие силу взаимодействия зонда с образцом.

7. В чем заключается принцип сканирования и работы системы обратной связи? Назовите критерии выбора параметров сканирования.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 3. ВИЗУАЛИЗАЦИЯ СТРУКТУР С ПОМОЩЬЮ СЗМ

Цель лабораторной работы: получение практических навыков в области обработки и количественного анализа СЗМ-изображений.

Задание по лабораторной работе

1. Выбрать один из предназначенных для проведения работы образцов: образец 1 — дифракционная решетка, покрытая токопроводящей пленкой, образец 2 — пленка золота на кремниевой подложке (тестовый образец TGZ3 (маркировка фирмы НТ-МДТ) или любой другой по выбору преподавателя).

2. Осуществить подбор зонда с наиболее характерной АЧХ (одиночный симметричный максимум) согласно процедуре, представленной в руководстве пользователя комплекса NanoEducator.

3. Получить эталонное СЗМ-изображение. Получение изображения выполняется на одном приборе под контролем преподавателя.

Для образца 1: выполнить визуализацию поверхности образцов с использованием следующих методов: метода постоянной силы, метода отображения фазы, метода постоянного тока.

Для образца 2: выполнить визуализацию поверхности образцов с использованием следующих методов: метода постоянной силы, метода постоянного тока.

4. Провести обработку полученного изображения. Обработка экспериментальных данных каждым студентом проводится индивидуально.

5. Проанализировать результаты работы, сформулировать краткие выводы по работе, оформить отчет и представить его к защите.

Методические указания по выполнению лабораторной работы

Перед выполнением заданий данного практического упражнения необходимо выполнить все работы, предусмотренные лабораторной работой № 2 «Подготовка и проведение СЗМ-эксперимента».

Последовательность действий для визуализации структур с помощью СЗМ:

1. Включить комплекс NanoEducator и запустить управляющую программу аналогично последовательности, отработанной в практической работе № 2, выбрать конфигурацию ССМ (кнопка F).

2. Установить образец 1 и зондовый датчик (в соответствии с указаниями инструкции).

3. Выполнить процедуру предварительного подвода (*Fast Landing*); выполнить процедуру *Resonance*.

4. Выполнить захват взаимодействия *Landing*.

5. Открыть окно сканирования (рис. 2.21), уменьшить значение взаимодействия (*Amplitude Suppression*) до 0,1 с помощью правого ползунка в окне *Interaction* (это окно вызывается нажатием кнопки *Set Interaction* на панели окна *Scanning*).

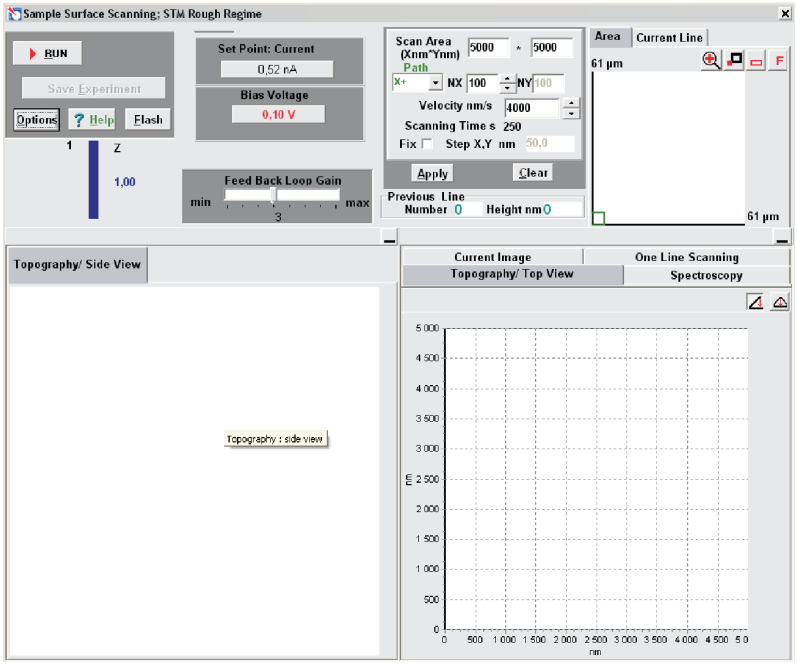


Рис. 2.21. Окно управления параметрами сканирования

6. Убедиться, что взаимодействие не потеряно (значение *Z* на индикаторе значительно не изменилось), и выполнить измерение рельефа пробного участка площадью *Scan Area*: 5000×5000 нм при скорости сканирования *Velocity* = 3000 нм/с.

7. Выбрать область сканирования площадью ~15 000×15 000 нм в левом нижнем углу окна *Area*.

8. Провести сканирование с использованием метода отображения фазы (*Phase Image*) ССМ (после каждого эксперимента обязательно выполнить операцию *Save Experiment*, иначе полученные данные будут утрачены).

9. Закрыть окно сканирования и с помощью приборной панели установить режим СТМ (кнопка Т).

10. Выполнить захват взаимодействия (если это необходимо) (рис. 2.22) при следующих параметрах:

Set point — 0,5 nA;

Integrator delay (в менюOptions) — 1000 ms;

Feed Back Loop Gain — 3;

Bias Voltage — 0,2 V.

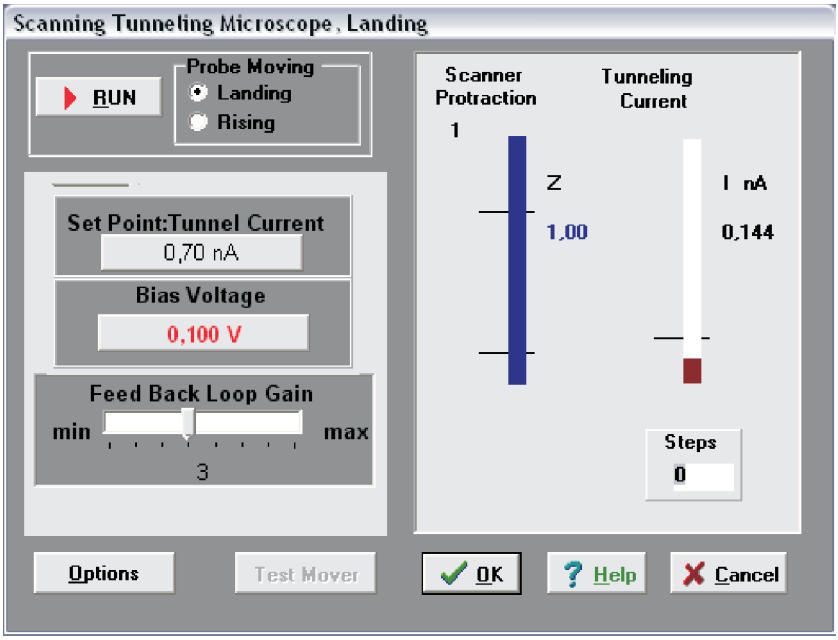


Рис. 2.22. Окно управления параметрами захвата взаимодействия (*Landing*)

11. После захвата взаимодействия для уменьшения шумов установить следующие значения параметров:

Feed Back Loop Gain — 1;

Set Point — 2 nA.

12. Если значение *Z* на индикаторе начнет уменьшаться, необходимо увеличить один из параметров *Feed Back Loop Gain* или *Set Point* до восстановления значения *Z*.

13. Открыть окно сканирования и выполнить измерение рельефа образца 1, не изменяя параметров сканирования (следует сохранять результаты после эксперимента).

14. После окончания эксперимента закрыть окно сканирования и отвести зонд от образца.

15. Установить образец 2 и зондовый датчик (в соответствии с указаниями инструкции) и установить метод СТМ.

16. Выполнить предварительный подвод (*Adjust*).

17. Провести захват взаимодействия *Landing*. После захвата взаимодействия установить первоначальные параметры.

18. Перейти к процедуре сканирования. Для улучшения качества изображения рекомендуется перейти в режим *Fine* (кнопка  на закладке *Area*).

19. Выберите область сканирования площадью ~1000×1000 нм на поле сканирования *Area*. Установить параметры эксперимента: *Velocity* = 1000 нм/с, число точек измерения в линии N_X = 100 (шаг сканирования *Step X*, *Y* при этом будет ~10 нм).

20. Запомнить результат, закрыть окно сканирования.

21. Отменить режим *Fine* (кнопка  на закладке *Area)*, отвести зонд от образца (в режиме *Landing*).

22. Установить конфигурацию ССМ. Последовательно выполнить пункты 4–7.

23. Выполнить измерение рельефа в режиме *Fine* (кнопка  на закладке *Area*).

24. Проанализировать полученные результаты, оформить их в виде отчета и сформулировать основные выводы по работе.

Примечание. В случае плохого качества изображений рекомендуется поменять зонд либо провести его травление.

Порядок оформления отчета по лабораторной работе

Отчет оформляется в виде журнала лабораторных работ и должен содержать:

1) краткую теоретическую часть;

2) схематическое изображение или фотографию сканирующего зондового микроскопа NanoEducator с указанием его основных частей;

3) фотографии или эскизы исследуемых образцов;

4) фотографию или эскиз полученного на экране изображения образцов;

5) обработку результатов исследования;

6) выводы.

Контрольные вопросы и задания

1. Каковы принципы сканирующей зондовой микроскопии?

2. Как устроена система автоматического регулирования СЗМ?

3. Какими факторами определяются быстродействие, точность и стабильность слежения за микрорельефом?

4. Перечислите методы измерений СЗМ.

5. Дайте общую характеристику метода постоянного тока (*Constant Current mode*).

6. Дайте общую характеристику метода постоянной высоты (*Constant Height mode*).

7. Дайте общую характеристику метода отображения работы выхода.

8. Дайте общую характеристику метода $I(z)$-спектроскопии.

9. Дайте общую характеристику метода $I(V)$-спектроскопии (*or Current Imaging Tunneling Spectroscopy*, *CITS*).

10. Дайте общую характеристику метода постоянной силы (*Constant Force mode*).

11. Дайте общую характеристику контактного метода рассогласования (*Contact Error mode*).

12. Дайте общую характеристику микроскопии латеральных сил (*Lateral Force Microscopy*).

13. Дайте общую характеристику метода модуляции силы (*Force Modulation mode*).

14. Дайте общую характеристику отображения силы растекания (*Spreading Resistance Imaging*).

15. Дайте общую характеристику контактной электростатической силовой микроскопии (ЭСМ) (*Contact EFM*).

16. Дайте общую характеристику атомно-силовой акустической микроскопии (АСАМ) (*Atomic-force acoustic microscopy*, *AFAM*).

17. Дайте общую характеристику АСАМ-резонансной спектроскопии (*AFAM Resonance Spectroscopy*).

18. Дайте общую характеристику прерывисто-контактной сканирующей силовой микроскопии.

19. В чем суть прерывисто-контактного метода.

20. Перечислите основные особенности прерывисто-контактного метода рассогласования (*Semicontact Error mode*).

21. В чем состоит суть метода отображения фазы (*Phase Imaging mode*)?

22. Перечислите особенности бесконтактной атомно-силовой микроскопии (*Noncontact AFM*).

23. Назовите многопроходные методики (*Many-pass techniques*). Приведите их сравнительные характеристики.

24. В чем суть статической магнитно-силовой микроскопии (СМСМ) (*DC Magnetic Force Microscopy*, *DC MFM*)?

25. Каковы особенности динамической магнитно-силовой микроскопии (ДМСМ) (*AC Magnetic Force Microscopy*, *AC MFM*)?

26. Дайте общую характеристику электростатической силовой микроскопии (*Electrostatic Force Microscopy*, *EFM*).

27. В чем суть метода зонда Кельвина (*Kelvin Probe Microscopy*)?

28. Укажите особенности сканирующей емкостной микроскопии (СЭМ) (*Scanning Capacitance Microscopy*, *SCM*).

29. В чем суть ближнепольной оптической микроскопии (БОМ)?

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 4. ОБРАБОТКА И КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ АНАЛИЗ СЗМ-ИЗОБРАЖЕНИЙ

Цель лабораторной работы: получение практических навыков в области обработки и количественного анализа СЗМ-изображений.

Задание по лабораторной работе

1. Выбрать один из предназначенных для проведения работы образцов: тестовый образец с периодической структурой или любой другой по выбору преподавателя (тестовый образец TGZ3 (маркировка фирмы НТ-МДТ)).

2. Осуществить подбор зонда с наиболее характерной АЧХ (одиночный симметричный максимум) согласно процедуре, представленной в руководстве пользователя комплекса NanoEducator.

3. Получить эталонное СЗМ-изображение. Получение изображения выполняется на одном приборе под контролем преподавателя.

4. Провести обработку полученного изображения. Обработка экспериментальных данных каждым студентом проводится индивидуально.

Выполнить фильтрацию изображения.

Измерить и сравнить параметры шероховатости изображений до и после фильтрации.

Построить Фурье-спектр изображения и измерить значения преобладающих пространственных частот спектра, сравнить соответствующие этим частотам периоды повторения элементов изображения с интервалами, полученными при измерениях на изображении. Определить углы между направлениями на изображении двумя способами и сравнить результаты.

5. Проанализировать результаты работы, сформулировать краткие выводы по работе, оформить отчет и представить его к защите.

Методические указания по выполнению лабораторной работы

Перед выполнением заданий данного практического упражнения необходимо выполнить все работы, предусмотренные практической работой № 2 «Подготовка и проведение СЗМ-эксперимента» и № 3 «Визуализация структур с помощью СЗМ».

Включить комплекс NanoEducator и перейти в управляющей программе к режиму: просмотр и обработка данных из файла.

Открыть файл, с которым будет проводиться работа, провести контрольное сечение изображения (например, имеющийся файл сканирования тестовой решетки TGX1, см. рис. 2.13).

Определить характер имеющихся искажений и провести необходимую обработку и фильтрацию данных с помощью методов, доступных в программе (вычитание плоскости, кривой второго порядка, медианная фильтрация, устранение перепадов высот и т. п.).

Провести контрольные сечения файла после обработки и сравнить с сечением исходного изображения.

Вызвать окно *Image Analysis* (рис. 2.23) при активном окне обработанного изображения. Изучить и описать гистограмму изображения (*Roughness* → *Image Histogram*). Зафиксировать значения средней и среднеквадратичной шероховатости.

Открыть закладку *Fourier Spectrum* (рис. 2.24, 2.25). Определить по характеру спектра, имеются ли на изображении периодические структуры. Если имеются, то измерить значения преобладающих частот (переход в режим измерения частот осуществляется нажатием кнопки *Freq*), указав на них на изображении фурье-образа с помощью левой кнопки мыши. Сравнить периодичность изображений, измеренную с помощью инструмента «линейка»  , расположенного над исходным изображением, с результатами, полученными с помощью фурье-образа. Измерить значения углов между направлениями (инструмент ) по изображению фурье-образа и сравнить

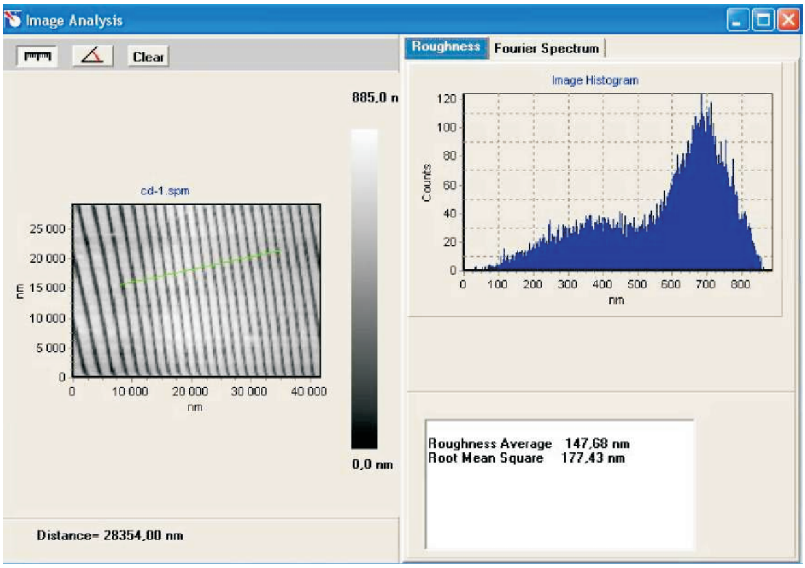


Рис. 2.23. Окно анализа изображений. Выполнение анализа свойств поверхности изображения

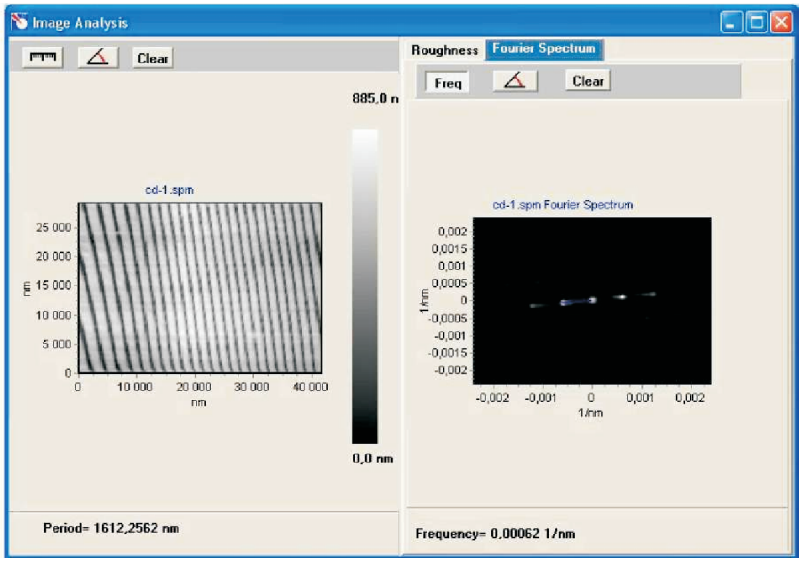


Рис. 2.24. Окно анализа изображений. Выполнение анализа свойств поверхности изображений

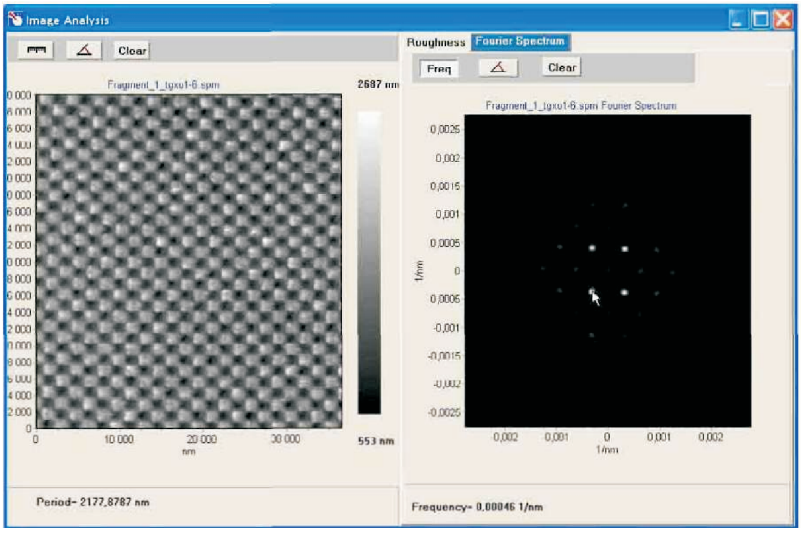


Рис. 2.25. Пример анализа двухмерного периодического изображения с помощью фурье-спектра

со значениями углов между соответствующими сечениями исследуемого изображения.

В результате обработки фурье-спектра можно сделать вывод о наличии периодичности структуры, ее ориентации относительно осей исходного изображения, а также о значениях преобладающих частот в периодичности структуры на анализируемом изображении.

Порядок оформления отчета по лабораторной работе

Отчет оформляется в виде журнала лабораторных работ и должен содержать:

1) краткую теоретическую часть;

2) схематическое изображение или фотографию сканирующего зондового микроскопа NanoEducator с указанием его основных частей;

3) фотографии или эскизы исследуемых образцов;

4) фотографию или эскиз полученного на экране изображения образцов;

5) обработку результатов исследования;

6) выводы.

Контрольные вопросы и задания

1. Какие типы искажений характерны для СЗМ-изображений и в результате чего они возникают?

2. Каковы основные методы фильтрации СЗМ-изображений?

3. Назовите некоторые методы определения количественных характеристик изображений.

4. Для каких изображений следует воспользоваться частотным представлением?

5. Какую информацию об изображении можно получить по его фурье-образу?

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 5. ИЗГОТОВЛЕНИЕ ЗОНДОВ И ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ ИХ ХАРАКТЕРИСТИК НА РЕЗУЛЬТАТЫ СКАНИРОВАНИЯ

Цель лабораторной работы: получение практических навыков в области обработки и количественного анализа СЗМ-изображений.

Задание по лабораторной работе

1. Выбрать один из предназначенных для проведения работы образцов: тестовый образец с периодической структурой или любой другой по выбору преподавателя (тестовый образец TGZ3 (маркировка фирмы НТ-МДТ)).

2. Осуществить подбор зонда с наиболее характерной АЧХ (одиночный симметричный максимум) согласно процедуре, представленной в руководстве пользователя комплекса NanoEducator.

3. Получить эталонное СЗМ-изображение. Получение изображения выполняется на одном приборе под контролем преподавателя (допускается использовать изображения, полученные в работах № 1–3).

4. Изготовить зонды. Провести обработку полученного изображения. Обработка экспериментальных данных каждым студентом проводится индивидуально. Провести исследование влияния характеристик зондов на результаты сканирования.

5. Проанализировать результаты работы, сформулировать краткие выводы по работе, оформить отчет и представить его к защите.

Методические указания по выполнению лабораторной работы

Перед выполнением заданий данного практического упражнения необходимо выполнить все работы, предусмотренные практической работой № 2 «Подготовка и проведение СЗМ-эксперимента» и № 3 «Визуализация структур с помощью СЗМ».

Изготовление (перезаточка) зонда. Для изготовления нового зонда взять универсальный датчик взаимодействия с имеющимся в нем острием, которое представляет собой электрохимически заточенную вольфрамовую иглу, затупленную в процессе эксплуатации.

Подключить устройство травления игл (УТИ) к адаптеру, входящему в комплект поставки, подключить адаптер к электрической сети 220 В.

Убедиться, что режим травления выключен (не горит красная лампочка на выключателе).

Повернуть кольцо *2* в сторону от держателя *6* на установке УТИ (рис. 2.26).

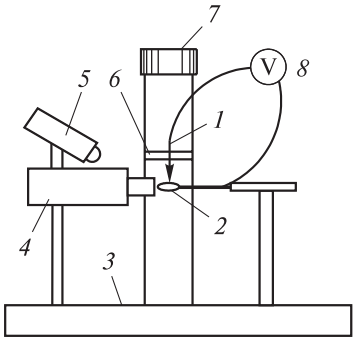


Рис. 2.26. Обобщенная схема УТИ:

1 — универсальный датчик взаимодействия (стрелкой показана вольфрамовая проволока–игла (заготовка) и направление заточки); *2* — кольцо для травления; *3* — основание прибора с кнопкой выключателя; *4* — оптический микроскоп; *5* — лампа подсветки; *6* — планка держателя универсального датчика взаимодействия; *7* — головка винта перемещения планки держателя; *8* — изображение схемы приложения напряжения

Вставить датчик с заготовкой для нового зонда в держатель.

Установить держатель с датчиком в такое положение, чтобы заготовка находилась в вертикальном положении.

Поднять винтом держатель с датчиком в верхнее положение так, чтобы конец заготовки был выше кольца.

Повернуть кольцо так, чтобы оно оказалось под заготовкой.

Отрегулировать положение оптического микроскопа *4* так, чтобы кольцо было в фокусе микроскопа

Повернуть кольцо в прежнее положение и навесить на него каплю 5%-ного раствора КОН из чашки Петри. Прикоснуться поверхностью жидкости к кольцу и опустить чашку вниз. На кольце образуется капля раствора.

Снова повернуть кольцо под проволоку *1* и опустить проволоку в каплю. При этом она полностью проколет каплю щелочи.

Установить зазор между каплей и нижней поверхностью датчика приблизительно 2...5 мм. При этом длина будущей иглы составит около 5...7 мм.

Включить процесс травления выключателем. При этом загорится лампочка на выключателе и жидкость начнет «кипеть».

Наблюдая за процессом травления в микроскоп, периодически следует выключать травление выключателем и наблюдать за утоньшением вольфрамовой проволоки внутри капли.

По мере травления толщина перетравливаемой области становится настолько малой, что происходит разрыв заготовки за счет массы нижней части. При этом нижняя часть падает, что автоматически разрывает электрическую цепь и останавливает процесс травления. Необходимо внимательно следить за процессом травления и немедленно выключать выключатель после падения нижней части заготовки.

Поднять держатель с датчиком с помощью винта.

Вынуть датчик с готовым зондом из держателя.

Промыть кончик зонда водой и просушить его.

Вставить датчик в физический узел и проверить наличие резонансного пика согласно инструкции по работе с СЗМ. Если пик имеет недостаточную амплитуду, повторно просушить зонд, так как остатки влаги могут электрически шунтировать электроды пьезоэлемента.

Если травление больше не осуществляется, снять кольцо со щелочью и промыть его водой.

Отключить УТИ от электрической сети.

Измерение резонансной частоты сканера. Прибор NanoEducator оснащен трехкоординатным микродвижителем на основе пьезокерамики, который также называют пьезосканером или просто сканером. С помощью сканера образец в процессе сканирования может перемещаться в горизонтальной плоскости *XY*, а также по вертикальной оси *Z*. Для измерения его (собственной) резонансной частоты необходимо выполнять следующие действия.

Закрыть программу NanoEducator и выключить электронный блок.

Вынуть зондовый датчик из гнезда измерительной головки, если он установлен. Снять образец, если он установлен на держателе.

Отсоединить от головки кабель, по которому подаются управляющие сканером напряжения от блока управления к измерительной головке.

Присоединить вместо него специальный переходной кабель к разъему измерительной головки. Второй конец кабеля со вставкой поместить в гнездо вместо датчика взаимодействия. Этот кабель предназначен для подведения напряжения развертки с генератора для измерения АЧХ сканера, подобно тому как это осуществляется при измерении АЧХ зондового датчика. Схема измерения АЧХ сканера показана на рис. 2.27. На пьезоэлемент *Z* сканера подается напряжение с генератора. Механические колебания приводят к возникновению электрических зарядов на пьезоэлементе оси *X* сканера, этот сигнал усиливается и поступает в измерительную схему.

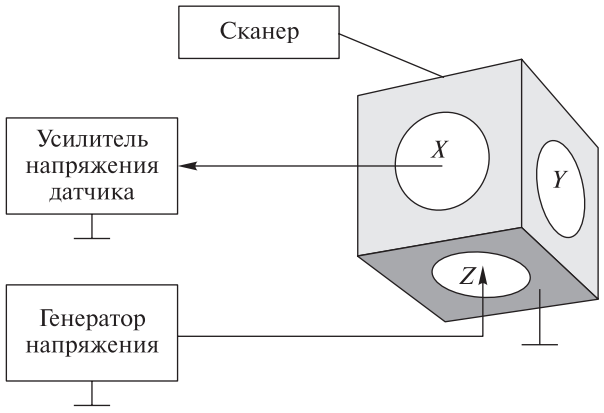


Рис. 2.27. Схема измерения АЧХ сканера

Включить электронный блок и запустить управляющую программу прибора NanoEducator. Выбрать режим CCM.

Нажать на панели инструментов кнопку *Adjust*, затем кнопку *Resonance*. Войти в режим *Manual*. Нажать кнопку *Start*. В результате проводится измерение АЧХ колебаний, возникающих в сканере, подобно тому как это происходит в датчике силового взаимодействия.

Определить по полученной АЧХ пик, соответствующий сканеру. Изменять значение возбуждающего напряжения с генератора, при этом должна изменяться высота резонансного пика сканера. Если этого не происходит, то следует поискать пик, соответствующий резонансному колебанию сканера, в другом частотном интервале. По умолчанию измерение амплитуды колебаний происходит в интервале частот 3...17 кГц (при установленном переключателе *Frequency Range* в положении 10). На графиках зависимости амплитуды колебаний от частоты при положениях переключателя *Frequency Range* на значениях 2 и 50 провести измерения АЧХ. Сохранить АЧХ в том частотном интервале, в котором присутствует резонансный пик колебаний сканера.

Исследовать влияние массы образца на резонансную частоту сканера, на котором он установлен. Для этого установить на держатель образец массой более 1 г (например, монету). Масса монет достоинством в 10 копеек — 2,0 г, 5 копеек — 2,5 г, 50 копеек — 2,9 г, 1 рубль — 3,3 г, 2 рубля — 5,2 г.

Повторить измерение резонансной частоты сканера с грузом. Вследствие увеличения массы колебательной системы резонансный пик сканера может сместиться в другой частотный интервал, однако форма максимума не изменится. Сохранить АЧХ в том частотном интервале, в котором присутствует резонансный пик колебаний сканера. Сравнить полученные результаты.

Закрыть программу NanoEducator и выключить электронный блок.

Отсоединить переходный кабель от гнезда датчика взаимодействия и от разъема измерительной головки. Подсоединить вместо него кабель, по которому подается напряжение на сканер от электронного блока.

Определение нелинейности сканера по тестовой решетке TGX1. Нелинейность сканера — один из видов искажений, которые влияют на конечное изображение поверхности сканируемого образца. Такая нелинейность обусловлена нелинейностью пьезокерамики, которая является основой трехкоординатного микродвижителя сканера, т. е. различным поведением пьезокерамики при подаче линейных управляющих напряжений. Нелинейность проявляется в виде геометрических искажений конечного изображения. Порядок определения нелинейности сканера следующий.

Установить на держатель образца тестовую решетку TGX1. Установить в гнездо измерительной головки зондовый датчик.

Запустить управляющую программу прибора NanoEducator. Выбрать режим CCM.

Осуществить сближение зонда с образцом с помощью винта ручного подвода до расстояния примерно 1 мм.

Осуществить захват взаимодействия при значениях:

Amplitude Suppression = 0,3;

Feed Back Loop Gain = 3.

Открыть окно сканирования. Задать необходимые параметры сканирования, исходя из предварительных сведений об исследуемом образце.

Получить СЗМ-изображение поверхности образца. Сохранить полученные результаты.

Повторить измерение топографии, передвинув выбранное поле сканирования (при нажатой правой кнопке мыши) на другой участок доступной области сканирования *Area*. При резком переходе в другую область или изменении размеров области сканирования наблюдается характерный «загиб» картинки, связанный с ползучестью пьезокерамики сканера. Подождать около 2 мин, пока результаты сканирования не станут воспроизводиться с минимальными искажениями, после чего перезапустить сканирование. Сохранить полученное изображение.

Определить для полученных изображений точность калибровки сканера по осям X, Y и Z как отклонение периода и высоты элементов тестовой решетки от их номинальных значений.

Определить для полученных изображений нелинейность сканера как отклонение в процентах периода дифракционной решетки, измеренных по первому и последнему периоду на линиях вдоль оси X (оси быстрого сканирования) и оси Y.

Оценить для полученных изображений отклонение угла квадратов решетки от 90°.

Исследование термодрейфа. Одной из важных проблем СЗМ является задача стабилизации положения зонда над поверхностью исследуемого образца. Главным источником нестабильности положения зонда является изменение температуры окружающей среды или разогрев элементов конструкции зондового микроскопа во время его работы. Изменение температуры твердого тела приводит к возникновению термоупругих деформаций:

$$u_{ik} = \alpha_{ik} \Delta T,$$

где u_{ik} — тензор деформаций; α_{ik} — тензор температурных коэффициентов линейного расширения (ТКЛР) материала; ΔT — приращение температуры. Для изотропных материалов ТКЛР — скалярная величина, так что

$$\alpha_{ik} = \alpha\delta_{ik},$$

где α — абсолютное значение ТКЛР коэффициента теплового расширения; δ_{ik} — единичный тензор Кронекера.

Абсолютное удлинение элементов конструкции микроскопа может быть оценено исходя из следующих соотношений:

$$u = \frac{\Delta l}{l_0} = \alpha\Delta T;$$

$$\Delta l = l_0 \, \alpha\Delta T,$$

где Δl — абсолютное удлинение элемента конструкции; l_0 — начальная длина элемента конструкции при начальной температуре.

Типичные значения ТКЛР материалов составляют $10^{-5}...10^{-6}$ град$^{-1}$. Таким образом, при нагреве тела длиной 10 см на 1 °С его длина становится больше на величину порядка 1 мкм. Такие деформации весьма существенно влияют на работу зондовых микроскопов. Для уменьшения термодрейфа применяют термостатирование измерительных головок СЗМ или вводят в конструкцию головок термокомпенсирующие элементы. Идея термокомпенсации заключается в следующем. Любую конструкцию СЗМ можно представить в виде набора элементов с различными ТКЛР (рис. 2.28).

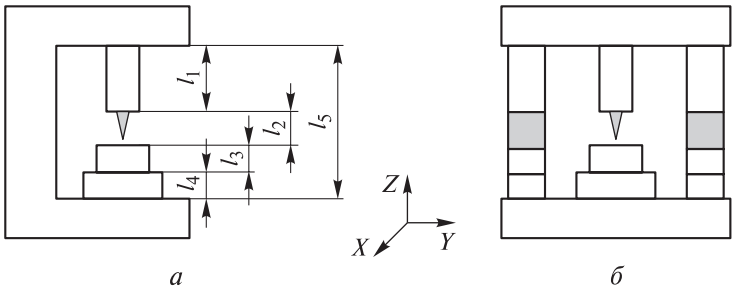


Рис. 2.28. Схема компенсации термодрейфов (разными цветами показаны зоны конструкции с разными ТКЛР):
а — вид сбоку (l_1, l_3, l_4, l_5 — размеры элементов конструкции микроскопа; l_2 — расстояние между зондодержателем и образцом); *б* — вид спереди

Для исследования термодрейфа необходимо выполнить следующие действия.

Не выходя из обратной связи, получить СЗМ-изображение на горизонтальном участке тестовой решетки TGX1 на площади не более 1 мкм^2. Сохранить полученное изображение и зафиксировать время получения картинки. Отметить на изображении характерную особенность, по сдвигу которой на повторном скане можно будет определить значение термодрейфа.

Повторить сканирование через несколько минут, не изменяя параметров сканирования. Сохранить полученное изображение и зафиксировать время получения картинки.

Найти на повторном скане отмеченную характерную особенность. Сравнивая координаты одного и того же места на образце, полученные через разные промежутки времени, определить скорость взаимного дрейфа зонда и образца по осям X и Y (нм/с).

Оценить возможное значение термодрейфа теоретически при изменении температуры, произошедшем за время эксперимента. Сравнить вычисленные результаты с экспериментальными.

Определение формы зонда по тестовой решетке TGT1. Установить на держатель образца исследуемый образец — тестовую решетку TGT1.

Установить зондовый датчик в гнездо измерительной головки прибора NanoEducator. Лишь слегка затянуть прижимающий винт.

Запустить управляющую программу прибора NanoEducator. Выбрать режим CCM.

Провести настройку датчика на резонанс. Рекомендуется устанавливать амплитуду, задаваемую генератором, минимальной (вплоть до нуля) и не более 50 ммВ. При недостаточном значении амплитуды ответных колебаний зонда (<1 В) рекомендуется увеличить коэффициент *AM Gain*.

Если резонансная кривая имеет несколько пиков, следует уменьшить амплитуду дополнительных пиков, подбирая степень прижатия датчика винтом фиксации.

Осуществить сближение зонда с образцом с помощью винта ручного подвода до расстояния примерно 1 мм.

Войти в меню *Landing*. Увеличить в окне *Options* значение *Integrator delay* (время, необходимое для вытягивания сканера на полный диапазон при включении следящей системы) до 1000 мс, что позволит осторожно осуществлять сближение. Установить значение *Amplitude Suppresion* равным приблизительно 0,2. Эта предосторожность необходима в случае захвата взаимодействия на вершине или склоне иглы на тестовом объекте, где работа следящей системы может быть неустойчивой.

Осуществить сближение, нажав кнопку *Start*. После захвата взаимодействия (появится надпись *OK*) уменьшить взаимодействие до значения 0,1. Убедиться, что значение *Z* не уменьшается.

Открыть окно сканирования, нажав в меню кнопку *Scan*. Задать необходимые параметры сканирования. Для тестового образца TGT1 скорость сканирования рекомендуется установить не более 1000 нм/с, шаг сканирования — меньше, чем ожидаемое значение радиуса закругления кончика зонда (<100 нм).

Получить топографию поверхности образца. Сохранить полученное СЗМ-изображение.

Отвести зонд от поверхности образца сначала в автоматическом режиме *Rising*, а затем вручную на безопасное расстояние.

Вынуть датчик с зондом из гнезда измерительной головки прибора NanoEducator.

Электрохимическая перезаточка зонда и повторное определение формы зонда по тестовой решетке TGT1. Выполнить электрохимическую перезаточку или изготовление нового зонда в соответствии с описанной выше методикой.

После перезаточки или изготовления нового зонда провести повторное определение формы зонда по тестовой решетке TGT1.

Построить на одном графике профили линий через вершинку зонда до и после перезаточки. Сравнить полученные результаты.

Оценить разрешение при сканировании зондом ступеньки высотой 10, 100 и 300 нм как расстояния между реальной и кажущейся точкой контакта зонда и ступеньки, которое пропорционально диаметру зонда на высоте ступеньки.

Порядок оформления отчета по лабораторной работе

Отчет оформляется в виде журнала лабораторных работ и должен содержать:

1) краткую теоретическую часть;

2) схематическое изображение или фотографию сканирующего зондового микроскопа NanoEducator с указанием его основных частей;

3) фотографии или эскизы исследуемых образцов и зондов;

4) фотографию или эскиз устройства для травления игл с указанием основных частей;

5) фотографию или эскиз АЧХ зонда;

6) обработку результатов исследования по влиянию характеристик зондов на результаты сканирования;

7) выводы.

Контрольные вопросы и задания

1. Что такое прямой и обратный пьезоэффект?

2. Объясните понятие пьезоэлектрического эффекта на примере кварца и принцип действия пьезоэлектрического двигателя.

3. Объясните возможные артефакты, вносимые пьезокерамикой: нелинейность, гистерезис, ползучесть, температурный дрейф. Каковы способы борьбы с ними?

4. Приведите примеры видов СЗМ-сканеров.

5. Назовите виды искажений, вносимые сканерами в СЗМ-изображение.

6. Перечислите основные виды зондов, используемых в СЗМ, и способы их изготовления.

7. Опишите «идеальный» СЗМ-зонд.

8. Какие искажения способны вызвать зонды при отображении различных поверхностных особенностей?

9. Опишите устройство для изготовления СЗМ-зондов для прибора NanoEducator.

10. Опишите метод электрохимического травления.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 6. СВЕТОВАЯ МИКРОСКОПИЯ: ЭЛЛИПСОМЕТРИЯ

Цель лабораторной работы: получение практических навыков в области подготовки и исследования оптических параметров и толщин оптически прозрачных и полупрозрачных слоев многослойных структур на двухканальном эллипсометре «Эльф» (www.nanotech.ru).

Задание по лабораторной работе

1. Изучить устройство эллипсометра «Эльф» [41]. Выбрать один из предназначенных для проведения работы образцов: один из образцов по выбору преподавателя.
2. Изучить технические характеристики и принцип работы эллипсометра «Эльф».
3. Освоить основы работы с программным обеспечением эллипсометра.
4. Проверить настройку эллипсометра. Провести калибровку.
5. Провести спектральное исследование выбранного образца.
6. Провести обработку результатов исследований и построить эллипсометрическую модель.

Методические указания по выполнению лабораторной работы

Устройство эллипсометра. Спектральный эллипсометр «Эльф» [41] состоит из малогабаритного дифракционного монохроматора, управляемого компьютером с помощью шагового двигателя, блока питания, оптико-механической части эллипсометра и электронной системы управления, сопряжения и регистрации эллипсометрических параметров с комплектом программного обеспечения на языке *Visual C*.

Технические характеристики

Спектральный диапазон длин волн — 380...1050 нм.

Спектральное разрешение — 2,5...4,0 нм (в зависимости от установленной входной щели монохроматора).

Воспроизводимость и стабильность при измерении:

• эллипсометрических параметров Ψ и Δ без микроприставки в диапазоне длин волн 400...1000 нм — не ниже 0,01°;

• толщины — не ниже 0,1 нм*;

• показателя преломления — 0,005*.

Диапазон устанавливаемых углов падения — 45...90° с интервалом 2,5°.

Диапазон измеряемых толщин — 0,1 нм...5 мкм*.

Диаметр светового луча — 3 мм (200 мкм с микроприставкой).

Типичное время измерения на одной длине волны — 0,5...2,0 с.

Дискретность измерений — до 400 точек на спектр.

Принцип работы. Излучение от осветителя, содержащего галогенную лампу и сферическое зеркало, поступает на входную щель монохроматора. Длина волны на выходе монохроматора устанавливается с помощью шагового двигателя, управляемого компьютером. Монохроматический свет с выхода монохроматора поступает через волоконный кабель на блок поляризатора. Блок поляризатора содержит расположенные по ходу пучка сферическое зеркало с фокусным расстоянием 100 мм, плоские зеркала, клин из кальцита. Ортогонально поляризованные пучки сферическим зеркалом фокусируются в плоскости диска обтюратора и сферическим зеркалом сводятся (совмещаются) на клин, который снова совмещает ортогонально поляризованные пучки с первоначальным направлением пучка излучения. Клин, сферические зеркала и обтюратор с шаговым микродвигателем, управляемым от ПК, составляют переключатель состояния поляризации (ПСП). Диск обтюратора прерывает ортогонально поляризованные пучки. В отраженных от клина лучах установлен опорный фотодиод, измеряющий падающую на поляризатор интенсивность света.

После поляризатора установлен ахроматический компенсатор, содержащий ромб Френеля из плавленого кварца (угол при вершине 54°) и два плоских зеркала, расположенных под углом 15° к падающему на них излучению. Компенсатор устанавливается на пути луча с помощью штыря, который необходимо вдвинуть внутрь до упора. Для отключения компенсатора штырь следует выдвинуть на себя до упора.

Основной пучок излучения после компенсатора падает на исследуемый образец. Отраженное от образца излучение поступает на блок анализатора, который содержит клин из кальцита, аналогичный клину в поляризаторе. После прохождения клина два луча с ортогональной поляризацией после отражения от сферических зеркал поступают на два фотодиода. Сигналы с фотодиодов поступают на схему управляемых интеграторов и далее через разъем — на блок сопряжения для оцифровки 18-разрядным АЦП. Каждый из двух лучей, выходящих из поляризатора, расщепляется на два в анализаторе. Таким образом, измеряются четыре сигнала, а также фон на каждом фотодиоде при перекрытом обтюратором луче в поляризаторе. Фон вычитается из сигналов, поэтому измеряемые величины не зависят от постоянной интенсивности фона. Но поскольку сигналы и фон измеряются в разное

* Цифры приведены для тестовой системы SiO_2/Si.

время, изменяющийся в процессе измерения фон может исказить результат или добавить шумы.

Азимуты ПСП устанавливаются с помощью лимбов. Более точные значения азимутов поляризатора и анализатора измеряются с помощью калибровок.

В эллипсометрии измеряется относительный фазовый сдвиг двух ортогонально поляризованных компонент и их относительное изменение при взаимодействии пучка с образцом. Для эллипсометрии с конфигурацией поляризатор–образец–анализатор интенсивность света на фотодетекторе определяется по формуле

$$I(A, P) = I_0 (\sin^2 A \sin^2 P + \cos^2 A \cos^2 P \operatorname{tg}^2 \Psi + 0{,}5 \sin 2A \sin 2P \cos\Delta \operatorname{tg}\Psi), \quad (2.1)$$

где A, P — азимуты анализатора и поляризатора; I_0 — коэффициент, не зависящий от A и P; Ψ, Δ — эллипсометрические углы, определяющие отношение комплексных амплитудных коэффициентов отражения r_p и r_s для p- и s-поляризаций:

$$\rho = \frac{r_p}{r_s} = \operatorname{tg}\Psi \exp(i\Delta). \quad (2.2)$$

В данной модели спектрального эллипсометра используется оригинальный метод поляризационно-оптических измерений с переключением состояния поляризации, в котором на исследуемый образец попеременно направляется излучение с двумя ортогональными состояниями поляризации с азимутами P и $P + 90°$ и анализируются сигналы на фотоприемниках для азимутов анализатора A и $A + 90°$:

$$I_1 = h_a I(A, P) = h_a I_0 (\sin^2 A \sin^2 P + \cos^2 A \cos^2 P \operatorname{tg}^2 \Psi + 0{,}5 \sin 2A \sin 2P \cos\Delta \operatorname{tg}\Psi);$$

$$I_2 = I(A + 90°, P) = I_0 (\cos^2 A \sin^2 P + \sin^2 A \cos^2 P \operatorname{tg}^2 \Psi - 0{,}5 \sin 2A \sin 2P \cos\Delta \operatorname{tg}\Psi);$$

$$I_3 = h_a I(A, P + 90°) = h_a I_0 (\sin^2 A \cos^2 P + \cos^2 A \sin^2 P \operatorname{tg}^2 \Psi -$$

$$- 0{,}5 \sin 2A \sin 2P \cos\Delta \operatorname{tg}\Psi);$$

$$I_4 = I(A + 90°, P + 90°) = I_0 (\cos^2 A \cos^2 P + \sin^2 A \sin^2 P \operatorname{tg}^2 \Psi +$$

$$+ 0{,}5 \sin 2A \sin 2P \cos\Delta \operatorname{tg}\Psi),$$

где h_a — коэффициент, характеризующий отношение чувствительностей двух каналов в анализаторе.

Для каждого из азимутов P и $P + 90°$ измеряется отношение сигналов на фотоприемниках при азимутах анализатора A и $A + 90°$. По измеренным отношениям $b_1 = \dfrac{I_1}{I_2/h_a}$ и $b_2 = \dfrac{I_3}{I_4/h_a}$ определяются эллипсометрические параметры Ψ и Δ из соотношений:

$$\mathrm{tg}^2\Psi = \frac{\left(x_1 - b_1 b_2 x_2 + c\right)}{\left(b_1 b_2 x_1 - x_2 + c\right)}; \tag{2.3}$$

$$\cos\Delta = \frac{\left[b_1 x_3 - \sin 2A \sin^2 P + \left(b_1 x_4 - \cos^2 A \cos^2 P\right)\mathrm{tg}^2\Psi\right]}{0{,}5\left(b_1 + 1\right)\sin 2A \sin 2P\,\mathrm{tg}\Psi}. \tag{2.4}$$

Здесь $c = b_2\,(\sin^2 A \sin^2 P - \cos^2 A \cos^2 P) + b_1(x_4 - x_3)$;
$x_1 = \sin^2 A$; $x_2 = \cos^2 A$; $x_3 = \cos^2 A \sin^2 P$; $x_4 = \sin^2 A \cos^2 P$.

Для выбранной модели образца по измеренным значениям Ψ и Δ параметры слоев могут быть рассчитаны из известных эллипсометрических уравнений.

Основы работы с ПО

Главное окно программы состоит из меню, окон графиков и панели управления, на которую выведены числовые параметры — редактируемые поля (*Edit boxes*) и наиболее часто употребляемые команды из меню — кнопки (*Button*).

Окна графиков. На экран могут быть выведены одно, два или три окна графиков с общей осью *X*. Максимальное число графиков в каждом окне равно девяти. Под окнами графиков выводится панель номеров графиков, цвет номера соответствует цвету соответствующего графика. Если график не выводится на экран (скрыт), номер выводится серым цветом на черном фоне. Одиночный щелчок левой кнопкой мыши (ЛКМ) на номере делает этот номер графика выбранным (отмечается красной рамкой вокруг номера). Двойной щелчок ЛКМ на номере оставляет на экране только этот график, остальные временно скрыты. Щелчок правой кнопкой мыши (ПКМ) на номере выведенного графика скрывает его, а на номере скрытого графика вновь выводит его на экран. Остальные операции с графиками проводятся с помощью панели управления (группа *Edit*) и меню (описание см. ниже). Графики могут быть получены как в результате измерения, так и в результате расчета по заданной модели образца. Источник получения выбранного графика отображается справа от панели номеров (*Measured or simulated*). Еще правее выводится имя файла, в котором сохранен выбранный график. Если график еще не сохранен, имя не выводится. После чтения данных появившееся имя файла можно использовать как имя образца при последующих измерениях, для этого нажать кнопку *Use as sample name*. Изменить масштаб окна графиков можно с помощью ЛКМ. Для этого, удерживая ЛКМ, отметить прямоугольник в любом окне графиков так, чтобы он не вышел за пределы окна. После отпускания ЛКМ масштаб окна будет соответствовать прямоугольнику. Другие окна графиков изменят масштаб только по оси *X*. Для возврата к стандартному масштабу графиков необходимо нажать кнопку *Auto scale* на панели управления.

Элементы панели управления. Панель управления включает следующие элементы.

1. Кнопка *View Model* выводит или убирает окно модели образца (см. п. «Окно модели образца»).

2. Редактируемое поле с названием «N =» определяет число слоев модели. При выведенном окне модели для изменения числа слоев необходимо после ввода числового значения нажать *Enter* на клавиатуре.

3. Кнопка *View Setup* выводит или убирает окно установочных параметров.

4. Группа кнопок *File*:

– кнопка *Read* — чтение данных. При нажатии открывается окно со списком файлов из выбранной директории;

– кнопка *Save screen* — запись видимых на графиках данных в выбранную директорию;

– кнопка *Save all* — запись всех данных в выбранную директорию. При нажатии *Save screen* и *Save all* появляется модальное окно с указанием имени файла, состоящего из выбранного заранее имени образца и порядкового номера в качестве расширения. Редактируемое поле позволяет ввести или отредактировать комментарий к файлу данных.

5. Редактируемое поле с названием *Sample Name* служит для ввода имени образца для формирования имени файлов данных. Максимальное число символов в имени равно 26.

6. Кнопка *Data Path* вызывает окно со списком директорий данных для выбора директории или создания новой директории.

7. Группа кнопок *Edit*:

– кнопка *Delete one* — удаляет выбранный график из памяти;

– кнопка *Delete all* — удаляет все графики из памяти;

– кнопка *Output all* — выводит на экран все скрытые графики;

– кнопка *Manual Scale* — устанавливает масштаб вывода графиков вручную;

– кнопка *Set Auto Scale* — восстанавливает автоматический масштаб графиков.

8. Группа *Acquisition*:

– поле выбора (*Combo box*) с названием *X axis* позволяет выбрать аргумент по оси *X* для последующих измерений (длина волны или время). При изменении этого параметра все предыдущие графики после начала измерения будут уничтожены;

– флажок (*Check box*) *Compensator* определяет наличие компенсатора при измерении. Состояние *Check box* должно соответствовать положению компенсатора, который устанавливается вручную (галочка соответствует введенному в луч компенсатору);

– редактируемое поле с названием *Period* [*s*] устанавливает время для измерения одной точки спектра или период при измерении на одной длине волны в зависимости от времени (*vs time*). Рекомендуемое время для измерения спектра — 0,2...4,0 с. При установке значения 0 время измерения на каждой длине волны выбирается автоматически в диапазоне 0,2...4,0 с, исходя из интенсивности лучей;

– редактируемое поле с названием *Total time* (только для измерения *vs time*) устанавливает конечное время измерений. Для нулевого значения этого параметра измерения идут неограниченно, но при достижении 400 точек число измеренных точек уменьшается в 2 раза за счет объединения двух соседних точек в одну с последующим увеличением периода измерения в 2 раза;

– редактируемое поле *Init. Wave* устанавливает начальную длину волны для измерения спектра в нанометрах;

– редактируемое поле *Fin. Wave* устанавливает конечную длину волны для измерения спектра в [нм];

– редактируемое поле *Step* [нм] устанавливает шаг длины волны для измерения спектра;

– редактируемое поле *Steps* выводит число шагов шагового двигателя монохроматора относительно метки в монохроматоре, для которой число шагов принимается равным нулю. Если при совмещении меток это число отличается от нуля, его необходимо установить равным нулю;

– кнопка *Initialize limb* устанавливает шаговым двигателем начальное положение так, чтобы число шагов *Steps* = 0. При этом необходимо проверить совмещение меток на приводе монохроматора от шагового двигателя. В случае несовмещения установить его вручную. Эту процедуру необходимо выполнять при запуске программы и при подозрении на сбой во вращении шагового двигателя;

– кнопка *Set Wave* с соответствующим редактируемым полем служит для установки длины волны на монохроматоре;

– кнопка *Change Init-Fin* изменяет местами значения *Init. Wave* и *Fin. Wave*;

– кнопка *Start* начинает процесс измерения.

9. Группа *Display*:

– поле выбора *Num of gr.* позволяет выбрать число окон графиков на экране. Для значения *Nom.* на экран выводится одно окно с номограммой. Величины по осям могут быть, например, tg, cos, значение угла устанавливается окном *Value*. Для числа окон два или три по оси *X* (общая для всех окон) выводится длина волны или время, по осям *Y* выводятся выбранные величины (см. следующий пункт). Для числа окон три в третьем окне выводится величина R_s (коэффициент отражения *s*-поляризации);

– поле выбора *Value* позволяет выбрать величины для вывода на экран.

10. Группа *Analysis* предназначена для вывода расчетных графиков и расчета параметров модели по измеренным данным:

– редактируемые поля *Min. Wave*, *Max. Wave* позволяют выбрать диапазон длин волн [нм], в котором выводятся расчетные графики;

– кнопка *Calc. Spectr.* выводит на экран окно для расчета неизвестных параметров модели по измеренным спектрам. Перед нажатием кнопки в модели должны быть выбраны параметры для расчета. В окне для расчета необходимо ввести номера графиков, по которым рассчитываются параметры. Программа поддерживает режим одновременного обсчета нескольких пар измеренных спектров эллипсометрических углов (не более четырех). Этот режим применяется для обсчета измерений одного и того же образца при

различных углах падения. В этом случае несколько номеров графиков вводятся в виде строки цифр без пробелов. В процессе расчета (минимизация суммы квадратов отклонений измеренных и расчетных точек) выводятся текущие расчетные значения и среднее отклонение (*deviation*). Минимизация отклонений проводится в указанном диапазоне длин волн;

– кнопка *Calc. Points* выводит на экран окно для расчета неизвестных параметров модели по каждой точке или нескольким точкам выбранного графика. В окне для расчета необходимо ввести номера графиков, по которым рассчитываются параметры (как в предыдущем пункте). Также ввести шаг расчета в точках (несколько точек могут быть объединены в одну расчетную точку). В процессе расчета для каждой длины волны выводятся точки на графиках и выводятся текущие расчетные значения и среднее отклонение (*deviation*). После окончания расчета полученные спектры расчетных значений можно сохранить в указанную заранее директорию под указанным заранее именем;

– кнопка *Simulation* (*add*) выводит на экран расчетные графики согласно заданной модели образца. Графики добавляются к предыдущим;

– кнопка *Simulation* (*change*) работает аналогично, но выводимый график заменяет собой предыдущий;

– кнопка *Digital output* — выводит окно для числового представления точек выбранного графика;

– мода *Meas. points* позволяет увидеть численные значения параметров выбранной экспериментальной или расчетной точки выбранного графика;

– мода *All points* позволяет увидеть численные значения параметров любой точки выбранного графика, в частности, расположенной между экспериментально полученными или расчетными точками;

– мода *Correction* позволяет исправить значения параметров выбранной точки выбранного графика;

– кнопка *Combine* позволяет объединить два спектра (графика), снятые в разных диапазонах. Номера графиков вводятся в два расположенных рядом окна (редактируемые поля).

11. Кнопка *Exit* используется для выхода из программы. При этом все графики сохраняются и воспроизводятся при последующем запуске.

Команды меню. В данном пункте приводится описание только тех команд, которые не отображены на панели управления.

1. Группа *File*:

– *Export ASCII one* — выводит в текстовые файлы все точки выбранного графика для дальнейшего построения графиков в программе типа *Origin* или *Excel*. Для каждого окна графиков создается свой файл. Имена файлов образуются путем добавления к введенному по запросу имени символов «_1.dat» и «_2.dat»;

– *Export ASCII all* — выводит в текстовые файлы точки всех видимых графиков для дальнейшего построения графиков в программе типа *Origin* или *Excel*;

– *Save to library* — выводит в текстовый файл для библиотеки все точки выбранного графика для n, k;

– *Library* — выводит окно для работы с библиотекой данных n, $k(L)$ (см. пункт «Ввод параметров из библиотеки»).

2. Группа *Edit*:

– *Digital output* — выводит окно для числового представления точек выбранного графика.

3. Группа *Acquisition*: все команды выведены на панель управления (см. выше).

4. Группа *Analysis*:

– *Make difference* — все точки спектра на всех графиках заменяются отклонением от среднего значения на каждой длине волны. Применяется для оценки воспроизводимости измеренных спектров. Для использования этой кнопки необходимо, чтобы все кривые в окнах графиков были измерены в одном и том же диапазоне длин волн с одним и тем же шагом. Следует учитывать, что перед выполнением этой команды целесообразно записать файл в память — после ее выполнения возвращение к исходным кривым невозможно;

– *Calc. Deviation* — расчет среднеквадратичного отклонения всех точек выбранного графика. Результат выводится в строку сообщений. Эта команда имеет смысл только для измеренных значений на одной длине волны *vs time*.

5. Группа *Options*:

– *Points* (*meas.*) — определяет, выводятся ли точки на графиках, полученных в результате измерения;

– *Points* (*sim.*) — определяет, выводятся ли точки на графиках, полученных в результате расчета;

– *Lines* (*meas.*) — определяет, соединяются ли точки линией на графиках, полученных в результате измерения;

– *Lines* (*sim.*) — определяет, соединяются ли точки линией на графиках, полученных в результате расчета.

6. Группа *Calibrations*:

– *Ratio and transmission* — калибровка отношения чувствительностей каналов ($h_a(L)$) для двух поляризаций после анализатора, значений P — A и спектра интенсивности. Калибровка проводится на просвет, без образца;

– *Polarizer angle* — калибровка угла поляризатора по отношению к плоскости падения при известном значении P — A. Калибровка проводится с образцом Si/SiO_2 с толщиной слоя оксида 2...30 нм;

– *P*, *A in situ* — установка углов анализатора и поляризатора по отношению к плоскости падения. Установка проводится с образцом Si/SiO_2 с толщиной слоя оксида 2...8 нм;

– *Compensator* (*tan psi*, *Delta*) — калибровка спектра параметров компенсатора;

– *Wave Lenght* — калибровка монохроматора по длинам волн;

– *Minimal R1*, *R2* — проверка точности скрещения по всему спектру анализатора и поляризатора при нулевом азимуте;

– *Set motor phase* — установка соответствия положения шагового двигателя в поляризаторе для переключения лучей номерам лучей, записанным в окне Setup. Установка выполняется при первом включении либо после аварийного выхода из программы, либо после юстировки при ручной прокрутке двигателей;

– *Test* — выводит окно для тестирования (проверки работы) электронных схем. Тестирование проводится изготовителем.

7. Группа *Quit*:

– *Exit* (*save data*) — выход из программы с сохранением существующих графиков для последующего воспроизведения при следующем запуске программы;

– *Exit* (*no save*) — выход из программы без сохранения графиков. При последующем запуске программы воспроизводятся графики, сохраненные при последнем выходе из программы по команде *Exit* (*save data*) или *Exit* на панели управления.

Окно модели образца. Окно модели выводится и убирается кнопкой *View Model*. Первые два параметра модели (углы анализатора и поляризатора) при запуске очередного измерения переустанавливаются из окна *View Setup*. Переустановить их также можно кнопкой *Setup A*, *P*. Кнопка *Setup F* устанавливает в модели текущий угол падения из окна *View Setup*. Угол падения не переустанавливается при запуске измерения. Кнопка 0 слева от параметров *A*, *P*, *F* переписывает текущие параметры модели в окно модели выбранного графика. Например, если забыли переустановить угол падения перед измерением, расчет параметров будет неверным. В этом случае переустановка параметров исправляет ситуацию. Ниже располагаются группы параметров подложки и слоев. В группе подложки два параметра (n, k), а в группах слоев три параметра (добавляется толщина слоя d). Всего может быть до пяти различных слоев.

Для многослойных периодических и квазипериодических структур при числе слоев более одного порядок чередования слоев в образце можно задавать с помощью маски, выведенной внизу окна. Каждый слой можно включать в модель многократно. Номера чередующихся слоев вводятся в строку маски без пробела. Всего с помощью маски можно определить до 62 слоев. Параметры n, k можно вводить численно в редактируемые поля или загружать из библиотеки данных, используя как литературные данные по оптическим свойствам веществ, так и данные, определенные из собственных спектроэллипсометрических измерений.

Слева от каждой группы параметров имеется кнопка для переключения загрузки данных. В случае появления комментария *Not loaded* следует загрузить данные из библиотеки заново.

Ввод параметров из библиотеки. При нажатии кнопки с номером слоя выводится окно со списком файлов библиотеки данных. При однократном нажатии ЛКМ на файле выделяется этот файл. При двойном нажатии (или нажатии на кнопку *Add*) файл добавляется в список для перевода в модель. В списке может быть до двух файлов, для каждого файла имеется редактируемое поле. В первый вводится относительная концентрация вещества из

первого файла (по умолчанию равна единице). При наличии двух веществ показатели преломления и поглощения вычисляются для их комбинации с учетом концентраций в соответствии с теорией «эффективной среды» [10]. В том случае если требуется задать смесь трех веществ (например, слой частично пористого материала, являющегося твердым раствором двух полупроводников), следует вначале создать и загрузить в библиотеку спектры твердых растворов различного состава, а затем «смешивать» их с воздухом (*void*).

При нажатии клавиши *View* спектры *n*, *k* из выделенного файла временно выводятся в виде графика. При нажатии *OK* данные выбранных файлов переводятся в модель. При этом в модели вместо редактируемых полей для данного слоя записываются имена файлов данных. Двойной щелчок мышью по этому полю также выводит на экран спектры *n*, *k* в виде графика.

Окно *Setup*. Окно выводится и убирается кнопкой *View Setup*. Содержит поле выбора угла падения и редактируемые поля с параметрами: *Incidence angle*, *Analyzer angle*, *Polarizer angle*, *Tan psi of compensator* (550 нм), *Delta of compensator* (550 нм) (к этим значениям привязывается спектр параметров компенсатора), вес *cos delta* для расчетов с минимизацией суммы квадратов отклонений и длина волны, на которой программа останавливает измерение для смены фильтра. Поле выбора с надписью *Get Incidence Angl*e содержит дискретный набор откалиброванных углов падения, один из которых необходимо выбрать после передвижения плеч поляризатора и анализатора. Кнопка *Set Incidence Angle* служит для переноса значения угла падения из редактируемого поля в текущую строку поля выбора для смены его после калибровки. Кнопка *Change beam P* служит для смены луча в поляризаторе (для этого производится два шага шаговым двигателем). Текущие номера лучей отображаются в соответствующем редактируемом поле. Кнопка *Step P* вызывает один шаг двигателя без изменения отображаемых номеров лучей. Она служит для ручной настройки положения двигателя и его соответствия номеру отображаемого луча. Внешний луч на обтюраторе соответствует лучу № 1 (*p*-поляризация), внутренний — лучу № 2 (*s*-поляризация). Кнопка *Set Motor Phase* автоматически устанавливает соответствие лучей положению двигателя при наличии луча на фотоприемниках (см. п. Команды меню).

Окно *Data Path*. Кнопка *Data Path* вызывает окно со списком директорий данных. Для выбора директории из списка следует отметить директорию ЛКМ и нажать кнопку *OK*. Для ввода новой директории необходимо напечатать ее название со всеми путями в редактируемом поле и нажать кнопку *Add New*. Все пути к директории должны существовать, сама директория создается автоматически, если она не существует. Для выбора существующей директории, если ее нет в списке, нажать кнопку *Browse*, выбрать диск и в появившемся списке директорий диска выбрать требуемую директорию двойным нажатием ЛКМ. Если выбранная директория содержит поддиректории или не содержит файлов данных, она открывается с появлением списка поддиректорий. Если директория содержит данные, ее имя появляется в редактируемом поле. Для включения ее в список необходимо нажать кнопку *Add New*.

Проверка настройки эллипсометра включает в себя следующие шаги:

– установить угол падения равным 90°, отключить компенсатор, убрать микроприставку;

– установить зеленый луч (около 550 нм);

– проверить прохождение луча через центр над столиком с помощью цилиндрической вставки и через центр диафрагмы на выходе поляризатора;

– проверить вхождение лучей в центр входной диафрагмы анализатора;

– вставить в луч проверочное зеркало в анализаторе и убедиться, что луч попал в перекрестие на матовом стекле;

– ввести в луч компенсатор и проверить совпадение лучей с компенсатором и без компенсатора;

– установить плечи поляризатора и анализатора под углом 70°;

– установить на столик плоско-параллельный (не изогнутый) образец;

– винтами наклона и высоты столика установить луч на матовом стекле анализатора в то же положение, как было на просвет, и совмещение линий в автоколлиматоре;

– проверить, чтобы центр цилиндрической вставки был на уровне поверхности образца;

– ввести в луч микроприставку и проверить, чтобы луч при этом не смещался.

Если приведенные требования не выполняются, необходимо обратиться к изготовителю за советом или вызвать представителей для настройки.

Калибровка эллипсометра. Параметры, которые подлежат калибровке:

– спектр отношения чувствительностей каналов, соответствующих двум поляризациям после анализатора;

– углы поляризатора и анализатора по отношению к плоскости падения;

– угол падения;

– спектры $\mathrm{tg}\,\Psi$, $\cos\Delta$ компенсатора.

Полная калибровка осуществляется изготовителем. Пользователь при необходимости может провести следующие калибровки.

Калибровка спектра отношения чувствительностей каналов в анализаторе:

– установить угол падения равным 90° (на просвет), отключить компенсатор, микроприставку;

– в группе *Acquisition* выбрать максимальный диапазон длин волн, который будет использоваться в будущих измерениях (например, 380...1050 нм). Шаг по длине волны рекомендуется выбрать 10 нм. Время измерения установить 4 с;

– в меню *Calibration* необходимо выбрать пункт *Ratio and transmission* и следовать инструкциям программы.

Спектр отношения чувствительностей каналов $h_a(L)$, соответствующих двум поляризациям после анализатора, в основном определяется отношением коэффициентов прохождения двух поляризаций в делительной призме и отношением чувствительности фотодиодов. Он выводится на первом графике. На втором графике выводится разность между углами поляризатора

и анализатора $P - A$, она не должна зависеть от длины волны. Если она изменяется по спектру более чем на 0,1°, необходимо проверить настройку луча (луч может задевать какие-то элементы). При правильно отъюстированном эллипсометре измеренное значение $P - A$ изменяется по спектру не более чем на 0,05°. На третьем графике выводится интенсивность источника света. После калибровки значение угла поляризатора P не изменяется, а значение угла анализатора A корректируется в соответствии с полученной разностью $P - A$. Эта разность получается как среднее по спектру в среднем участке длин волн (края спектра игнорируются).

Калибровка угла поляризатора по отношению к плоскости падения при известной разности $P - A$. Последовательность проведения клибровки:

– установить плечи поляризатора и анализатора под углом 70°;

– установить образец Si/SiO_2 с точно известной толщиной оксида в диапазоне 2...30 нм и убрать компенсатор. Отъюстировать наклоны столика по автоколлиматору, а высоту — по попаданию луча в требуемое место матового стекла в анализаторе;

– углы поляризатора и анализатора должны оставаться такими, как были при калибровке отношения чувствительностей каналов $h_a(L)$;

– установить пределы измерения спектра примерно 400...700 нм с шагом 20 нм. Время измерения установить равным нулю;

– установить величину для вывода на экран *tan psi*, *cos delta*;

– в модели образца установить один слой. Для подложки и слоя установить библиотечные данные кремния и оксида кремния соответственно. Установить толщину слоя и убрать галочку напротив этой величины. Если установить галочку напротив угла падения, он также будет вычислен, как и значение азимута поляризатора;

– в меню *Calibration* выбрать *Polarizerangle*. После подтверждения калибровки выводится окно для измерений спектра и измеряется спектр отношений R_1, R_2. После измерения проводится расчет угла поляризатора и заданных параметров. Данные представлены в отдельном окне. В окне графиков появляются измеренный и расчетный графики спектра $\mathrm{tg}\Psi$ и $\cos\Delta$. Если они хорошо совпадают и расчетные данные целесообразны, подтвердить результаты калибровки.

Спектральное исследование. После установки образца и угла падения отъюстировать наклоны столика по автоколлиматору, а высоту — по попаданию луча в требуемое место матового стекла в анализаторе.

При измерениях и калибровках необходимо избегать попадания внешнего света на входное отверстие анализатора. Хотя небольшая постоянная засветка не влияет на измерения, но изменяющаяся во времени засветка приводит к большим дополнительным шумам. Изменение засветки происходит при передвижениях людей около эллипсометра или при изменении солнечного света, проходящего через окна. Желательно закрывать сверху пространство между поляризатором и анализатором черным экраном (можно из черной бумаги).

Порядок измерения:

– в группе *Acquisition* выставить *wave* (в поле выбора с названием *X axis*);

– параметр *period* (время измерения спектра) выставить 0 или в диапазоне 0,2...4,0 с в зависимости от образца и требуемой точности;

– в окне *Setup* выбрать угол падения так, чтобы он соответствовал установленному;

– в модели образца нажать *Setup F* для вызова соответствующего калиброванного угла падения либо установить в редактируемом поле требуемое значение без выбора в окне *Setup*. Значения углов *A* и *P* устанавливаются из окна *Setup* автоматически;

– если измерения проводятся с компенсатором, необходимо ввести приблизительную модель образца, иначе расчет Δ-образца может быть неправильным (см. п. «Использование компенсатора»);

– измерение начать кнопкой *Start*. Программа останавливает измерения на длине волны, указанной в *Setup* для смены фильтра. Фильтр используется для отрезания второй гармоники в спектре, которая присутствует в отраженном свете от дифракционной решетки в инфракрасной части. Название требуемого фильтра указывается в окне измерений. Для продолжения измерений после смены фильтра нажать *Continue* (или пробел на клавиатуре). В процессе измерения можно изменить параметры: время измерения, шаг и конечную длину волны. Для этого нужно нажать *Stop*, ввести параметры и нажать *Continue*. Для досрочного окончания измерения нажать *End*. При очень малой интенсивности или большом фоне измерение точки может не состояться или получатся неправильные данные (например, $|\cos\Delta > 1|$). В этом случае измерения останавливаются, и выводится окно для выбора. При выборе *Retry* измерение повторяется. Если при повторных измерениях не удается измерить на данной длине волны, нажать *Ignore*. При этом измерения продолжатся на следующей длине волны. При нажатии *Abort* измерения заканчиваются. Для измерений при калибровке или при измерении первой точки в случае измерительной ошибки выводится окно с двумя возможностями выбора: *Retry*, *Cancel*. При нажатии *Cancel* калибровка (или измерения) отменяется.

Обработка результатов измерений и построение эллипсометрических моделей. Программа обеспечивает возможность расчета параметров *d*, *n*, *k* в модели образца по измеренным данным (R_1, R_2 или $\mathrm{tg}\Psi$, $\cos\Delta$ или Ψ, Δ). Используется два вида расчетов: по всему измеренному спектру экспериментальных данных (окно *Calc. spectrum*) и независимо для каждой точки или участка измеренного спектра (окно *Calc. points*). Необходимо учитывать, что при малой толщине слоя (менее 20 нм) точность расчета *n* и *k* резко ухудшается с уменьшением толщины.

Расчет параметров по всему спектру. При расчете по спектру (*Calc. spectrum*) предполагается, что дисперсия данного материала является нормальной. При этом дисперсия для *n* аппроксимируется упрощенной формулой Зельмейера:

$$n(\lambda)^2 = n_0^2 + \frac{1}{\left(1 - \frac{\lambda_0^2}{\lambda^2}\right)}, \qquad (2.5)$$

где n_0 — значение показателя преломления на бесконечной длине волны; λ — длина волны; λ_0 — длина волны, на которой n равно бесконечности.

Дисперсия для k аппроксимируется экспоненциальной зависимостью

$$k(\lambda) = k_m \exp\left(\frac{(\lambda_m - \lambda)}{\lambda_1}\right), \tag{2.6}$$

где k_m — значение показателя поглощения k на длине волны $\lambda_m = 550$ нм; λ_1 — интервал длины волны, на котором k изменяется в e раз.

При расчете в данном режиме в модели образца в позициях n и k отображаются параметры, характеризующие спектральные зависимости, описываемые формулами (2.5) и (2.6). Вместо не имеющего физического смысла параметра n_0 в редактируемое окно вводится параметр n_m, соответствующий значению показателя преломления на длине волны $\lambda_m = 550$ нм:

$$n_m^2 = n_0^2 + \frac{1}{\left(1 - \frac{\lambda_0^2}{\lambda_m^2}\right)},$$

где $n = n_m$ — основной параметр модели. Вспомогательный параметр модели $L_0 = \lambda_0$. Для k в соответствующие окна вводятся параметры k_m (основной параметр модели $k = k_m$) и λ_1 (вспомогательный параметр модели $L_1 = \lambda_1$). Слева от каждого параметра имеется окно-флажок для отметки того, что параметр подлежит расчету. Для толщины слоя имеется дополнительный параметр d_d, вводящий поправку на неоднородность толщины образца. Этот параметр может быть ненулевым только для одного из слоев модели.

Параметры образца можно рассчитывать по одному измеренному спектру и по нескольким спектрам, если они измерены для одного образца при разных углах падения.

Последовательность расчета.

1. В модели образца ввести точные значения параметров, не подлежащих расчету, или ввести библиотечные данные для них. Для расчетных параметров ввести их нулевое приближение и отметить их галочкой как искомые. Значения параметров n, k относятся к длине волны 550 нм. Вспомогательные параметры L_0, L_1 (см. формулу выше) также могут быть отмечены как искомые, если введены ненулевые значения и соответствующий основной параметр отмечен как искомый. Параметр d_d моделирует неоднородность толщины слоя (сглаживаются острые пики в спектре). Этот параметр может быть ненулевым только для одного из слоев модели. При нулевых параметрах d_d для всех слоев при расчете учитывается спектральная ширина луча.

2. Нажать *Simulation add*. Если расчетный график для введенной модели значительно не совпадает с измеренным, повторить пункт 1 (ввести другие параметры).

3. Нажать *Calc. spectrum*. В появившемся окне ввести номер измеренного графика, по которому проводится расчет, или строку из нескольких номеров без пробелов, если проводится расчет для измеренных спектров при разных углах падения.

4. Нажать кнопку OK для начала расчета. Во время расчета выводятся расчетные данные и отклонение расчетного спектра от измеренного (*deviation*). Если расчетные данные не изменяются, можно досрочно закончить расчет, нажав *OK*.

5. После окончания расчета нажать кнопку *OK* для вывода расчетного графика и установки полученных данных в модели образца. *Cancel* отменяет расчет.

6. Для просмотра спектров $n(L)$, $k(L)$ (по формуле Зельмейера) дважды щелкнуть ЛКМ по свободному месту требуемого слоя в модели образца. Открывается окно для записи полученного спектра либо в указанную директорию данных, либо в библиотечный файл.

Также существуют временное исследование с использованием компенсатора и с использованием микроприставки.

Расчет параметров для каждой точки спектра. При расчете параметров следует учитывать, что решение обратной задачи для одной точки спектра может быть неоднозначным. Поэтому иногда бывает необходимо устанавливать нулевое приближение параметров достаточно точно. При больших толщинах слоев в особых точках спектра (например, в области пиков $\mathrm{tg}\,\Psi$ или $\cos\Delta$) из-за неоднозначности решение может перейти на другую ветвь, математически удовлетворяющую измеренные данные, но физически неправильную. При расчете n, k для малых толщин слоя (<10 нм) решение может быть очень неточным или невозможным.

Порядок расчета следующий.

1. В модели образца ввести точные значения параметров, не подлежащих расчету, или ввести библиотечные данные для них. Для расчетных параметров ввести их нулевое приближение и отметить галочкой как искомые. Можно ввести не более двух искомых параметров для расчета по одному спектру и не более трех параметров для расчета при измерении при нескольких углах падения.

2. Нажать *Simulation add*. Если первая расчетная точка графика для введенной модели значительно не совпадает с измеренной, повторить пункт 1 (ввести другие параметры).

3. Нажать *Calculation points*. В появившемся окне ввести номер измеренного графика, по которому проводится расчет, или строку из нескольких номеров без пробелов, если проводится расчет для измеренных спектров при разных углах падения.

4. В поле выбора выбрать направление расчета (начало с минимальной или максимальной длиной волны).

5. В редактируемом поле с названием *Step*. *points* ввести число точек, по которым усредняются измерения и выводятся в виде одной точки.

6. Нажать *OK* для начала расчета. Во время расчета выводятся расчетные данные и отклонение расчетного спектра от измеренного (*deviation*), а также точки на график. Если расчет точки затянулся и расчетные значения не изменяются, нажать *OK* для окончания расчета точки и перехода к следующей.

7. После окончания расчета нажать *OK* для записи расчетного графика в файл в указанную директорию. *Cancel* отменяет расчет.

Формирование библиотечных файлов из результатов расчета *n, k*

1. Для записи *n*, *k*, полученных из расчета по всему спектру:

– выбрать график спектра, полученный в результате расчета;

– щелкнуть два раза ЛКМ по свободному месту в области требуемого слоя в окне модели. На графике появятся расчетные спектры *n*, *k* и окно для записи данных;

– в группе *Save as Library* ввести имя файла и комментарий, начинающийся с буквенного символа (не с цифрового). Нажать кнопку *Save*.

2. Для записи *n*, *k*, полученных из расчета каждой точки спектра:

– после получения расчетных спектров нажать *OK* в окне расчета и записать расчетные данные *n*, *k* в предварительно указанную директорию;

– после записи измеренных спектров (если это необходимо) прочитать данные *n*, *k*, нажав кнопку *Read* и заменив старые данные;

– в меню *File* выбрать *Save to Library* и записать файл в библиотеку, введя имя файла и комментарий.

Порядок оформления отчета по лабораторной работе

Отчет оформляется в виде журнала лабораторных работ и должен содержать:

1) краткую теоретическую часть;

2) схематическое изображение или фотографию двухканального эллипсометра «Эльф» с указанием его основных частей;

3) фотографии или эскизы исследуемых образцов;

4) обработку результатов исследований;

5) построенную эллипсометрическую модель;

6) выводы.

Контрольные вопросы и задания

1. Назовите физические основы эллипсометрии.
2. В чем назначение эллипсометра?
3. Приведите технические характеристики и устройство эллипсометра.
4. Опишите принцип работы эллипсометра.
5. Каким образом производится определение толщины полупрозрачной или прозрачной структуры?
6. Назовите виды исследований на эллипсометре.
7. Опишите принцип расчета параметров по всему спектру.
8. Приведите упрощенную формулу Зельмейера и ее вывод.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 7. СВЕТОВАЯ МИКРОСКОПИЯ: СПЕКТРОМЕТРИЯ

Цель лабораторной работы: получение практических навыков в области подготовки и исследования оптических параметров прозрачных и полупрозрачных слоев на спектрометре высокого разрешения Ocean Optics HR-4000 (США).

Задание по лабораторной работе

1. Изучить устройство спектрометра HR-4000. Выбрать один из комплектов образцов, предназначенных для проведения измерений.
2. Изучить технические характеристики и принцип работы спектрометра HR-4000.
3. Освоить основы работы с ПО спектрометра.
4. Провести исследование выбранного комплекта образцов на значения отражения и пропускания.
5. Провести обработку результатов исследований и сделать выводы о спектральных характеристиках выбранного комплекта образцов.

Методические указания по выполнению лабораторной работы

Структура экспериментального стенда (рис. 2.29) реализована на базе спектрометра HR-4000 фирмы Ocean Optics. Основные достоинства спектрометра:

– высокая чувствительность;
– диапазон волн 220...1050 нм;
– два метода исследования (отражение и пропускание);
– период квантования измерений от 300 нс до 3 с;
– ширина входной щели 0,5 мкм для отсечения нежелательных гармоник.

Устройство спектрометра HR-4000. Оптический модуль HR используется в спектрометре HR-2000+ и спектрометре высокого разрешения HR-4000. На рис. 2.30 показан путь света в симметричной скрещенной схеме Черни — Тернера.

Модуль не содержит подвижных частей, которые могли бы изнашиваться или ломаться. Все выбранные компоненты устанавливаются на свои места

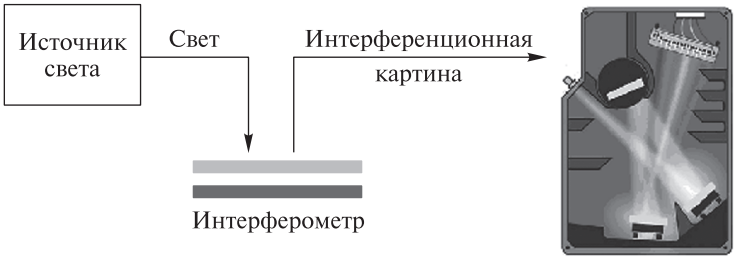


Рис. 2.29. Структурная схема экспериментального стенда

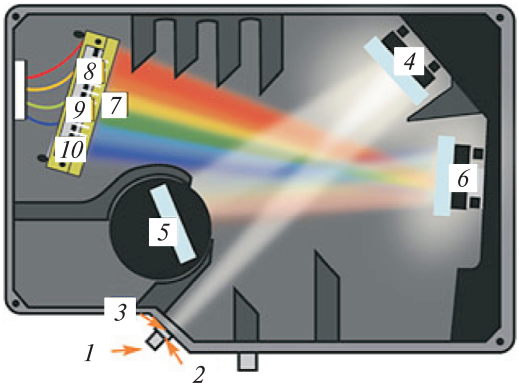


Рис. 2.30. Устройство спектрометра: *1* — разъем SMA-905; *2* — фиксированная входная щель; *3* — длинноволновый поглощающий фильтр; *4*, *6* — коллимирующее и фокусирующее зеркала; *5* — дифракционная решетка; *7* — собирающая линза детектора L2 или L4; *8* — детектор: ПЗС-линейка с 3648 или 2048 элементами; *9* — переменный фильтр высших порядков OFLV; *10* — окно детектора UV2 или UV4

во время изготовления прибора. Пользователю предоставляется возможность выбора всех ключевых компонентов: детектора, входной щели, фильтра и дифракционной решетки. Это позволяет более эффективно оптимизировать спектрометр.

Разъем SMA-905. Прецизионный разъем SMA-905 центрирует оптическое волокно относительно входной щели спектрометра. За отдельную плату, которая включает стоимость оптического разъема и работы, возможна замена стандартного разъема SMA-905 на любой другой по выбору. Можно также заказать адаптеры SMA-ST и SMA-FC. Дополнительную информацию по нестандартным разъемам и адаптерам можно получить у специалистов фирмы Ocean Optics.

Фиксированная входная щель. При заказе спектрометра HR-4000 пользователь может выбрать ширину входной щели (табл. 2.1). Входная щель — прямоугольное отверстие высотой 1 мм и шириной 5...200 мкм, которое определяет количество света, попадающего в оптический модуль, а также влияет на разрешение. Щель наименьшей ширины обеспечивает наилучшее оптическое разрешение. Входная щель является фиксированным элементом и может быть заменена только техниками фирмы. Можно отказаться от установки входной щели; в этом случае размер входной апертуры будет определяться диаметром оптического волокна.

Таблица 2.1

Параметры спектрометра HR-2000+ и HR-4000

Щель	Размеры (Ш × В), мкм × мм	Разрешение HR2000+, пиксел	Разрешение HR4000, пиксел
SLIT-5	5 × 1	~ 1,5	~ 2,0
SLIT-10	10 × 1	~ 2,0	~ 3,7
SLIT-25	25 × 1	~ 2,5	~ 4,4
SLIT-50	50 × 1	~ 4,2	~ 7,4
SLIT-100	100 × 1	~ 8,0	~ 14,0
SLIT-200	200 × 1	~ 15,3	~ 26,8

Длинноволновый поглощающий фильтр. Дополнительно можно использовать длинноволновый поглощающий фильтр, полоса пропускания которого согласована с рабочим диапазоном спектрометра. Излучение с меньшими длинами волн поглощается, что позволяет исключить эффекты, связанные со вторым и третьим порядками дифракции. Фильтр устанавливается между входной щелью и фильтром оболочечных мод в корпусе разъема SMA-905.

Пропускание фильтров, нм, более:

OF1-WG305 305
OF1-GG375 375
OF1-GG475 475
OF1-OG515 515
OF1-OG550 550
OF1-OG590 590

Коллимирующее и фокусирующее зеркала. Вместо стандартных отражающих зеркал с алюминиевым покрытием возможна установка специальных зеркал SAG+, разработанных фирмой Ocean Optics. Эти зеркала имеют повышенный коэффициент отражения в видимой и ближней ИК-областях спектра, что в свою очередь увеличивает чувствительность спектрометра. Зеркала SAG+ часто заказывают для флюоресцентных измерений, поскольку они обладают значительным УФ-поглощением и позволяют ослабить влияние рассеянного возбуждающего излучения. В отличие от типичных зеркал с серебряным покрытием зеркала SAG+ не подвержены окислению. Они имеют высокий коэффициент отражения: более 95 % в видимой и ближней ИК-областях спектра.

Дифракционная решетка. Для каждого спектрометра можно выбрать одну из 14 дифракционных решеток. Решетка характеризуется числом штрихов на миллиметр (определяет разрешение), спектральным диапазоном и длиной волны блеска (определяет наиболее эффективный диапазон).

Собирающая линза детектора L2 или L4 (детектор с установленной линзой L4). Цилиндрическая линза производства Ocean Optics имеет минимум аберраций и устанавливается на окне детектора, чтобы сфокусировать свет от высокой щели на более короткие элементы ПЗС-линейки. Это увеличивает эффективность светособирания и уменьшает засветку рассеянным излучением.

Использование линзы также эффективно в конфигурации с оптическим волокном большого диаметра для применения в условиях низкой освещенности.

Детектор: ПЗС-линейка с 3648 или 2048 элементами (табл. 2.2, 2.3). В спектрометре HR-2000+ установлена кремниевая ПЗС-линейка Sony ILX511. В спектрометре высокого разрешения HR-4000, относящегося к следующему поколению, установлена ПЗС-линейка Toshiba TCD1304AP. Она имеет более совершенную электронику по сравнению с линейкой Sony, в частности содержит программируемый пользователем микроконтроллер. Обе линейки выполнены на кремниевой основе и имеют одинаковый спектральный (200...1100 нм) и динамический (1300:1) диапазоны, однако детектор Toshiba обладает лучшим оптическим разрешением. Чувствительности на единицу площади практически одинаковы. Детектор Toshiba имеет электронный затвор, который позволяет избегать насыщения почти в любой

Таблица 2.2

Типы детекторов

Детектор	Описание	Спектрометр
DET4-VIS	Стандартный детектор Toshiba TCD1304AP. Оптимален для работы с длинами волн > 400 нм	HR-4000
DET4-UV	Детектор Toshiba TCD1304AP с окном UV4. Наиболее подходит для работы в УФ-диапазоне	HR-4000
DET4-200-1100	Детектор Toshiba TCD1304AP с переменным фильтром высших порядков OFLV-200-1100 и окном UV4. Используется с дифракционной решеткой HC1	HR-4000
DET2-VIS	Стандартный детектор Sony ILX511. Оптимален для работы с длинами волн >400 нм	HR-2000+
DET2-UV	Детектор Sony ILX511 с окном UV2. Наиболее подходит для работы в УФ-диапазоне длин волн	HR-2000+

Таблица 2.3

Характеристики детекторов Sony и Toshiba

Характеристики детектора	Sony ILX511	Toshiba TCD1304AP
Спектральный диапазон	200–1100 нм	200–1100 нм
Кол-во пикселов	2048	3648
Размер пиксела	14×200 мкм	8×200 мкм
Емкость пиксела	~62 500 электронов	100 000 электронов
Чувствительность	75 фотонов/отсчет на 400 нм; 41 фотон/отсчет на 600 нм	130 фотонов/отсчет на 400 нм; 60 фотонов/отсчет на 600 нм
Максимальная частота оцифровки пикселов	2 МГц	1 МГц

ситуации, что делает возможным анализ быстропротекающих процессов, например лазерных импульсов.

Переменный фильтр высших порядков OFLV. Переменный длинноволновый фильтр высших порядков OFLV наносится на окно детектора, чтобы устранить влияние второго и третьего порядков дифракции. Для нанесения фильтра на подложку используется запатентованная технология. Фактически, компания Ocean Optics является единственным изготовителем компактных спектрометров, которые обеспечивают «чистые» спектры первого порядка.

Окно детектора UV2 или UV4. При заказе детектора с окном UV2 или UV4 стандартное окно из стекла BK7 заменяется на кварцевое, что позволяет улучшить характеристики спектрометра в диапазоне длин волн 200...340 нм.

Работа с программным обеспечением спектрометра, проведение измерений

Измерение величины пропускания. Запустить программу *Ocean Optics Spectra Suite*. Для получения значений спектра пропускания (в процентном соотношении) выбрать пункт меню *File* → *New* → *Transmission Measurement*. Откроется окно выбора спектрометра, в данном случае подключен только один спектрометр. Нажать кнопку «далее». В следующем окне (шаг 2) необходимо настроить эквивалентную интенсивность, т. е. если производится эксперимент на пропускание и в качестве образцов используются пленки с напылением на подложке, то необходимо поместить между линзами в стойке материал подложки без нанесения, перевести переключатель в положение «открыто» и, нажимая кнопку *Set automatically...* несколько раз, добиться того, чтобы значение *Last Peak Value* располагалось в пределах *Recommended Peak Value*. Когда промежуток будет достигнут, ниже кнопки *Set automatically...* появится надпись «*Recommended integration time acquired*». После этого можно переходить к следующему пункту (к шагу 3). Оставляя заслонку открытой, нажать на кнопку с изображением лампочки и получить эквивалентный белый спектр. Нажать кнопку «далее», после чего закрыть заслонку и нажать кнопку с изображением лампочки, тем самым получая эквивалентный черный спектр (нулевой, не должен превышать 32 единиц). После чего нажать кнопку *Finish*. Пинцетом взять образец, его можно закрепить на держателе клейкой лентой. Необходимо, чтобы нанесенный слой был обращен в сторону того оптовода, из которого будет подаваться луч света. Поместить образец на держателе между оптоводами в стойке, отверстие в держателе должно находиться непосредственно напротив оптоводов. Открыть заслонку с помощью переключателя. На экране будет высвечиваться непрерывно изменяющийся график.

Измерение величины отражения. Запустить программу *Ocean Optics Spectra Suite*. Для получения значений спектра отражения (в процентном соотношении) выбрать пункт меню *File* → *New* → *Reflection Measurement*. Откроется окно выбора спектрометра, в данном случае подключен только один спектрометр. Нажимаем кнопку «далее». В следующем окне (шаг 2) необходимо настроить эквивалентную отраженную интенсивность, т. е. в качестве

эквивалентного отражателя необходимо использовать алюминиевое или золотое зеркало. Убедившись, что «пипетка» закреплена в специальном держателе вертикально, помещаем одно из зеркал, в зависимости от образцов, под отверстие, плотно прижимая, переводим переключатель в положение «открыто» и нажимаем кнопку *Set automatically*... несколько раз. Необходимо добиться того, чтобы значение *Last Peak Value* располагалось в пределах *Recommended Peak Value*. Когда промежуток будет достигнут, ниже кнопки *Set automatically*... появится надпись «*Recommended integration time acquired*». После этого можно переходить к следующему пункту (к шагу 3). Оставляя заслонку открытой, нажимаем на кнопку с изображением лампочки и получаем эквивалентный отраженный белый спектр. Нажимаем кнопку «далее», после чего закрываем заслонку и нажимаем кнопку с изображением лампочки, тем самым получая эквивалентный отраженный черный спектр (нулевой, не должен превышать 40...60 единиц в среднем значении, единичными вертикальными полосами можно пренебречь, можно закрыть отверстие держателя черным непрозрачным предметом). После чего нажимаем кнопку *Finish*. «Пипетку» закрепляем в держателе с помощью винта перпендикулярно поверхности. После этого, помещая держатель с «пипеткой» прямо на образец и открывая заслонку, можно получать спектральные характеристики материалов относительно эквивалента.

Обработка полученных результатов. Провести анализ сохраненных спектров. Сравнить оптические характеристики образцов. Сделать вывод об их оптических характеристиках.

Порядок оформления отчета по лабораторной работе

Отчет оформляется в виде журнала лабораторных работ и должен содержать:

1) краткую теоретическую часть;

2) схематическое изображение или фотографию спектрометра высокого разрешения Ocean Optics HR-4000 с указанием его основных частей;

3) фотографии или эскизы исследуемых образцов;

4) обработку результатов исследований;

5) выводы.

Контрольные вопросы и задания

1. Что входит в состав спектрометра?

2. В чем состоят основы оптической физики (отражение и преломление света)?

3. Каково назначение коллимирующего и фокусирующего зеркал?

4. Каково назначение длинноволнового поглощающего фильтра?

5. В чем заключаются основные отличия измерений величин отражения и пропускания?

6. Назовите возможные помехи и их влияние на результаты измерений.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 8.
АНАЛИЗ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ СПЕКТРОВ ОТРАЖЕНИЯ И ПРОПУСКАНИЯ

Цель лабораторной работы: анализ погрешностей по представленным методикам с использованием измеренных величин.

Задание по лабораторной работе

1. Выполнить анализ сохраненных спектров из лабораторной работы № 7.
2. Вычислить погрешности значений отражения и пропускания выбранного образца.
3. По представленным методикам рассчитать погрешности измерений величин.
4. Сделать вывод о погрешностях и факторах, влияющих на погрешности.

Методические указания по выполнению лабораторной работы

Рассмотрим группу из n независимых наблюдений случайной величины x, подчиняющейся нормальному распределению. За результат измерения принимают среднее арифметическое значение результатов отдельных наблюдений:

$$\bar{x} = \frac{1}{x}\sum_{i=1}^{n} x_i . \tag{2.7}$$

Оценку рассеяния относительно среднего значения называют средним квадратическим отклонением (соответствующий международный термин — стандартное отклонение) измеряемой величины и вычисляют по формуле

$$S(x) = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n}(x_i - \bar{x})^2}{n-1}}. \tag{2.8}$$

Поскольку число наблюдений n в группе ограничено, то, заново повторив серию наблюдений этой же величины, получим новое значение среднего

арифметического. Характеристикой его рассеяния является стандартное отклонение среднего арифметического:

$$S(\bar{x}) = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n}(x_i - \bar{x})^2}{n(n-1)}} = \frac{S(x)}{\sqrt{n}}. \qquad (2.9)$$

Значение отклонения $S(x)$ используют для оценки погрешности результата измерения с многократными наблюдениями.

При нормальном законе распределения плотности вероятностей результатов наблюдений и ограниченном числе наблюдений среднее арифметическое подчиняется закону распределения Стьюдента с тем же средним значением. Особенностью этого распределения является то, что доверительный интервал с уменьшением числа наблюдений расширяется по сравнению с нормальным законом распределения при той же доверительной вероятности. Для оценки доверительных границ случайной погрешности это отражается введением коэффициента t_q. Коэффициент t_q распределения Стьюдента зависит от числа наблюдений n и выбранной доверительной вероятности $P_д$; его значения являются табличными данными.

Правила обработки результатов многократных наблюдений учитывают следующие факторы:

– обрабатывается ограниченная группа из n наблюдений;

– результаты наблюдений x_i могут содержать систематическую погрешность;

– в группе наблюдений могут встречаться грубые погрешности;

– распределение случайных погрешностей может отличаться от нормального.

Обработку результатов проводят в следующем порядке.

1. Исключают все известные систематические погрешности из результатов наблюдений; введением поправок получают исправленные результаты.

2. Вычисляют среднее арифметическое исправленных результатов наблюдений $\bar{x}$ и принимают его за результат измерения.

3. По формуле (2.8) вычисляют оценку стандартного отклонения результатов наблюдений $S(x)$.

4. Проверяют наличие в группе наблюдений грубых погрешностей, используя соответствующий критерий. Исключают результаты наблюдений, содержащие грубые погрешности, и заново вычисляют x и $S(x)$.

5. Вычисляют оценку стандартного отклонения $S(x)$ среднего арифметического серии измерений по формуле (2.9).

6. Проверяют гипотезу о том, что результаты наблюдений принадлежат нормальному закону. Приближенно о характере распределения можно судить по гистограмме. При числе наблюдений $n < 15$ принадлежность результатов к нормальному распределению не проверяют, а доверительные границы случайной погрешности результата определяют лишь в том случае, если известно, что результаты наблюдений принадлежат нормальному закону.

7. Вычисляют доверительные границы ε случайной погрешности результата измерения при доверительной вероятности $P_д$:

$$\varepsilon = t_q S(\bar{x}), \tag{2.10}$$

где t_q — коэффициент Стьюдента.

8. Вычисляют границы неисключенной систематической погрешности (НСП) результата измерений, которая образуется из неисключенных систематических погрешностей метода и средства измерений, погрешностей поправок и т. д. При суммировании эти составляющие рассматривают как случайные величины. При отсутствии информации о законе распределения неисключенных составляющих систематических погрешностей их распределения принимают за равномерные и границы НСП результата измерения вычисляют по формуле

$$\theta = k\sqrt{\sum_{i=1}^{m}\theta_i^2}, \tag{2.11}$$

где k — коэффициент, определяемый принятой доверительной вероятностью; m — число неисключенных составляющих систематической погрешности; θ_i — граница i-й неисключенной составляющей систематической погрешности. Доверительную вероятность для вычисления границ НСП принимают такой же, как и при вычислении границ случайной погрешности результата измерений.

9. Вычисляют доверительные границы погрешности результата измерения. Если $\dfrac{\theta}{S(x)} < 0{,}8,$ то границы погрешности результата принимают $\Delta = \varepsilon$; если $\dfrac{\theta}{S(x)} > 8,$ то $\Delta = \theta$.

Если оба условия не выполняются $\left(0{,}8 < \dfrac{\theta}{S(\bar{x})} < 8\right),$ то вычисляют суммарное стандартное отклонение результата как сумму НСП и оценки стандартного отклонения:

$$S_\Sigma = \sqrt{\frac{1}{3}\sum_{i=1}^{m}\theta_i^2 + S(\bar{x})^2}. \tag{2.12}$$

Границы погрешности результата измерения в этом случае вычисляют по формуле $\Delta = \pm t S_\Sigma$.

Коэффициент t определяется эмпирической зависимостью:

$$t = \frac{\theta + s}{0{,}577\sqrt{\dfrac{1}{s}\sum_{i=1}^{m}\theta_i^2 + s(\bar{x})^2}}. \tag{2.13}$$

Межгосударственным стандартом ГОСТ 8.207–76 регламентирована также форма записи результата измерения. При симметричном доверительном интервале результат измерения представляют в виде $\overline{x} \pm \Delta$, $P_д$. При отсутствии данных о видах функции распределения составляющих погрешности результат вычисляется полиномами

$$y = A + Bx + Cx^2 + ... + Hx^m$$

или экспоненциальными функциями

$$y = A \exp(Bx),$$

где A, B, C, ..., H — постоянные коэффициенты.

Оценивание достоверности результата испытаний. Согласно принятому определению, испытание — это экспериментальное определение характеристик продукции в заданных условиях ее функционирования. Испытания являются важнейшим этапом создания образцов новой техники, и их результаты служат основанием для принятия решений по доработке конструкции и технологии, принятия решения о запуске в серийное производство и т. д. (рис. 2.31).

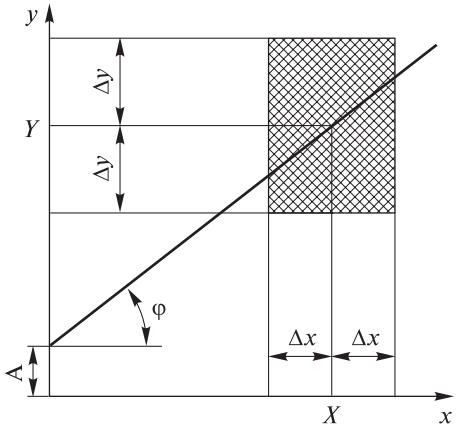


Рис. 2.31. Аппроксимация линейной функциональной зависимости

С метрологической точки зрения цель испытания заключается в нахождении посредством измерения истинного значения контролируемого параметра и оценивании степени доверия к нему. Как и при измерении, результат испытания контролируемого параметра отличается от своего истинного значения вследствие погрешности измерения параметра, а также из-за невозможности точно выдержать заданные номинальные условия испытания.

Для оценки качества результата испытания введено понятие погрешности испытания $\Delta_{исп}$. Формирование погрешности испытания показано на рис. 2.32. Требуется определить истинное значение контролируемого параметра изделия

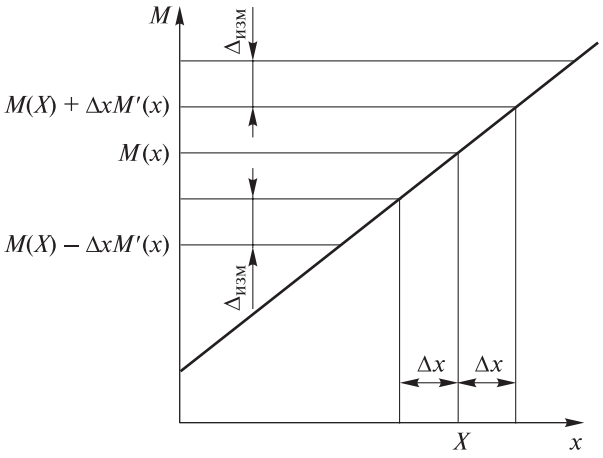


Рис. 2.32. Формирование погрешности испытания

$M(X)$ в условиях, характеризуемых номинальным значением испытательного воздействия (установки) X. Положим, что зависимость $M = M(x)$ линейная. Пусть погрешности измерения параметра и погрешность его установки заданы своими пределами: соответственно $\Delta_{изм}$ и Δx.

При отсутствии погрешности измерения $\Delta_{изм}$ параметра M возможный результат испытания находится в пределах $M_и = M(X) \pm \Delta x M'(x)$, где $M'(x)$ — производная от $M(x)$. Наличие погрешности измерения приводит к расширению интервала неопределенности результата испытания. С учетом погрешности измерения $\Delta_{изм}$ параметра M наибольшее по абсолютной величине значение погрешности испытания составит

$$\Delta_{исп} = \Delta_{изм} + \Delta x + M'(x). \tag{2.14}$$

Результат испытаний следует записать в виде

$$M_и = M_{изм} \pm \Delta_{исп}.$$

В общем случае, когда при испытании требуется задавать и поддерживать m параметров испытательных воздействий,

$$\Delta_{исп} = \Delta_{изм} + \sum_{i=1}^{m} \Delta x_i M'(x_i), \tag{2.15}$$

где Δx_i — погрешность установки i-го параметра условий испытания.

Считается, что погрешности испытания обладают всеми принципиальными свойствами погрешностей измерения. Поэтому они могут описываться теми же характеристиками, что и погрешности измерения.

Оценивание результата измерительного контроля. Стандартом на термины и определения в области испытаний и контроля качества продукции понятие «контроль» формулируется как проверка соответствия показателей качества продукции установленным требованиям. Контроль, осуществляемый

с применением средств измерений, называется измерительным контролем. Частным случаем измерительного контроля является допусковый контроль, при котором ставится задача установить, находится ли контролируемый параметр объекта контроля в пределах заданного допуска.

Необходимым условием измерительного контроля является наличие в нормативно-технической документации на объект допустимых значений контролируемого параметра или предельных отклонений параметра от его номинального значения.

По своей информационной сути процедуры измерения и контроля содержат общую операцию получения измерительной информации, но отличаются конечным результатом. Цель измерения заключается в нахождении значения величины, а результатом контроля является логическое заключение (суждения типа «годен – не годен», «брак – норма»), получаемое на основе измерительной информации.

Результат контроля должен сопровождаться указанием показателей достоверности контроля. Достоверность контроля — вероятность соответствия результата контроля действительному значению контролируемого параметра. В качестве оценок достоверности контроля введены понятия вероятности ошибок первого и второго рода.

Ситуация, когда годное в действительности изделие по результатам контроля признается негодным («ложный брак»), называется ошибкой первого рода. И наоборот, ситуация, когда негодное в действительности изделие по результатам контроля признается годным («необнаруженный брак»), называется ошибкой второго рода. Вероятность получения верного результата контроля: $P_в = 1 - (P_1 + P_2)$, где P_1, P_2 — вероятности ошибок первого и второго рода.

Возникновение таких ошибок поясним на примере контроля изделия, рассеяние измеряемого параметра x которого описывается некоторым распределением плотности вероятности $f(x)$ (рис. 2.33), где X — номинальное значение параметра; $X_в$ — его верхний предельный размер; $X_н$ — нижний предельный размер; $T_x = X_в - X_н$ — допуск параметра. Также на рис. 2.33 показано распределение плотности вероятностей погрешности $f(x)$ средства измерений, примененного для контроля. Поскольку средство измерений обладает собственной погрешностью, то по результатам измерений часть бракованных изделий (например, при $x = x_1$) может быть принята как годные. И наоборот, часть годных изделий будет забракована. Таким образом, при осуществлении измерительного контроля возникает метрологическая проблема — оценка влияния погрешности измерения контролируемого параметра на результаты контроля.

При контроле партии изделий вероятность ошибок первого и второго рода тем больше, чем больше дисперсия (или стандартное отклонение) погрешности измерения. В практике контроля партий изделий влияние погрешностей измерения оценивают двумя параметрами:

– m — число изделий (в процентах от общего числа измеренных), имеющих параметры, выходящие за допустимые пределы, но признанных годными (за счет ошибок второго рода);

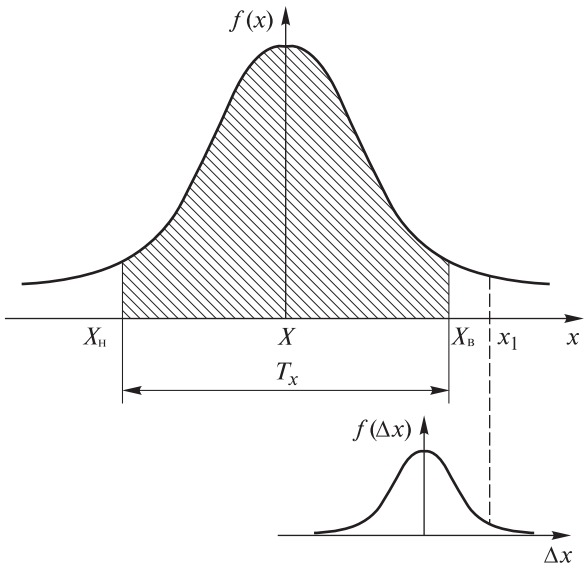


Рис. 2.33. Формирование распределения плотности вероятности *f*(*x*) ошибок контроля

– *n* — число изделий (в процентах от общего числа измеренных), имеющих параметры в пределах допустимых, но забракованных (за счет ошибок первого рода).

Параметры *m* и *n* определяют по таблицам в зависимости от законов распределения измеряемого параметра и погрешности:

$$A_\sigma = \left(\frac{\sigma}{T_x} \right) \cdot 100\ \%, \tag{2.16}$$

где σ — стандартное отклонение измерения, а также погрешности измерения; T_x — допуск контролируемого параметра (табл. 2.4). Меньшие значения *m* и *n* в интервалах соответствуют распределению погрешности измерения по нормальному закону, большие — по закону равной вероятности; для рассеивания значений измеряемого параметра принято нормальное распределение.

Таблица 2.4

Параметры ошибок контроля, %

A_σ	*m*	*n*
1,6	0,87–0,90	0,70–0,75
3	0,87–0,90	1,20–1,30
5	1,60–1,70	2,00–2,25
8	2,55–2,81	3,46–3,74
12	3,75–4,10	5,40–5,80
16	5,00–5,40	7,80–8,25

Порядок оформления отчета по лабораторной работе

Отчет оформляется в виде журнала лабораторных работ и должен содержать:

1) краткую теоретическую часть;

2) схематическое изображение или фотографию спектрометра высокого разрешения Ocean Optics HR-4000 с указанием его основных частей;

3) расчет погрешностей;

4) выводы.

Контрольные вопросы и задания

1. Дайте трактовку терминов: измерения, наблюдения, независимые наблюдения.

2. Дайте трактовку терминов: мера рассеяния, математическое ожидание, моменты первого и второго рода.

3. Приведите правила обработки многократных наблюдений.

4. Опишите порядок обработки результатов наблюдений.

5. Что такое коэффициент Стьюдента? Как вычисляется коэффициент Стьюдента?

6. Что такое оценка достоверности результатов испытаний?

7. Что такое оценка результатов измерительного контроля?

8. Что такое ошибки первого и второго рода?

9. Как происходит формирование ошибок контроля?

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 9.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ СВЕТОВОГО ПОЛЯ ИСТОЧНИКА ВИДИМОГО ИЗЛУЧЕНИЯ

Цель лабораторной работы: экспериментальное исследование светового поля источника видимого излучения с помощью фотометра.

Задание по лабораторной работе

1. Установить исследуемую лампу на нуль гониометра и, перемещая фотометр вдоль скамьи, добиться одинаковой освещенности обеих частей фотометрического поля.

2. Отсчитать положение фотометра по шкале на скамье и найти расстояния r и r_1.

3. Повернув фотометр около горизонтальной оси на 180°, вновь сравнять освещенности и найти значения r' и r_1'.

4. Выполнить те же измерения и вычисления при повороте исследуемой лампы на 15°, 30°, 45° и т. д. до 360°.

5. Результаты измерений и вычислений внести в таблицу.

№	φ	Расстояние от фотометра до ламп		Расстояние до ламп после поворота фотометра на 180°		$I = \frac{rr'}{r_1 r_1'}$
		r	r'	r_1	r_1'	

Здесь r и r' — расстояния до исследуемой лампы; r_1, r_1' — расстояние до эталонной лампы.

6. Начертить в полярных координатах кривую (индикатриссу) распределения силы света исследуемого источника.

7. Проанализировав полученные результаты, заполнить отчет по лабораторной работе и представить его к защите.

Необходимые приборы и принадлежности

1) фотометрическая скамья, состоящая из двух направляющих труб длиной более 3 м, установленных параллельно друг другу. На одной из труб нанесена шкала от 0 до 3 м (для определения расстояния между установленными на скамье приспособлениями). Цена деления шкалы 1 мм;

2) фотометр (фотометрическая головка), укрепленный на передвижной каретке;

3) эталонная электрическая лампа, укрепленная на передвижной каретке;

4) испытуемая лампа, укрепленная в держателе, установленном на подвижной каретке. Держатель с лимбом (гониометр) предназначен для вращения деталей (в данном случае испытуемой лампы) вокруг вертикальной оси. Цена деления лимба 1°. Для удобства отсчета лимб изготовлен из прозрачного материала и имеет подсветку, включаемую на момент отсчета кнопочным включателем.

Методические указания по выполнению лабораторной работы

Фотометрирование заключается в сравнении освещенности двух поверхностей, создаваемой исследуемыми источниками света.

Если два точечных источника с силами света I и I_1 создают одинаковую освещенность двух поверхностей, а расстояния между источниками света и освещаемыми поверхностями соответственно равны r и r_1, то можно записать условие равенства освещенностей в виде

$$\frac{I}{r^2} = \frac{I_1}{r_1^2}. \tag{2.17}$$

Равенство (2.17) позволяет определить отношение сил света источников.

В данной работе одна из ламп (укрепленная на каретке справа от фотометрической головки) служит эталоном, ее силу света условно считают равной единице ($I = 1$). Другая лампа, помещенная на каретке слева от фотометрической головки, с гониометром, имеет неизвестную силу света. Если в равенстве (2.17) по условию опыта сила света эталонной лампы $I = 1$, тогда сила другой лампы определяется равенством:

$$I = \frac{r^2}{r_1^2}. \tag{2.18}$$

Установка, с помощью которой выполняют фотометрические измерения, состоит из фотометрической скамьи с укрепленными на ее концах двумя источниками света (лампами) и фотометра, укрепленного на каретках, которые могут перемещаться вдоль скамьи.

Внимание! Учитывая, что эталонная и исследуемая лампы с помощью юстировочных винтов установлены строго по оптической оси, вращать указанные винты запрещается, так как это приведет к неправильным результатам измерения.

Устройство фотометрической головки

Фотометрическая головка устанавливается на одной из кареток между двумя источниками света, освещающими находящуюся в корпусе головки двухстороннюю приемную белую матовую пластинку. Свет, отраженный поверхностями пластины, направляется призмами через фотометрический кубик в окулярную трубу головки. Оптическая схема фотометрической головки изображена на рис. 2.34.

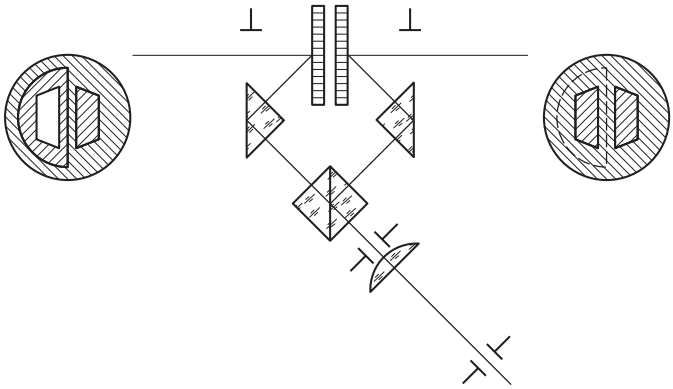


Рис. 2.34. Оптическая схема фотометрической головки

В фотометрической головке применен кубик с контрастными полями. Через участки поля (см. рис. 2.34, слева) с одинаковой штриховкой видна одна из сторон приемной пластины. На пути света, проходящего через одну из внутренних трапеций поля кубика (см. рис. 2.34, левая сторона оптической схемы головки) и отражающегося во второй трапеции (см. рис. 2.34, справа), помещены плоскопараллельные стеклянные пластины. Около 8 % света теряется при отражении на этих пластинах. Вследствие этого при фотометрическом равновесии, когда яркость обеих сторон приемной пластины головки одинакова, видимое в окуляр поле имеет вид, представленный на рис. 2.34 справа; на фоне равномерной яркости видны две несколько более темные, чем фон, трапеции. Контрастные пластинки могут быть выведены из поля зрения поворотом рукояток, и тогда при световом равновесии фотометрическое поле будет иметь вид круга равномерной яркости без всякого рисунка (если оно будет одноцветным).

При проведении фотометрических измерений необходимо все части установки (источник света, приемные пластины, экраны и пр.) расположить по

оси скамьи. Для этой цели служат визирные сетки фотометрической головки. На время центровки приемную пластину вынимают из корпуса головки, а визирными сетками закрывают с обеих сторон образовавшееся при этом в корпусе головки сквозное отверстие (при фотометрировании визирные сетки должны быть отодвинуты в сторону).

Для того чтобы рассеянный свет не попадал на приемную пластину головки, с обеих сторон ее устанавливают специально для этого предназначенные бархатные экраны.

Во избежание ошибки, возникающей вследствие различных потерь света, проходящего через оптическую систему головки двумя различными путями, каждое фотометрическое измерение следует проводить при двух положениях фотометрической головки, разворачивая ее вокруг горизонтальной оси на 180°. В этом случае в качестве расстояний r и r_1 берут их среднеарифметические значения r и r_1', и расчетная формула принимает вид

$$I = \frac{rr'}{r_1 r_1'}. \qquad (2.19)$$

Порядок оформления отчета по лабораторной работе

Отчет оформляется в виде журнала лабораторных работ и должен содержать:

1) краткую теоретическую часть;

2) схематическое изображение или фотографию фотометра с указанием его основных частей;

3) числовые результаты эксперимента;

4) графическую зависимость распределения силы света исследуемого источника;

5) выводы.

Контрольные вопросы и задания

1. Как связаны световой поток и мощность источника света?
2. Дайте определение освещенности.
3. Дайте определение силы света.
4. Дайте определение яркости.
5. В чем заключается принцип фотометрии?
6. Изобразите устройство простейшей фотометрической головки.
7. Для чего нужны контрастные пластины в фотометре (рис. 2.34)?
8. Почему необходимы две системы световых единиц: освещенность — Вт/м^2 и люкс? Световой поток — Вт и люмен? Сила света — Вт/стерад и кандела?
9. Изобразите кривую чувствительности глаза к длинам волн.
10. Чему равен механический эквивалент света и для чего он применяется?

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 10. ДИСПЕРСИЯ. НАБЛЮДЕНИЕ СПЕКТРОВ

Цель лабораторной работы: ознакомление с назначением, характеристиками и устройством монохроматора; проведение его градуировки; применение градуировки монохроматора для определения длин волн источников света.

Задание по лабораторной работе

1. Подготовить монохроматор к работе.
2. Провести градуировку монохроматора.
3. Провести наблюдение спектров излучения и поглощения.
4. Выполнить измерение длины волны излучения лазера.
5. Выполнить исследование неизвестного спектра.

Методические указания по выполнению лабораторной работы

Основной характеристикой волн является длина волны λ, которая связана с частотой волны ν и ее скоростью c соотношением $\lambda \rightleftarrows = \rightleftarrows c/\nu$.

Длина электромагнитных волн лежит в широких пределах: от значений порядка 1000 м (радиоволны) до 10^{-10} см (гамма-излучение). *Свет* — электромагнитные волны с длиной волны 400...800 нм. Цвет света (субъективное восприятие объективной физической характеристики света — частоты волны) определяется частотой электромагнитной волны. Для красного света $\lambda_{кр} \approx 800$ нм, зеленого — $\lambda_з \approx 550$ нм, фиолетового — $\lambda_ф \approx 400$ нм.

Световые волны строго определенной длины волны называются *монохроматическими* (одноцветными). Смешанные в определенной пропорции световые волны различных длин волн дают белый свет (цвет). Ни один из источников света не дает строго монохроматического света, т. е. волну строго одной длины.

В вакууме световые волны с различной длиной волны распространяются с одинаковой скоростью $c = 300\,000$ км/с. Но в каком-либо веществе (среде) скорость света меньше, чем в вакууме. В результате этого наблюдается явление преломления света при переходе света из одной среды в другую.

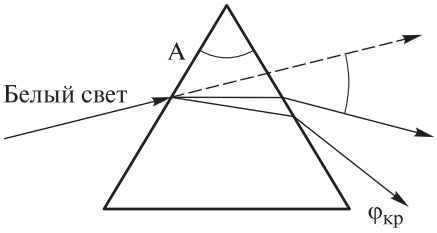


Рис. 2.35. Дисперсионная призма

Абсолютный показатель преломления среды n показывает, во сколько раз скорость света в вакууме больше, чем в данной среде: $v = \rightleftarrows c/n$.

Кроме того, скорость света в среде зависит от его длины волны: $v = f(\lambda)$. Это явление называется *дисперсией*. Дисперсия приводит к тому, что показатели преломления для света различных длин волн различны. Например, для воды $n_{кр}$ (красный свет) = 1,331; $n_{ф}$ (фиолетовый свет) = 1,344.

Явление дисперсии можно наблюдать с помощью призмы (рис. 2.35), в которой световые лучи преломляются дважды — на передней и задней поверхности призмы. С помощью призмы свет разлагается в *спектр*.

Вид спектров от различных источников света весьма разнообразен. Спектры *излучения* можно подразделить на три типа.

Непрерывные (или *сплошные*) спектры дают светящиеся тела, находящиеся в твердом или жидком состоянии, а также плотные газы. В сплошном спектре нет разрывов, что означает присутствие в излучении света всевозможных длин волн. Сплошные спектры дают, например, лампы накаливания.

Линейчатые спектры дают все вещества в газообразном атомарном (но не молекулярном) состоянии. Такие спектры — это «частокол» цветных линий различной яркости, разделенных темными промежутками. Для наблюдения линейчатых спектров используют свечение газов или паров веществ в пламени или электрической дуге, а также газовый разряд в трубке, наполненной исследуемым газом или паром при низком давлении.

Полосатые спектры состоят из отдельных полос, разделенных темными промежутками. Полосы образуются путем наложения большого числа близко расположенных линий. Полосатые спектры создаются не атомами, а молекулами и наблюдаются в твердых и жидких образцах.

Если пропускать белый свет сквозь холодный газ, жидкость, раствор, прозрачное твердое тело, то на фоне непрерывного спектра источника наблюдаются темные линии или полосы. Такие спектры называются спектрами *поглощения* (*абсорбции*).

Спектры несут огромную информацию об их источниках. Изучение спектров позволяет определить температуру излучающего тела, его химический состав, характер движения источника, энергетические характеристики атомов и молекул и т. д.

Монохроматор — один из видов спектральных приборов, предназначенный для разложения излучения в спектр в целях последующего определения физической природы источника этого излучения. Для этого спектр должен быть «растянут» настолько, чтобы в нем не перекрывались узкие участки (линии) спектра. Число, положение и относительные интенсивности этих линий строго индивидуальны и характерны для каждого вещества.

В данной лабораторной работе изучается монохроматор УМ2 (универсальный монохроматор, модель 2), предназначенный для спектральных

исследований видимого и частично инфракрасного и ультрафиолетового излучения. Разложение света здесь осуществляется на основе явления дисперсии. Диспергирующим элементом в нем является стеклянная *призма Аббе*.

Оптическая схема монохроматора приведена на рис. 2.36. Конденсорная линза предназначена для увеличения яркости освещения щели. Ширина

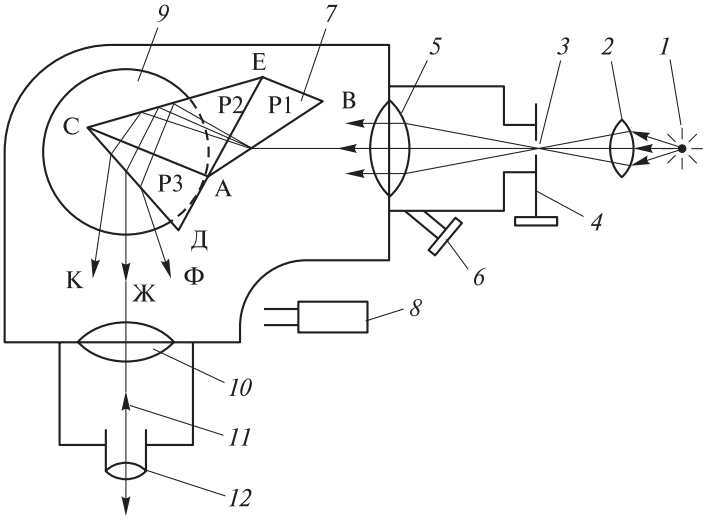


Рис. 2.36. Оптическая схема монохроматора:

1 — исследуемый источник света; *2* — конденсорная линза; *3* — входная щель; *4*, *6* — микрометрический винт; *5* — объектив; *7* — призма Аббе; *8* — барабан; *9* — столик; *10* — объектив зрительной трубы; *11* — острие иглы (визир); *12* — окуляр

входной щели *3* регулируется микрометрическим винтом *4*. Объектив *5* формирует параллельный пучок света и направляет его на переднюю грань призмы. Точная настройка (подвижка) этого объектива проводится с помощью микрометрического винта *6*. Призма Аббе *7* установлена на столике *9*, который приводится во вращение барабаном *8*. С помощью объектива *10* зрительной трубы изображение входной щели монохроматора формируется вблизи фокальной плоскости окуляра *12*. В этой же плоскости помещен визир *11* — острие иглы. Это позволяет при визуальном наблюдении через окуляр одновременно видеть резкие изображения входной щели (вертикальные полоски света) и визира. Когда столик, на котором укреплена призма, барабаном поворачивается относительно вертикальной оси, спектр также поворачивается, перемещаясь горизонтально, и в поле зрения окуляра попадают разные участки спектра.

Рекомендации к выполнению заданий по лабораторной работе

Пункт 1. Осмотрите монохроматор, проверьте соответствие комплекта установки рисунку на планшете, который прилагается к прибору. Прочтите имеющиеся на приборах информационные таблички. Пользуясь рисунком на планшете, уясните назначение узлов и ручек управления монохроматором. Рассмотрите блок питания, ртутную и неоновую лампы.

На блоке питания включите тумблер «Сеть». На основании монохроматора расположены тумблеры включения освещения шкал и окулярного визира.

В поле зрения окуляра наблюдается окулярный указатель — визир *11* (см. рис. 2.36), вертикальное острие иглы. Вращая обечайку окуляра, сделайте визир максимально резким. Поворачивая диск со светофильтрами наверху окуляра, можно изменять цвет подсветки визира. Следует использовать цвет, ближайший к цвету наблюдаемого участка спектра. Интенсивность подсветки визира подбирается регулятором, расположенным рядом с его выключателем.

Изучите шкалу отсчетного барабана. Деления на барабане нанесены в градусных единицах φ° (2°/дел). Убедитесь, что при прохождении всего барабана отсчетный флажок с риской не сходит с направляющей канавки барабана (при вращении барабана флажок необходимо придерживать пальцем). Отсчет делений ведется по специальной риске с точкой на флажке.

Установите на рельс ртутную лампу вплотную к входной щели монохроматора. Питание лампы осуществляется от специального блока.

Внимание! Ртутная лампа наряду с видимым светом излучает ультрафиолет, вредный для глаз. Во избежание ожогов сетчатки глаза лампа помещена в непрозрачный футляр с окошком, направленным в сторону щели монохроматора.

Раскройте входную щель на достаточно большую ширину (ручка микрометрического винта *4*). Рукоятку затвора поставьте в положение «Откр.».

Приблизив глаз к окуляру монохроматора, вращением барабана *8* пройдите вначале весь спектр в любом направлении. В поле зрения должны наблюдаться вертикальные полосы от красного до фиолетового цветов.

Вращая барабан *8*, найдите в спектре и установите в поле зрения окуляра яркую двойную желтую линию. Постепенно уменьшая ширину щели и пользуясь ручкой фокусировки *6*, добейтесь, чтобы линии стали максимально контрастными — тонкими и яркими. Желтый дублет ртути должен четко различаться.

При просмотре всего спектра ртути по краям барабана должен оставаться некоторый запас делений.

Пункт 2. Градуировка выполняется по *линейчатым* спектрам газов, длины волн спектральных линий которых уже известны. В данной лабораторной работе монохроматор градуируется по спектрам паров ртути и инертного газа неона.

Номер, цвет, длины волн для всех линий в спектре ртути в диапазоне видимого света 400...710 нм указаны в табл. 2.5. Этот спектр излучается в низковольтном дуговом разряде однозарядными ионами ртути.

Таблица 2.5

Соответствие цвета определенной длине волны

Цвет линии	λ, нм	Яркость	Цвет линии	λ, нм	Яркость
Красная	709	20	Зеленая	529	2
–//–	708	25	–//–	521	2
–//–	691	25	–//–	513	2
–//–	671	16	–//–	512	4
Оранжевая	625	3	–//–	510	2
–//–	612	2	–//–	502	4
–//–	607	2	–//–	499	3
Желтая	587	2	Сине-зеленая	492	10
–//–	585	6	–//–	489	3
–//–	580	14	–//–	482	3
Яркий желтый дублет	579	100	Синяя яркая	436	400
	577	24	–//–	435	40
–//–	567	16	–//–	434	4
Зеленая	555	3	–//–	434	30
Зеленая яркая	546	320	Фиолетовая	411	4
–//–	538	3	–//–	408	12
–//–	535	6	–//–	405	180

Для получения полного спектра ртути необходимо очень хорошо настроить прибор и использовать качественную ртутно-кварцевую лампу. В студенческой лаборатории удается наблюдать наиболее яркие линии этого спектра (яркость линий дана в специальных единицах).

Обычно хорошо наблюдается одна из оранжевых линий, две близко расположенные желтые линии (дублет), одна яркая зеленая, сине-зеленая (голубая) и синяя яркая. Красные линии спектра и фиолетовую (405 нм), несмотря на относительную яркость последней, наблюдать визуально сложно, так как их цвета лежат на границах цветового восприятия человеческого глаза. Но при достаточно хорошей настройке прибора их все же удается наблюдать. Надо понимать, что цвет — характеристика достаточно субъективная, и то, что один наблюдатель назовет красным (или синим), другой может назвать оранжевым (или фиолетовым).

Отождествление линий в спектрах — трудоемкая и кропотливая работа. Для ее облегчения приведена схема расположения линий в спектре ртути (рис. 2.37, *а*) и их относительные интенсивности (рис. 2.37, *б*).

Начиная с фиолетового конца спектра, вращая барабан «на себя», поставьте напротив визира первую наблюдаемую линию спектра.

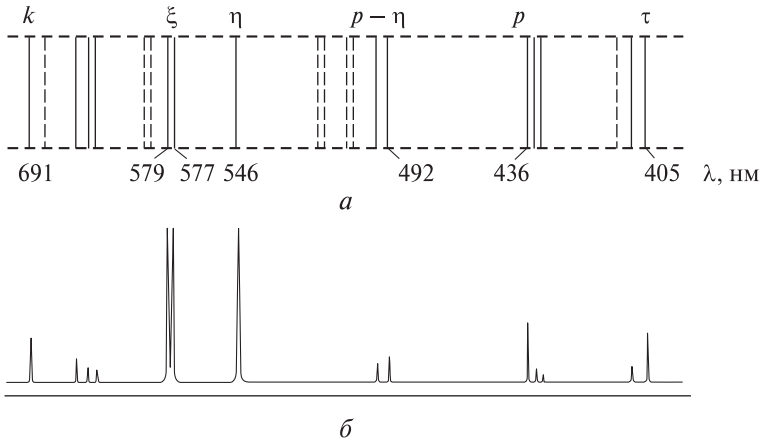


Рис. 2.37. Схема расположения линий в спектре ртути

Внесите значение длины волны линии и отсчет по барабану в таблицу отчета.

Продолжайте градуировку. Отождествите наиболее характерные линии: яркую синюю, очень яркую зеленую, одну из желтого дублета и т. д. Возможно, удастся наблюдать крайнюю фиолетовую и одну из красных линий.

Оцените «*на глазок*» яркость линий по условной *десятибалльной шкале*. Самой яркой линии присваивается знак 10, самой слабой – 1.

После завершения измерений ртутного спектра выключите ртутную лампу. Ее повторное включение возможно не ранее чем через 5...10 мин.

Замените ртутную лампу на неоновую с питанием от напряжения 220 В. Отождествите несколько линий спектра неона. Из спектра неона можно, например, выбрать линию 630 нм из тройки оранжевых линий и две-три другие линии (рис. 2.38).

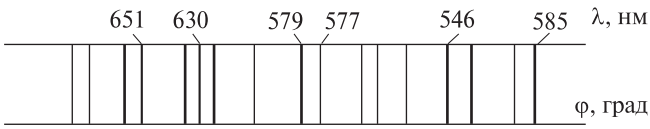


Рис. 2.38. Спектр неона

Градуировочные кривые, построенные по спектру ртути и по спектру неона, на границе должны плавно сопрягаться.

Постройте на миллиметровой бумаге градуировочный график, как показано на рис. 2.38, откладывая по горизонтальной оси деления φ по барабану, а по вертикальной оси — длину волны λ. (Еще лучше, если построение градуировочного графика ведется одновременно с измерениями и заполнением таблицу отчета. Тогда будет сразу видно, что какая-либо точка не ложится на плавную кривую, и ее следует измерить вновь.) Угловую координату φ по оси абсцисс (рис. 2.39) откладывают в порядке убывания.

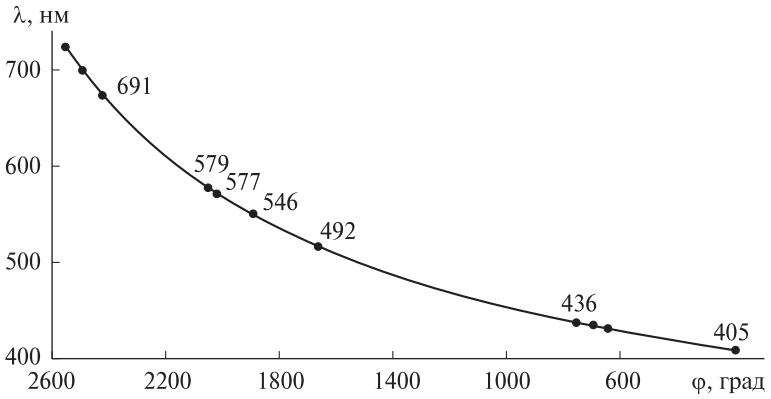


Рис. 2.39. Пример градуированного графика

Это сделано для того, чтобы точки на графике соответствовали расположению линий спектра в поле зрения трубы монохроматора. В начале построения графика точки наносят аккуратно остро отточенным карандашом. Если возникает разброс точек, то следует перепроверить отождествление линий на этом участке. После уточнения точки следует отметить более четко. У точек, соответствующих наиболее ярким линиям, укажите длину волны. Соедините точки кривой линией. График должен представлять собой гладкую монотонную кривую, проходящую через каждую измеренную точку.

Пункт 3. Источником сплошного спектра является лампа накаливания. Установите осветитель с лампой накаливания на рельс монохроматора и пронаблюдайте сплошной спектр лампы.

Для наблюдения спектров поглощения в данной лабораторной работе используются интерференционные фильтры, пропускающие свет в очень узком интервале длин волн. Вставьте один из фильтров в держатель, укрепленный на монохроматоре. Измерьте длину волны середины полосы пропускания фильтра.

Сравните полученное значение с указанным на фильтре и сделайте вывод о точности измерений.

Оцените качество фильтра: нет ли других, кроме основной, полос пропускания; насколько узка полоса пропускания.

Пункт 4. С помощью градуировочной кривой, построенной для данного спектрального аппарата *в данных условиях*, можно определять длину волны линий в спектре любого неизвестного излучения. В данной лабораторной работе исследуется спектр газа, полученный в тлеющем разряде.

Установите трубку с газом на рельс прибора вплотную к щели. Подключите ее к источнику питания. Отрегулируйте положение лампы так, чтобы линии в спектре были максимально яркими.

Для каждой спектральной линии измерьте угловую координату φ по шкале измерительного барабана. По градуировочному графику для каждой линии по значениям угла φ определяется длина волны λ (см. табл. 2.5).

Полученная таблица может быть сверена со значениями, взятыми из спектральных таблиц.

Описанные выше операции составляют основу метода идентификации вещества по его спектру – так называемого качественного спектрального анализа.

Порядок оформления отчета по лабораторной работе

Отчет оформляется в виде журнала лабораторных работ и должен содержать:

1) краткую теоретическую часть;

2) схематическое изображение или фотографию монохроматора с указанием его основных частей;

3) числовые результаты эксперимента;

4) фотографии или эскизы полученных спектров;

5) выводы.

Контрольные вопросы и задания

1. Изобразите оптическую схему монохроматора, основные функциональные узлы.

2. Что такое свет, световая волна? Каковы свойства света?

3. Что такое дисперсия, монохроматическая волна?

4. Назовите виды спектров излучения. Дайте краткую характеристику каждого спектра.

5. Что такое показатель преломления среды, абсолютный показатель преломления среды?

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 11. ЭЛЕКТРОННАЯ МИКРОСКОПИЯ

Цель лабораторной работы: получение практических навыков в области подготовки и исследования различных образцов на РЭМ Zeiss Ultra 55 (www.zeiss.ru).

Задание по лабораторной работе

1. Изучить общие принципы работы с РЭМ Zeiss Ultra 55 (домашняя подготовка). Выбрать один из предназначенных для проведения работы образцов: один из образцов — по выбору преподавателя. Подготовить образцы к сканированию.

2. Осуществить подбор ускоряющего напряжения в соответствии с выбранным образцом и режимом исследования (2...20 кВ), осуществить загрузку образцов.

3. Получить предварительное изображение. Провести фокусировку и настройку стигмаций для получения наиболее четкого изображения.

4. Провести сканирование при разных режимах сканирования (InLens и SE2) и при разных увеличениях. Сохранить результаты сканирования.

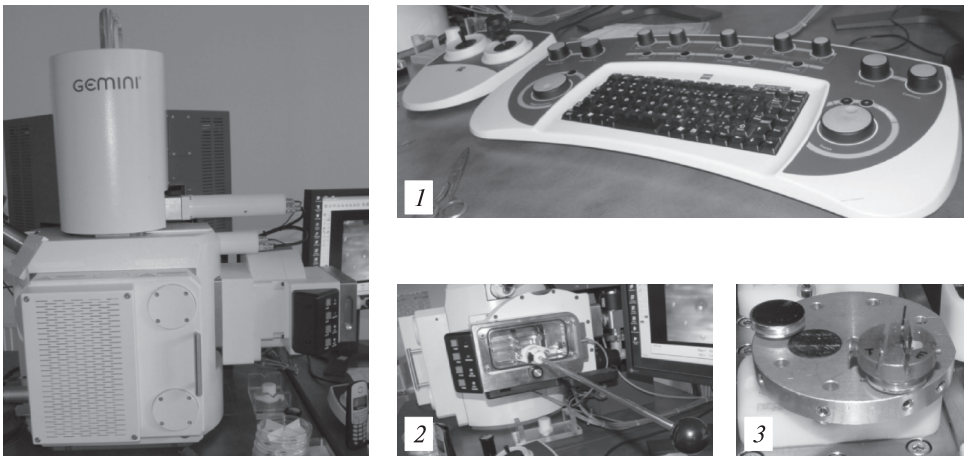
5. Выполнить исследование влияния режимов сканирования на результаты сканирования. Проанализировать результаты работы, сформулировать краткие выводы по лабораторной работе, оформить отчет и представить его к защите.

Методические указания по выполнению лабораторной работы

Перед выполнением заданий данного практического упражнения необходимо изучить строение сканирующего электронного микроскопа, основные характеристики, режимы сканирования, особенности подготовки образцов к сканированию.

Состав лабораторного стенда. Лабораторный стенд состоит из (рис. 2.40) камеры загрузки, предметного столика, пульта управления.

Подготовка образцов к сканированию. Перед сканированием образца необходимо убедиться, что образец не загрязнен и его размеры не превышают



а *б*

Рис. 2.40. Лабораторный стенд на базе растрового электронного микроскопа Zeiss Gemini Supra 55:

а — общий вид; *б* — компоненты стенда: *1* — пульт управления; *2* — камера загрузки; *3* — предметный столик

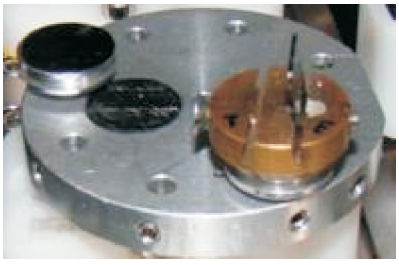


Рис. 2.41. Держатели на предметном столике с закрепленными образцами

размеры предметного столика. Если проводится сканирование торца образца, то необходимо уменьшить размеры образца и закрепить в вертикальном держателе (рис. 2.41). При этом необходимо сохранить торцевую часть неповрежденной.

Подбор ускоряющего напряжения. InLens-метод — детектирование первичного электронного луча с помощью комбинирования электростатических и электромагнитных линз для захвата пучка электронов. Данный метод сканирования позволяет получить наилучшие данные о рисунках на поверхности сканируемого образца или на его торцевом срезе. Однако метод позволяет сделать лишь предварительные выводы о рельефе образца (относится к структурам с неярко выраженным рельефом).

SE2-метод — детектор закреплен на стенке измерительной камеры. Улавливает вторичное излучение электронов и вторично возбужденное излучение, исходящее от образца после попадания и прохождения через него первичного электронного пучка. Является наиболее предпочтительным режимом для получения точных характеристик рельефа поверхности сканируемого образца.

ESB-метод — детектор расположен совместно с последней электромагнитной линзой на конусе колонны электронной пушки. Проводит сканирование по энергии и углу наклона. Дает наилучшие результаты о наличии

включений на поверхности сканируемого образца. Позволяет делать контрастные снимки при низких значениях ускоряющего напряжения.

BSE-метод — аналогичен EsB-методу. Но позволяет получить еще более контрастное и рельефное изображение поверхности сканируемого образца.

VPSE, EDX — специальные режимы сканирования. В данной работе рассматриваться и использоваться не будут.

Значения ускоряющего напряжения приведены в табл. 2.6.

Таблица 2.6

Значения ускоряющего напряжения

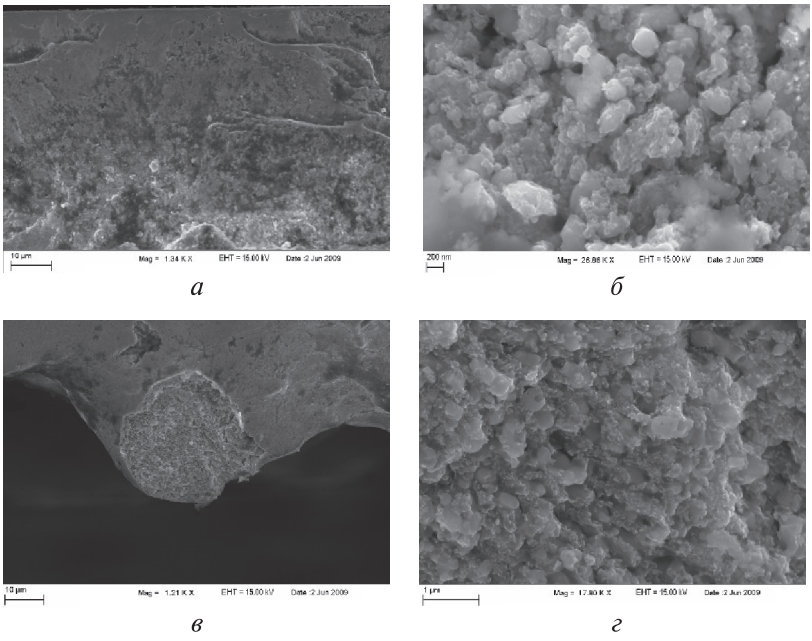
Метод детектирования	Ускоряющее напряжение	Рабочее расстояние, мм	Режим вакуума
Inlens	100 В–20 кВ	< 10	ВВ
SE2	1–30 кВ	> 4	ВВ
ESB	100 В–20 кВ	2–9	ВВ
BSE	5–30 кВ	7–12	ВВ/СВВ
VPSE	5–30 кВ	7–12	СВВ
EDX	5–30 кВ	8,5	ВВ/СВВ

Примечание. ВВ — высокий вакуум, стандартный режим работы СЭМ; СВВ — сверхвысокий вакуум, особый режим работы, для его достижения необходимо дополнительное оборудование (насос повышенной мощности).

Загрузка образцов проводится в соответствии с инструкцией по работе с камерой предварительного вакуума и с включенной внутренней видеокамерой (см. инструкцию по работе с микроскопом). Для начала необходимо переместить предметный столик из камеры измерений (КИ) в камеру предварительного вакуума (КПВ). Сначала необходимо закрыть шлюз камеры электронной пушки. Для этого в программе работы с микроскопом необходимо нажать кнопку *Close chamber valve*. После чего выполнить скрипт «Смена образца» (*Change Specimen*), который автоматически переведет предметный столик в положение выгрузки/загрузки. Нажать кнопку *Pump* на панели управления КПВ для выравнивания давления между КИ и КПВ, затем нажать кнопку *Open Gate*, дождаться открытия внутреннего шлюза, разделяющего КИ и КПВ. Ввести щуп в камеру, предварительно ослабив фиксатор, подвести щуп к предметному столику и завинтить в него щуп, после чего перенести столик на стапели в КПВ, не допуская переворота столика, затем вывинтить щуп и зафиксировать в исходном положении. После можно закрывать КПВ. Для этого необходимо нажать кнопку *Close Gate*, предварительно отключив кнопку *Open Gate*. После того как индикатор *Gate Closed* будет непрерывно гореть, можно открыть баллон с азотом, нажать кнопку *Purge*, дождаться, пока камеру можно будет открыть, после чего перекрыть доступ азота. Азот необходим для «затепления» КПВ, т. е. достижения равенства внешнего давления и внутреннего (в КПВ). Поместить на предметный столик образцы (есть специальные держатели с клейкой поверхностью,

если будет необходимо провести сканирование под углом). Для торцевого сканирования существует специальный держатель. В него можно поместить сразу два образца для торцевого сканирования. После этого проводится закрытие КПВ, нажать на кнопки *Purge* и *Pump* (кнопка *Purge* будет в выключенном состоянии). В КПВ будет вновь установлен вакуум и сравнен с давлением в КИ. Нажать кнопку *Open Gate*, дождаться открытия шлюза между КПВ и КИ. Провести загрузку предметного столика с помощью щупа. Вернуть щуп в исходное положение. Выключить кнопку *Open Gate*, нажать кнопку *Close Gate*. После закрытия шлюза, когда загорится индикатор *Gate Closed*, выключите кнопку *Pump* и нажмите *Purge*. Запустите скрипт *Scanning* для перемещения столика к сканированию.

Получение предварительного изображения. В верхней части основного окна, в строке с кнопками быстрого вызова, выбрать пункт «Ускоряющее напряжение» и установить необходимое значение. В правом нижнем углу основного окна программы включить ускоряющее напряжение. Сменить изображение на экране на сканирование в соответствующем режиме. Сделать минимальное увеличение, выбрав максимальную скорость сканирования,



а *б*

в *г*

Рис. 2.42. Примеры исследования образцов (40 × 13 — полированный образец, сплав железа и свинца, класс шероховатости 14) средствами электронной микроскопии:

а — скан края образца; *б* — зернистость образца на месте дислокации; *в* — микронеровность, вызванная погрешностью технологического процесса; *г* — зернистость металла на микронеровности

после чего произвести первичную фокусировку. Приблизить образец к сканеру в соответствии с рабочим расстоянием. Для этого переключить на видеокамеру и с помощью джойстика поднять образец к сканеру. Затем провести подстройку фокусировки. Изображение необходимо увеличить, пока не будет охвачена область, необходимая для детального сканирования. Выставить четвертую скорость сканирования, что даст хорошее качество изображения. На экране с небольшой скоростью начнет появляться изображение хорошего качества. Когда один кадр будет отрисован, нажать на клавиатуре кнопку *Freeze* для постановки сканера в режим ожидания. Изображение на экране и есть предварительное изображение. Увеличить край образца. По нему провести точную настройку фокусировки и стигмаций с помощью вращения соответствующих ручек на управляющей клавиатуре. После получения наиболее четкого изображения можно переходить к непосредственному сканированию образца. Следует учитывать, что если образец имеет значительную дифференциацию высот поверхности, то для получения качественных изображений следует своевременно подстраивать фокусировку.

Сканирование образца. Осуществить сканирование выданного преподавателем образца. Переместить сканер на необходимый участок образца. Увеличить и провести детальное сканирование с сохранением изображений. Провести сканирования в указанных в задании режимах.

Проанализировать влияние режима сканирования на качество получаемых изображений (рис. 2.42). Ответ обосновать.

Порядок оформления отчета по лабораторной работе

Отчет оформляется в виде журнала лабораторных работ и должен содержать:

1) краткую теоретическую часть;

2) схематическое изображение или фотографию РЭМ Zeiss Ultra 55 с указанием его основных частей;

3) краткое описание исследуемого образца;

4) фотографии или эскизы образцов и результатов сканирования;

5) последовательность загрузки образцов;

6) выводы.

Контрольные вопросы и задания

1. Какие условия необходимо соблюдать при сканировании диэлектриков?

2. В чем особенности каждого из режимов сканирования?

3. Какие из режимов сканирования наиболее предпочтительны в данной работе? Ответ обосновать.

4. По какой причине в камере сканирования должен поддерживаться высокий вакуум?

5. Назовите искажение, вносимое при низких и высоких ускоряющих напряжениях.

6. Перечислите основные панели управления РЭМ Zeiss Ultra 55.

7. Опишите идеальные условия сканирования.

8. Расскажите о методах очистки образцов перед сканированием.

9. Как влияет астигматизм на получаемые изображения?

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 12. РАСТРОВАЯ МИКРОСКОПИЯ

Цель лабораторной работы: получение практических навыков в области подготовки и исследования различных образцов на рентгеноспектральном микроанализаторе, являющемся дополнительным оборудованием для РЭМ Zeiss Ultra 55.

Задание по лабораторной работе

1. Изучить общие принципы работы с рентгеноспектральным микроанализатором, его функциональный состав, особенности работы (домашняя проработка). Выбрать один из предназначенных для проведения работы образцов: один из образцов выбирает преподаватель. Подготовка образцов к сканированию.
2. Провести загрузку образцов.
3. Выполнить сканирование с помощью рентгеноспектрального микроанализатора с ускоряющим напряжением от 15 до 20 кВ. Сохранить результаты сканирования. Проанализировать состав образца. Сделать выводы о неизвестных включениях.
4. Проанализировать результаты лабораторной работы, сформулировать краткие выводы по работе, оформить отчет и представить его к защите.

Методические указания по выполнению лабораторной работы

Перед выполнением заданий данного практического упражнения необходимо изучить общие принципы работы с рентгеноспектральным микроанализатором, его функциональный состав, особенности работы и подготовку к сканированию (домашняя проработка). Обязательным условием является успешное выполнение и защита лабораторной работы № 11 «Электронная микроскопия».

Подготовка образцов к сканированию. Перед сканированием образца необходимо убедиться, что образец не загрязнен и его размеры не превышают размеры предметного столика. Если проводится сканирование торца образца, то необходимо уменьшить размеры образца и закрепить в вертикальном

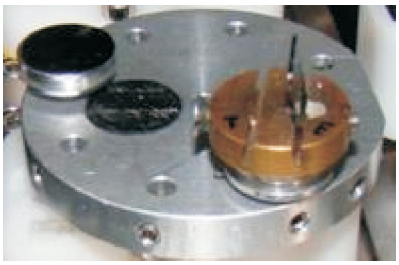
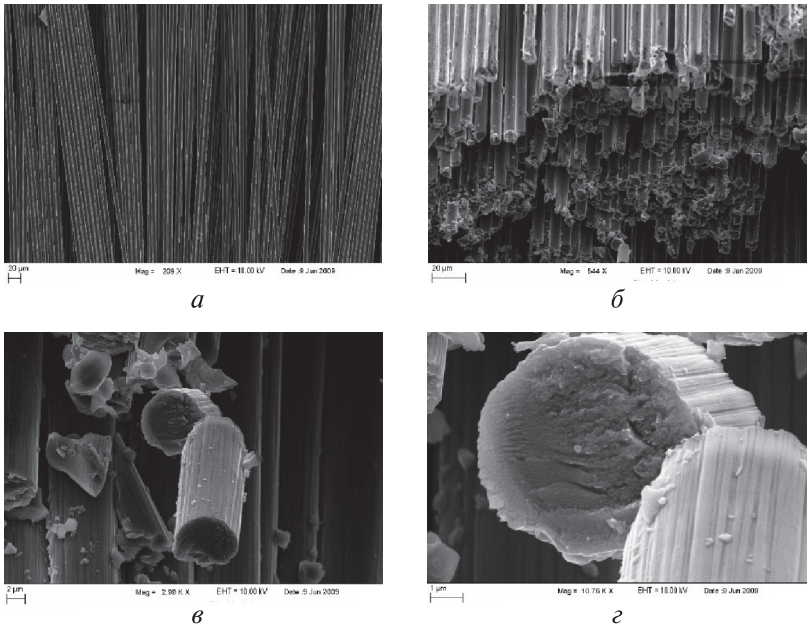


Рис. 2.43. Держатели на предметном столике с закрепленными образцами

держателе (рис. 2.43). При этом необходимо сохранить торцевую часть неповрежденной.

Загрузка образцов. Загрузка образцов проводится в соответствии с инструкцией по работе с камерой предварительного вакуума и с включенной внутренней видеокамерой (см. инструкцию по работе с микроскопом). Сначала следует переместить предметный столик из камеры измерений (КИ) в камеру предварительного вакуума (КПВ). Также необходимо закрыть шлюз камеры электронной пушки. Для этого в программе работы с микроскопом нажать кнопку *Close chamber valve*. После чего выполнить скрипт «Смена образца» (*Change Specimen*), который автоматически переведет предметный столик в положение выгрузки/загрузки. Нажать кнопку *Pump* на панели управления КПВ для выравнивания давления между КИ и КПВ, затем нажать кнопку *Open Gate*, дождаться открытия внутреннего шлюза, разделяющего КИ и КПВ. Ввести щуп в камеру, предварительно ослабив фиксатор, подвести щуп к предметному столику и завинтить в него щуп, после чего перенести столик



а *б* *в* *г*

Рис. 2.44. Примеры исследования образцов углеродного волокна (USA carbon — Торнел, Кевлар 49 (армид), модуль упругости 800 ГПа, предел прочности 3 ГПа) средствами растровой микроскопии:

а — общий вид углеродных волокон; *б* — торцевой скан волокон; *в* — скан отломанного волокна; *г* — большее увеличение варианта *в*

на стапели в КПВ, не допуская переворота столика, затем вывинтить щуп и зафиксировать в исходном положении. После этого можно закрывать КПВ. Для этого необходимо нажать кнопку *Close Gate,* предварительно отключив кнопку *Open Gate*. После того как индикатор *Gate Closed* будет непрерывно гореть, можно открыть баллон с азотом, нажать кнопку *Purge*, дождаться, пока камеру можно будет открыть, после чего перекрыть доступ азота. Азот необходим для «затепления» КПВ, т. е. достижения равенства внешнего и внутреннего давления (в КПВ).

Поместить на предметный столик образцы (имеются специальные держатели с клейкой поверхностью, если будет необходимо провести сканирование под углом). Для торцевого сканирования существует специальный держатель. В него можно поместить сразу два образца для торцевого сканирования. После этого проводится закрытие КПВ, нажимают кнопки *Purge* и *Pump* (кнопка *Purge* находится в выключенном состоянии). В КПВ будет вновь установлен вакуум и сравнен с давлением в КИ. Нажать кнопку *Open Gate*, дождаться открытия шлюза между КПВ и КИ. Провести загрузку предметного столика с помощью щупа. Вернуть щуп в исходное положение. Выключить кнопку *Open Gate*, нажать кнопку *Close Gate*. После закрытия шлюза, когда загорится индикатор *Gate Closed*, выключить кнопку *Pump* и нажать *Purge*. Запустить скрипт *Scanning* для перемещения столика к сканированию.

Сканирование образцов. Осуществить сканирование выданного преподавателем образца. Переместить сканер на необходимый участок образца. Увеличить и провести детальное сканирование с сохранением изображений. Провести сканирования в указанных в задании режимах.

Проанализировать влияние режима сканирования на качество получаемых изображений (рис. 2.44). Ответ обосновать.

Порядок оформления отчета по лабораторной работе

Отчет оформляется в виде журнала лабораторных работ и должен содержать:

1) краткую теоретическую часть;

2) схематическое изображение или фотографию рентгеноспектрального микроанализатора с указанием их основных частей;

3) краткое описание исследуемого образца;

4) фотографии или эскизы образцов и результатов сканирования;

5) последовательность загрузки образцов;

6) выводы.

Контрольные вопросы и задания

1. Возможно ли сканирование диэлектриков на рентгеноспектральном микроанализаторе?
2. В чем состоят особенности сканирования?
3. Почему минимальное ускоряющее напряжение равно 15 кВ? Ответ обосновать.
4. Какие режимы работы рентгеноспектрального микроанализатора? В чем их принципиальные отличия?
5. Назовите искажение, вносимое высоким ускоряющим напряжением, его влияние на рентгеноспектральный микроанализ.
6. Приведите функциональный состав рентгеноспектрального микроанализатора.
7. Назовите идеальные условия рентгеноспектральной микроскопии.
8. Опишите методы очистки образцов перед сканированием.
9. Каковы минимальные размеры площади поверхности для рентгеноспектрального микроанализа? От чего это зависит?
10. По какой причине нельзя проводить исследование биологических объектов?

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 13. ОСНОВЫ РАСТРОВОЙ ЭЛЕКТРОННОЙ МИКРОСКОПИИ

Цель лабораторной работы: изучение основ РЭМ, изучение конструкции и принципов работы прибора Zeiss Ultra 55, получение первого РЭМ-изображения, навыков обработки и представления экспериментальных результатов.

Задание по лабораторной работе

1. Изучить на практике общую конструкцию прибора Zeiss Ultra 55, используя руководство пользователя и ресурсы сети Интернет (http://nanotech.iu4.bmstu.ru).
2. Изучить структуру проведения измерений на РЭМ.
3. Провести подготовку образцов для сканирования, загрузку образцов и перевод микроскопа в рабочий режим.

Методические указания по выполнению лабораторной работы

Изучение конструкции растрового электронного микроскопа Zeiss Ultra 55. Для исследований использовался растровый электронный микроскоп фирмы Zeiss модель Gemini Ultra 55. Пульт управления микроскопом представлен на рис. 2.45. Малый пульт с двумя джойстиками предназначен для управления трехплоскостным двухосевым предметным столиком. Клавиатурная часть используется для фокусировки, калибровки стигмы, запуска «качания» фокуса (в таком режиме фокус колеблется в обе стороны относительно какого-либо центрального значения), смещения по осям X и Y (при очень больших увеличениях, от 200×, использование джойстика невозможно, поэтому используются смещатели), изменения контраста и яркости, изменения значения увеличения, «заморозки» изображения и т. д.

Держатель образцов с липкими зонами для крепления образцов малых размеров и разнообразных форм представлен на рис. 2.46. Также есть держатель пластин с винтовым креплением, основой является стандартный предметный держатель микроскопа.



Рис. 2.45. Средства управления РЭМ

Общий вид колонны микроскопа представлен на рис. 2.47. В верхней части расположена пушка, испускающая электроны, камера пушки имеет собственный шлюз для предотвращения разгерметизации. В средней части колонны расположены магнитные линзы и ускорители частиц, в ней также поддерживается высокий вакуум, но меньший по значению, чем в камере пушки.

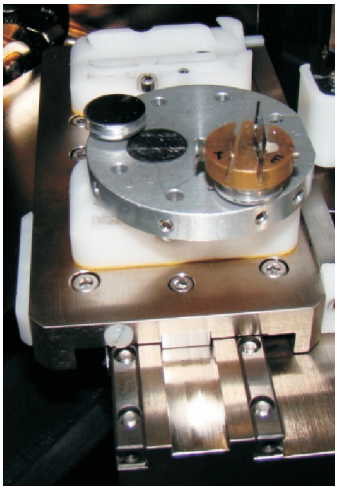


Рис. 2.46. Предметный столик с держателем образцов



Рис. 2.47. Общий вид колонны микроскопа

Камера предварительной загрузки с загрузчиком показана на рис. 2.48. Эту камеру от основной отделяет специальный шлюз, открывающийся только после выравнивания давления в основной и предварительной камерах путем откачки воздуха и создания вакуума в последней.

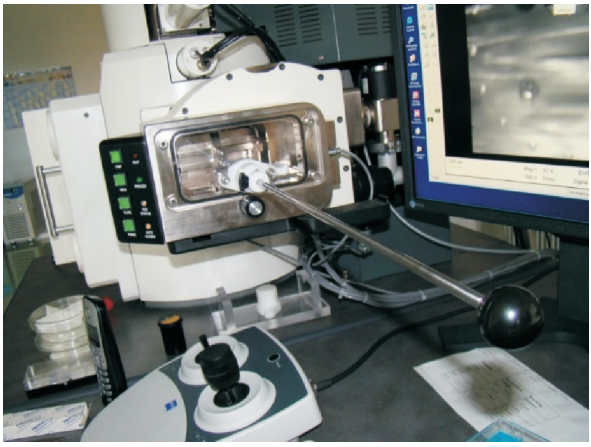


Рис. 2.48. Камера предварительной загрузки и загрузчик

Устройство для рентгеноспектрального микроанализа вещества, исследуемого в микроскопе фирмы Oxford Instruments, представлено на рис. 2.49. Поставляется со специальным ПО, согласующимся с ПО фирмы Zeiss. Для охлаждения используется элемент Пельтье.

В комплекте с оборудованием поставляются специальные серверы, на которых сохраняется вся информация о состоянии микроскопа, и управляющие блоки, которые преобразуют поступающую информацию в графический и текстовый вид.

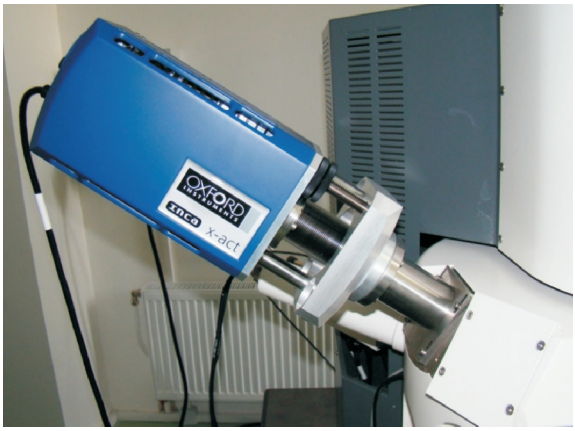


Рис. 2.49. Рентгеноспектральный микроанализатор

Изучение структуры проведения измерений. Вначале необходимо запустить ПО, поставляемое вместе с оборудованием. После запуска всех необходимых сервисов и служб следует закрыть камеру испускателя заряженных частиц и запустить скрипт подвода предметного столика для установки исследуемого образца. После чего нажать кнопку *Pump* для создания вакуума в камере предварительной загрузки, аналогичного вакууму в основной камере. После того как загорится зеленая лампочка с надписью *Proceed*, нажатием кнопки *Open* открыть шлюз между основной и предварительной камерой. Затем, используя специальный загрузчик, необходимо извлечь предметный столик из основной камеры и перевести его в камеру предварительной загрузки в специальный держатель. Возвратить загрузчик в исходное положение, чтобы лампочка *Rod status* постоянно горела. После этого необходимо закрыть шлюз с помощью кнопки *Close*. Далее необходимо открыть камеру предварительной загрузки: нажать кнопку *Purge* на пульте управления камерой и открыть баллон со сжатым воздухом, чтобы было возможно открыть камеру. После открытия камеры баллон необходимо закрыть. Далее специальным пинцетом производится загрузка образцов. Образцы можно располагать либо на восьми маленьких, присоединяемых предметных столиках, поставляемых в комплекте, либо на основном столике с помощью липкой зоны. После этого закрыть камеру предварительной загрузки и нажать кнопку *Pump*. После создания вакуума в камере предварительной загрузки открыть шлюз, переместить предметный столик в основную камеру и зафиксировать его на специальном держателе. Затем, вернув загрузчик в исходное положение, закрыть шлюз. Запустить скрипт, переводящий столик в положение для измерений, и открыть камеру испускателя заряженных частиц. С помощью пульта управления подвести столик на расстояние 4...5 мм от выхода испускателя, эти действия проводятся с помощью внутренней видеокамеры, изображение с которой транслируется на мониторы. Далее выбрать режим снятия данных — InLens, SE2. Это два основных режима, предпочтительным является режим снятия отраженных частиц InLens, так как получаемое изображение отличается высокой четкостью и контрастностью. Режим SE2 для получения данных по вторичному излучению предпочтителен при исследовании пористых и зернистых структур, так как происходит снятие данных после прохождения заряженных частиц через некоторую толщину материала, но на результаты может повлиять эффект «груши», когда большое количество заряженных частиц проходит на разную глубину и вызывает разное вторичное излучение. Далее необходимо выбрать мощность ускоряющего напряжения, измеряемого в килоэлектрон-вольтах (кэВ). При исследовании диэлектрических структур используется низкое ускоряющее напряжение для предотвращения заряжания диэлектрика. Это напряжение равно 1...8 кэВ. Для исследования проводящих структур используется напряжение 10...25 кэВ. Выбор напряжения проводится в основном окне ПО. После этого запускается ускоряющее напряжение, образец помещается под испускатель, проводится фокусировка линз, настройка стигмы, и на экран в режиме реального времени начинает поступать информация, получаемая с образца. Далее можно

проводить детальное изучение образца путем увеличения необходимой части. Суммарное увеличение может составлять 2,5 млн раз. Предметный столик может перемещаться с помощью трех сервоприводов в трех основных направлениях и вращаться в двух плоскостях. В программе реализованы 12 скоростей получения данных, от самой быстрой и общей картины до наиболее качественной, которую можно получить в течение нескольких часов (1 кадр). Оптимальной скоростью для настройки фокуса и стигмы является 2...4 скорости. Для получения качественного изображения используются скорости с 6 по 8. На полученных изображениях можно провести замер толщин, расстояний и прочих параметров с помощью встроенных утилит. Для проведения таких замеров изображение на экране можно «заморозить», т. е. на время остановить сбор данных и получить на экране неподвижное изображение.

Подготовка образцов к исследованию. На РЭМ можно исследовать как шлифы, так и поверхности объектов без предварительной подготовки. Изготовление шлифов к исследованию в РЭМ в общем осуществляется так же, как и для светомикроскопического исследования. Однако есть и некоторые особенности. Большая глубина резкости изображения в РЭМ позволяет получать дополнительную информацию, проводя глубокое травление шлифов. В то же время при получении изображений в отраженных электронах шлифы травлению не подвергаются. Размеры образцов для РЭМ определяются габаритными размерами предметного столика микроскопа. Образцы не обязательно должны быть электропроводящими, но тогда для сканирования необходимо меньшее ускоряющее напряжение, в пределах 5 кВ, в противном случае диэлектрик будет заряжаться, что отрицательно повлияет на результаты сканирования. Для обеспечения надежного закрепления на предметном столике для предотвращения смещения образца в процессе сканирования используются держатели образцов со специальным клейким покрытием, позволяющим надежно зафиксировать образец. В случае когда происходит исследование сильных диэлектриков, на их поверхность наносится напылением тонкая пленка электропроводников — золото, графит и т. д. При работе с органическими материалами следует учитывать, что при длительном контакте зонда с образцом возможно его термическое разрушение.

Перед испытанием образцы должны быть тщательно очищены, чтобы не образовывались газообразные продукты, затрудняющие получение требуемого вакуума при откачке микроскопа и загрязняющие его колонну. Рекомендуется проводить очистку образцов в различных растворителях с использованием ультразвука. При проведении топографических исследований нельзя допускать окисления поверхностей излома.

Порядок оформления отчета по лабораторной работе

Отчет оформляется в виде журнала лабораторных работ и должен содержать:

1) краткую теоретическую часть;
2) схематическое изображение или фотографию растрового электронного микроскопа и прибора Zeiss Ultra 55 с указанием их основных частей;
3) краткое описание исследуемого образца;
4) фотографии или эскизы образцов;
5) последовательность загрузки образцов;
6) выводы.

Контрольные вопросы и задания

1. Каков функциональный состав растрового электронного микроскопа?
2. Назовите назначение отдельных составных частей микроскопа.
3. Опишите методику проведения измерений.
4. В чем состоит принцип работы растрового электронного микроскопа?
5. В чем заключаются особенности подготовки образцов для измерений?
6. Перечислите возможности растрового электронного микроскопа.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 14.
ПРОВЕДЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ НА РАСТРОВОМ ЭЛЕКТРОННОМ МИКРОСКОПЕ

Цель лабораторной работы: измерение образцов, подготовленных в лабораторной работе № 1 для исследования на растровом электронном микроскопе Zeiss Ultra 55.

Задание по лабораторной работе

1. Осуществить подбор ускоряющего напряжения в соответствии с выбранным образцом и режимом исследования (2...20 кВ), произвести загрузку образцов.
2. Получить предварительное изображение. Провести фокусировку и настройку стигмаций для получения наиболее четкого изображения.
3. Выполнить сканирование при разных режимах сканирования (InLens и SE2) и при разных увеличениях. Сохранить результаты сканирования.
4. Провести измерение линейных размеров объектов по указанию преподавателя.

Методические указания по выполнению лабораторной работы

Перед выполнением заданий данного практического упражнения необходимо изучить строение сканирующего электронного микроскопа, изучить основные характеристики, режимы сканирования, особенности подготовки образцов к сканированию (табл. 2.7). Также обязательно наличие выполненной лабораторной работы № 1.

InLens-метод — детектирование первичного электронного луча с помощью комбинирования электростатических и электромагнитных линз для захвата пучка электронов. Данный метод сканирования позволяет получить наилучшие данные о рисунках на поверхности сканируемого образца или на его торцевом срезе. Данный метод позволяет сделать лишь предварительные выводы о рельефе образца (относится к структурам с неярко выраженным рельефом).

Таблица 2.7

Подбор ускоряющего напряжения

Метод детектирования	Ускоряющее напряжение	Рабочее расстояние, мм	Режим вакуума
InLens	100 В–20 кВ	< 10	ВВ
SE2	1–30 кВ	> 4	ВВ
ESB	100 В–20 кВ	2–9	ВВ
BSE	5–30 кВ	7–12	ВВ/СВВ
VPSE	5–30 кВ	7–12	СВВ
EDX	5–30 кВ	8,5	ВВ/СВВ

Примечание. ВВ — высокий вакуум, стандартный режим работы СЭМ; СВВ — сверхвысокий вакуум, особый режим работы, для его достижения необходимо дополнительное оборудование (насос повышенной мощности).

SE2-метод — детектор закреплен на стенке измерительной камеры. Улавливает вторичное излучение электронов и вторично возбужденное излучение, исходящее от образца после попадания и прохождения через него первичного электронного пучка. Является наиболее предпочтительным режимом для получения точных характеристик рельефа поверхности сканируемого образца.

ESB-метод — детектор расположен совместно с последней электромагнитной линзой на конусе колонны электронной пушки. Проводит сканирование по энергии и углу наклона. Дает наилучшие результаты о наличии включений на поверхности сканируемого образца. Позволяет делать контрастные снимки при низких значениях ускоряющего напряжения.

BSE — аналогичен ESB-методу. Но позволяет получить еще более контрастное и рельефное изображение поверхности сканируемого образца.

VPSE, EDX — специальные режимы сканирования. В данной работе рассматриваться и использоваться не будут.

Загрузка образцов проводится в соответствии с инструкцией по работе с камерой предварительного вакуума и с включенной внутренней видеокамерой (см. инструкцию по работе с микроскопом). Для начала необходимо переместить предметный столик из камеры измерений (КИ) в камеру предварительного вакуума (КПВ). Сначала необходимо закрыть шлюз камеры электронной пушки. Для этого в программе работы с микроскопом необходимо нажать кнопку *Close chamber valve*. После чего выполнить скрипт «Смена образца» (*Change Specimen*), который автоматически переведет предметный столик в положение выгрузки/загрузки. Нажать кнопку *Pump* на панели управления КПВ — для выравнивания давления между КИ и КПВ, затем нажать кнопку *Open Gate*, дождаться открытия внутреннего шлюза, разделяющего КИ и КПВ. Ввести щуп в камеру, предварительно ослабив фиксатор, подвести щуп к предметному столику и завинтить в него щуп, после чего перенести столик на стапели в КПВ, не допуская переворота столика, затем вывинтить щуп и зафиксировать в исходном положении. После

можно закрывать КПВ. Для этого необходимо нажать кнопку *Close Gate*, предварительно отключив кнопку *Open Gate*. После того как индикатор *Gate Closed* будет непрерывно гореть, можно открыть баллон с азотом, нажать кнопку *Purge*, дождаться, когда камеру можно будет открыть, после чего перекрыть доступ азота. Азот необходим для «затепления» КПВ, т. е. достижения равенства внешнего давления и внутреннего (в КПВ). Поместить на предметный столик образцы (есть специальные держатели с клейкой поверхностью, если будет необходимо провести сканирование под углом). Для торцевого сканирования существует специальный держатель. В него можно поместить сразу два образца для торцевого сканирования. После этого производится закрытие КПВ, нажать кнопки *Purge* и *Pump* (кнопка *Purge* будет в выключенном состоянии). В КПВ будет вновь установлен вакуум и сравнен с давлением в КИ. Нажать кнопку *Open Gate*, дождаться открытия шлюза между КПВ и КИ. Провести загрузку предметного столика с помощью щупа. Вернуть щуп в исходное положение. Выключить кнопку *Open Gate*, нажать кнопку *Close Gate*. После закрытия шлюза, когда загорится индикатор *Gate Closed*, выключить кнопку *Pump* и нажать *Purge*. Запустите скрипт *Scanning* для перемещения столика к сканированию.

Получение предварительного изображения. В верхней части основного окна, в строке с кнопками быстрого вызова, выбрать пункт «Ускоряющее напряжение» и установить необходимое значении. В правом нижнем углу основного окна программы включить ускоряющее напряжение. Сменить изображение на экране на сканирование в соответствующем режиме. Сделать минимальное увеличение, выбрав максимальную скорость сканирования, после чего произвести первичную фокусировку. Приблизить образец к сканеру в соответствии с рабочим расстоянием. Для этого переключить на видеокамеру и с помощью джойстика поднять образец к сканеру. Затем провести подстройку фокусировки. Изображение необходимо увеличить, пока не будет охвачена область, необходимая для детального сканирования. Выставить четвертую скорость сканирования, что даст хорошее качество изображения. На экране с небольшой скоростью начнет появляться изображение хорошего качества. Когда один кадр будет отрисован, нажать на клавиатуре кнопку *Freeze* для постановки сканера в режим ожидания. Изображение на экране и есть предварительное изображение. Увеличить край образца. По нему провести точную настройку фокусировки и стигмаций с помощью вращения соответствующих ручек на управляющей клавиатуре. После получения наиболее четкого изображения можно переходить к непосредственному сканированию образца. Слеудует учитывать, что если образец имеет значительную дифференциацию высот поверхности, то для получения качественных изображений необходимо своевременно подстраивать фокусировку.

Для предварительной фокусировки можно использовать тестовый образец (рис. 2.50 и 2.51). Тестовый образец загружается совместно с исследуемым образцом (образцами, по решению преподавателя). Основным преимуществом настройки фокуса и стигмаций по тестовому образцу является

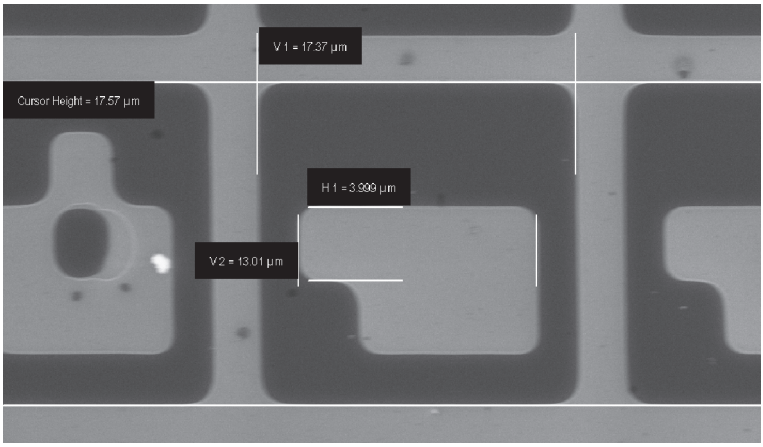


Рис. 2.50. Изображение одной ячейки тестового образца

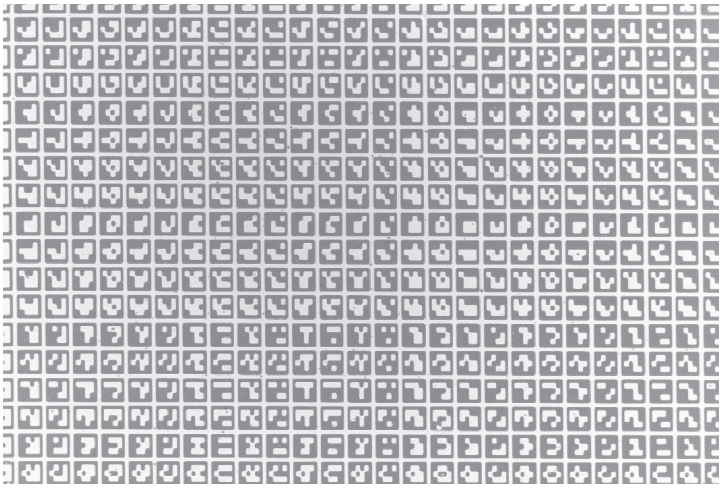


Рис. 2.51. Общий вид тестового образца

легкость обнаружения, четкие границы контуров фигур и объектов, достоверно измеренные геометрические размеры объектов.

Сканирование образца. Осуществить сканирование выданного преподавателем образца. Переместить сканер на необходимый участок образца. Увеличить и провести детальное сканирование с сохранением изображений. Провести сканирования в указанных в задании режимах.

Порядок оформления отчета по лабораторной работе

Отчет оформляется в виде журнала лабораторных работ и должен содержать:

1) краткую теоретическую часть;

2) схематическое изображение или фотографию растрового электронного микроскопа с указанием основных его частей;

3) краткое описание исследуемого образца;

4) фотографии или эскизы образцов;

5) результаты измерений;

6) выводы.

Контрольные вопросы и задания

1. Какие условия необходимо соблюдать при сканировании диэлектриков?

2. В чем состоят особенности каждого режима сканирования?

3. Какие режимы сканирования наиболее предпочтительны в данной лабораторной работе?

4. По какой причине в камере сканирования должен поддерживаться высокий вакуум?

5. Назовите искажение, вносимое при низких и высоких ускоряющих напряжениях?

6. Перечислите основные панели управления РЭМ Zeiss Ultra 55.

7. Опишите идеальные условия сканирования.

8. Расскажите о методах очистки образцов перед сканированием.

9. В чем заключается влияние астигматизма на получаемые изображения?

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 15.
АНАЛИЗ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ РАСТРОВОЙ ЭЛЕКТРОННОЙ МИКРОСКОПИИ

Цель лабораторной работы: анализ погрешностей измеренных величин по представленным методикам.

Задание по лабораторной работе

1. Провести анализ полученных результатов измерений линейных размеров объектов.
2. По представленным методикам рассчитать погрешности измерений.
3. Сделать вывод о погрешностях и факторах, влияющих на погрешности.

Методические указания по выполнению лабораторной работы

Обработка и форма представления результата измерения. Рассмотрим группу из n независимых наблюдений случайной величины x, подчиняющейся нормальному распределению. За результат измерения принимают среднее арифметическое значение результатов отдельных наблюдений:

$$\bar{x} = \frac{1}{x}\sum_{i=1}^{n} x_i. \tag{2.20}$$

Оценку рассеяния относительно среднего значения называют средним квадратическим отклонением (соответствующий международный термин — стандартное отклонение) измеряемой величины и вычисляют по формуле

$$S(x) = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n}(x_i - \bar{x})^2}{n-1}}. \tag{2.21}$$

Поскольку число наблюдений n в группе ограничено, то, заново повторив серию наблюдений этой же величины, получим новое значение среднего

арифметического. Характеристикой его рассеяния является стандартное отклонение среднего арифметического:

$$S(\bar{x}) = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n}(x_i - \bar{x})^2}{n(n-1)}} = \frac{S(x)}{\sqrt{n}}. \qquad (2.22)$$

Значение отклонения $S(x)$ используют для оценки погрешности результата измерения с многократными наблюдениями.

При нормальном законе распределения плотности вероятностей результатов наблюдений и ограниченном числе наблюдений среднее арифметическое подчиняется закону распределения Стьюдента с тем же средним значением. Особенностью этого распределения является то, что доверительный интервал с уменьшением числа наблюдений расширяется по сравнению с нормальным законом распределения при той же доверительной вероятности. Для оценки доверительных границ случайной погрешности вводится коэффициент t_q. Коэффициент t_q распределения Стьюдента зависит от числа наблюдений n и выбранной доверительной вероятности $P_д$. Его значения являются табличными данными.

Правила обработки результатов многократных наблюдений учитывают следующие факторы:

– обрабатывается ограниченная группа из n наблюдений;

– результаты наблюдений x_i могут содержать систематическую погрешность;

– в группе наблюдений могут встречаться грубые погрешности;

– распределение случайных погрешностей может отличаться от нормального.

Обработку результатов проводят в следующем порядке.

1. Исключают все известные систематические погрешности из результатов наблюдений; введением поправок получают исправленные результаты.

2. Вычисляют среднее арифметическое исправленных результатов наблюдений $\bar{x}$ и принимают его за результат измерения.

3. По формуле (2.21) вычисляют оценку стандартного отклонения результатов наблюдений $S(x)$.

4. Проверяют наличие в группе наблюдений грубых погрешностей, используя соответствующий критерий. Исключают результаты наблюдений, содержащие грубые погрешности, и заново вычисляют x и $S(x)$.

5. Вычисляют оценку стандартного отклонения $S(\bar{x})$ среднего арифметического серии измерений по формуле (2.22).

6. Проверяют гипотезу о том, что результаты наблюдений принадлежат нормальному закону. Приближенно о характере распределения можно судить по гистограмме. При числе наблюдений $n < 15$ принадлежность результатов к нормальному распределению не проверяют, а доверительные границы случайной погрешности результата определяют лишь в том случае, если известно, что результаты наблюдений принадлежат нормальному закону.

7. Вычисляют доверительные границы ε случайной погрешности результата измерения при доверительной вероятности $P_д$:

$$\varepsilon = t_q S(\bar{x}), \tag{2.23}$$

где t_q — коэффициент Стьюдента.

8. Вычисляют границы неисключенной систематической погрешности (НСП) результата измерений, которая образуется из неисключенных систематических погрешностей метода и средства измерений, погрешностей поправок и т. д. При суммировании эти составляющие рассматривают как случайные величины. При отсутствии информации о законе распределения неисключенных составляющих систематических погрешностей их распределения принимают за равномерные, и границы НСП результата измерения вычисляют по формуле

$$\theta = k\sqrt{\sum_{i=1}^{m}\theta_i^2}, \tag{2.24}$$

где k — коэффициент, определяемый принятой доверительной вероятностью; m — число неисключенных составляющих систематической погрешности; θ_i — граница i-й неисключенной составляющей систематической погрешности. Доверительную вероятность для вычисления границ НСП принимают такой же, как и при вычислении границ случайной погрешности результата измерений.

9. Вычисляют доверительные границы погрешности результата измерения. Если $\dfrac{\theta}{S(\bar{x})} < 0{,}8,$ то границы погрешности результата принимают $\Delta = \varepsilon$, если $\dfrac{\theta}{S(\bar{x})} > 8,$ то $\Delta = \theta$.

Если оба условия не выполняются $\left(0{,}8 < \dfrac{\theta}{S(\bar{x})} < 8\right),$ то вычисляют суммарное стандартное отклонение результата как сумму НСП и оценки стандартного отклонения:

$$S_\Sigma = \sqrt{\frac{1}{3}\sum_{i=1}^{m}\theta_i^2 + S(\bar{x})^2}. \tag{2.25}$$

Границы погрешности результата измерения в этом случае вычисляют по формуле $\Delta = \pm t S_\Sigma$. Коэффициент t определяется эмпирической зависимостью

$$t = \frac{\theta + \varepsilon}{0{,}577\sqrt{\dfrac{1}{3}\sum_{i=1}^{m}\theta_i^2 + S(\bar{x})^2}}. \tag{2.26}$$

Межгосударственным стандартом ГОСТ 8.207–76 регламентирована также форма записи результата измерения. При симметричном доверительном интервале результат измерения представляют в виде $\overline{x} \pm \Delta$, $P_д$; при отсутствии данных о видах функции распределения составляющих погрешности результата полиномами

$$y = A + Bx + Cx^2 + \ldots + Hx^m,$$

или экспоненциальными функциями

$$y = A\exp(Bx),$$

где A, B, C, ..., H — постоянные коэффициенты.

Оценивание достоверности результата испытаний. Согласно принятому определению, испытание — это экспериментальное определение характеристик продукции в заданных условиях ее функционирования. Испытания являются важнейшим этапом создания образцов новой техники, и их результаты служат основанием для принятия решений по доработке конструкции и технологии, принятия решения о запуске в серийное производство и т. д.

С метрологической точки зрения цель испытания заключается в нахождении посредством измерения истинного значения контролируемого параметра и оценивании степени доверия к нему (рис. 2.52). Как и при измерении, результат испытания контролируемого параметра отличается от своего истинного значения вследствие погрешности измерения параметра, а также из-за невозможности точно выдержать заданные номинальные условия испытания.

Для оценки качества результата испытания введено понятие погрешности испытания $\Delta_{исп}$. Формирование погрешности испытания показано на рис. 2.53. Требуется определить истинное значение контролируемого параметра изделия $M(X)$ в условиях, характеризуемых номинальным значением

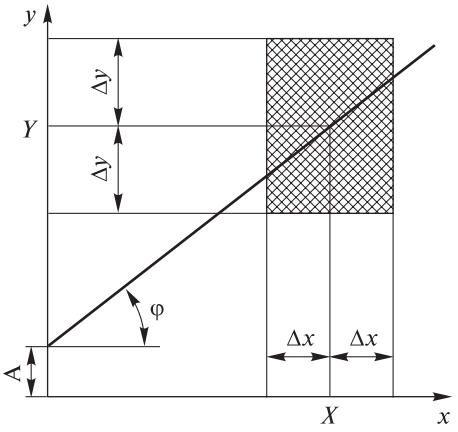


Рис. 2.52. Аппроксимация линейной функциональной зависимости

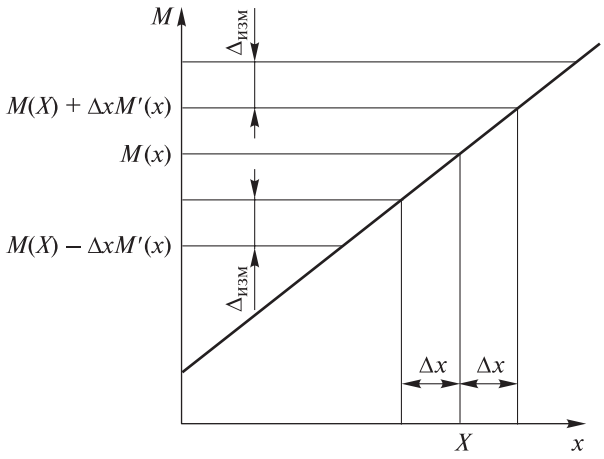


Рис. 2.53. Формирование погрешности испытания

испытательного воздействия (установки) X. Положим, что зависимость $M = M(x)$ линейная. Пусть погрешности измерения параметра и погрешность его установки заданы своими пределами: соответственно $\Delta_{изм}$ и Δx.

При отсутствии погрешности измерения $\Delta_{изм}$ параметра M возможный результат испытания находится в пределах:

$$M_и = M(X) \pm \Delta x M'(x),$$

где $M'(x)$ — производная от $M(x)$. Наличие погрешности измерения приводит к расширению интервала неопределенности результата испытания. С учетом погрешности измерения $\Delta_{изм}$ параметра M наибольшее по абсолютной величине значение погрешности испытания составит

$$\Delta_{исп} = \Delta_{изм} + \Delta x + M'(x). \qquad (2.27)$$

Результат испытаний следует записать в виде

$$M_и = M_{изм} \pm \Delta_{исп}.$$

В общем случае, когда при испытании требуется задавать и поддерживать m параметров испытательных воздействий,

$$\Delta_{исп} = \Delta_{изм} + \sum_{i=1}^{m} \Delta x_i M'(x_i), \qquad (2.28)$$

где Δx_i — погрешность установки i-го параметра условий испытания.

Считается, что погрешности испытания обладают всеми принципиальными свойствами погрешностей измерения. Поэтому они могут описываться теми же характеристиками, что и погрешности измерения.

Оценивание результата измерительного контроля. Стандартом на термины и определения в области испытаний и контроля качества продукции понятие контроль формулируется как проверка соответствия показателей качества продукции установленным требованиям. Контроль, осуществляемый с применением средств измерений, называется измерительным контролем. Частным случаем измерительного контроля является допусковый контроль, при котором ставится задача установить, находится ли контролируемый параметр объекта контроля в пределах заданного допуска.

Необходимым условием измерительного контроля является наличие в нормативно-технической документации на объект допустимых значений контролируемого параметра или предельных отклонений параметра от его номинального значения.

По своей информационной сущности процедуры измерения и контроля содержат общую операцию получения измерительной информации, но отличаются конечным результатом. Цель измерения заключается в нахождении значения величины, а результатом контроля является логическое заключение (суждение типа «годен–не годен», «брак–норма»), получаемое на основе измерительной информации.

Результат контроля должен сопровождаться указанием показателей достоверности контроля. Достоверность контроля — вероятность соответствия результата контроля действительному значению контролируемого параметра. В качестве оценок достоверности контроля введены понятия вероятности ошибок первого и второго рода.

Ситуация, когда годное в действительности изделие по результатам контроля признается негодным («ложный брак»), называется ошибкой первого рода. И наоборот, ситуация, когда негодное в действительности изделие по результатам контроля признается годным («необнаруженный брак»), называется ошибкой второго рода. Вероятность получения верного результата контроля: $P_{\text{в}} = 1 - (P_1 + P_2)$, где P_1, P_2 — вероятности ошибок первого и второго рода.

Возникновение таких ошибок поясним на примере контроля изделия, рассеяние измеряемого параметра x которого описывается некоторым распределением плотности вероятности $f(x)$ (рис. 2.54), где X — номинальное значение параметра, $X_{\text{в}}$ — его верхний предельный размер, $X_{\text{н}}$ — нижний предельный размер, $T_x = X_{\text{в}} - X_{\text{н}}$ — допуск параметра. Также на рис. 2.54 показано распределение плотности вероятностей погрешности $f(\Delta x)$ средства измерений, примененного для контроля. Поскольку средство измерений обладает собственной погрешностью, то по результатам измерений часть бракованных изделий (например, при $x = x_1$) может быть принята как годные. И наоборот, часть годных изделий будет забракована. Таким образом, при осуществлении измерительного контроля возникает метрологическая проблема – оценка влияния погрешности измерения контролируемого параметра на результаты контроля.

При контроле партии изделий вероятность ошибок первого и второго рода тем больше, чем больше дисперсия (или стандартное отклонение) погрешности измерения. В практике контроля партий изделий влияние погрешностей измерения оценивают двумя параметрами:

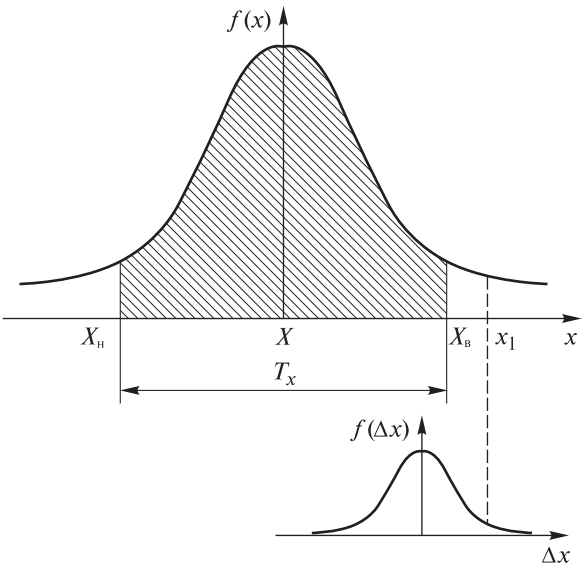


Рис. 2.54. Формирование распределения плотности вероятности $f(x)$ ошибок контроля

1) m — число изделий (в процентах от общего числа измеренных), имеющих параметры, выходящие за допустимые пределы, но признанных годными (за счет ошибок второго рода);

2) n — число изделий (в процентах от общего числа измеренных), имеющих параметры в пределах допустимых, но забракованных (за счет ошибок первого рода).

Параметры m и n определяют по таблицам в зависимости от законов распределения измеряемого параметра и погрешности:

$$A_\sigma = \left(\frac{\sigma}{T_x} \right) \cdot 100\ \%, \tag{2.29}$$

где σ — стандартное отклонение измерения; T_x — допуск контролируемого параметра (табл. 2.8). Меньшие значения m и n в интервалах соответствуют распределению погрешности измерения по нормальному закону, бóльшие — по закону равной вероятности; для рассеивания значений измеряемого параметра принято нормальное распределение.

Таблица 2.8

Параметры ошибок контроля, %

A_σ	m	n
1,6	0,87–0,90	0,70–0,75
3	0,87–0,90	1,20–1,30
5	1,60–1,70	2,00–2,25
8	2,55–2,81	3,46–3,74
12	3,75–4,10	5,40–5,80
16	5,00–5,40	7,80–8,25

Порядок оформления отчета по лабораторной работе

Отчет оформляется в виде журнала лабораторных работ и должен содержать:

1) краткую теоретическую часть;

2) схематическое изображение или фотографию растрового электронного микроскопа с указанием основных его частей;

3) краткое описание исследуемого образца;

4) оценку результата измерительного контроля;

5) выводы.

Контрольные вопросы и задания

1. Что такое измерения, наблюдения, независимые наблюдения?
2. Поясните термины «мера рассеяния», «математическое ожидание», «моменты первого и второго рода».
3. Приведите правила обработки многократных наблюдений.
4. Каков порядок обработки результатов наблюдений?
5. Что такое коэффициент Стьюдента? Как его вычисляют?
6. Что такое оценка достоверности результатов испытаний?
7. Что такое оценка результатов измерительного контроля?
8. Что такое ошибки первого и второго рода?
9. Как происходит формирование ошибок контроля?

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 16. РЕНТГЕНОСПЕКТРАЛЬНЫЙ МИКРОАНАЛИЗ

Цель лабораторной работы: получение практических навыков в области подготовки и исследования различных образцов на рентгеноспектральном микроанализаторе, являющемся дополнительным оборудованием для РЭМ Zeiss Ultra 55.

Задание по лабораторной работе

1. Изучить общие принципы работы с рентгеноспектральным микроанализатором, его функциональный состав, особенности работы (домашняя проработка). Выбрать один из предназначенных для проведения работы образцов: один из образцов по выбору преподавателя. Подготовка образцов к сканированию.
2. Провести загрузку образцов.
3. Выполнить сканирование с помощью рентгеноспектрального микроанализатора с ускоряющим напряжением 15...20 кВ. Сохранить результаты сканирования. Проанализировать состав образца. Сделать выводы о неизвестных включениях.
4. Проанализировать результаты работы, сформулировать краткие выводы по лабораторной работе, оформить отчет и представить его к защите.

Методические указания по выполнению лабораторной работы

Перед выполнением заданий данного практического упражнения необходимо изучить общие принципы работы с рентгеноспектральным микроанализатором, его функциональный состав, особенности работы и подготовку к сканированию (домашняя проработка). Обязательным условием является успешное выполнение и защита лабораторной работы № 1.

Подготовка образцов к сканированию. Перед сканированием образца необходимо убедиться, что образец не загрязнен и размеры образца не превышают размеры предметного столика. Если проводится сканирование торца образца, то необходимо уменьшить размеры образца и закрепить в вертикальном держателе (рис. 2.55). При этом необходимо сохранить торцевую часть неповрежденной.

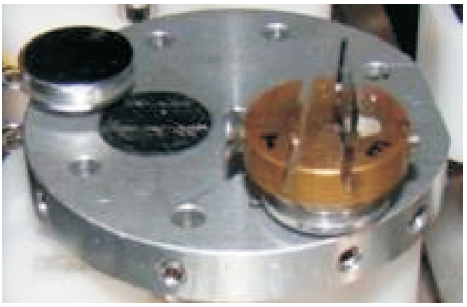


Рис. 2.55. Держатели на предметном столике с закрепленными образцами

Загрузка образцов. Загрузка образцов проводится в соответствии с инструкцией по работе с камерой предварительного вакуума и с включенной внутренней видеокамерой (см. инструкцию по работе с микроскопом). Сначала следует переместить предметный столик из камеры измерений (КИ) в камеру предварительного вакуума (КПВ). Также необходимо закрыть шлюз камеры электронной пушки. Для этого в программе работы с микроскопом необходимо нажать кнопку *Close chamber valve*. После чего выполнить скрипт «Смена образца» (*Change Specimen*), который автоматически переведет предметный столик в положение выгрузки/загрузки. Нажать кнопку *Pump* на панели управления КПВ — для выравнивания давления между КИ и КПВ, затем нажать кнопку *Open Gate*, дождаться открытия внутреннего шлюза, разделяющего КИ и КПВ. Ввести щуп в камеру, предварительно ослабив фиксатор, подвести щуп к предметному столику и завинтить в него щуп, после чего перенести столик на стапели в КПВ, не допуская переворота столика, затем вывинтить щуп и зафиксировать в исходном положении. После можно закрывать КПВ. Для этого необходимо нажать кнопку *Close Gate*, предварительно отключив кнопку *Open Gate*. После того как индикатор *Gate Closed* будет непрерывно гореть, можно открыть баллон с азотом, нажать кнопку *Purge*, дождаться, когда камеру можно будет открыть, после чего перекрыть доступ азота. Азот необходим для «затепления» КПВ, т. е. достижения равенства внешнего и внутреннего давления (в КПВ).

Поместить на предметный столик образцы (имеются специальные держатели с клейкой поверхностью, если будет необходимо провести сканирование под углом). Для торцевого сканирования существует специальный держатель. В него можно поместить сразу два образца для торцевого сканирования. После этого проводится закрытие КПВ, нажимают кнопки *Purge* и *Pump* (кнопка *Purge* находится в выключенном состоянии). В КПВ будет вновь установлен вакуум и сравнен с давлением в КИ. Нажать кнопку *Open Gate*, дождаться открытия шлюза между КПВ и КИ. Провести загрузку предметного столика с помощью щупа. Вернуть щуп в исходное положение. Выключить кнопку *Open Gate*, нажать кнопку *Close Gate*. После закрытия шлюза,

когда загорится индикатор *Gate Closed*, выключить кнопку *Pump* и нажать *Purge*. Запустить скрипт *Scanning* для перемещения столика к сканированию.

Сканирование образцов. Сканирование образца и рентгеноспектральный микроанализ проводятся одновременно, поскольку анализируется спектр излучения, испускаемый образцом после попадания на него электронов из пушки, т. е. исследуется вторичное излучение. Сначала необходимо запустить вторую вычислительную машину, которая управляет Oxford INCA X-RAY. Затем проводится охлаждение рентгеноспектрального микроанализатора для введения его в рабочий режим. Следует отметить, что предварительно он охлаждается в расширенном режиме работы. Образцы уже должны быть загружены в микроскоп. Запускается ускоряющее напряжение не менее 12 кэВ, иначе измеряемый спектр может быть плохо проанализирован. Провести увеличение и фокусировку на необходимом участке для исследования. Начать сбор спектра. Длительности сбора спектров устанавливаются преподавателем. По окончании каждого сбора спектра сохранять файл отчета для последующего анализа. Следует учитывать, что чем больше площадь сбора спектра, тем большая погрешность в результате измерений, но и накопление спектра происходит быстрее.

Анализ результатов. Сохранить полученный спектр состава образца. Произвести повторное сканирование, суммарно набрав 5–10 спектров при разном времени исследования. Сохранить его в одном из предложенных форматов. Выполнить анализ состава. Сделать выводы о неизвестных веществах либо веществах, которых по теоретическим предположениям быть не должно.

Порядок оформления отчета по лабораторной работе

Отчет оформляется в виде журнала лабораторных работ и должен содержать:

1) краткую теоретическую часть;

2) схематическое изображение или фотографию рентгеноспектрального микроанализатора с указанием основных его частей;

3) краткое описание исследуемого образца;

4) фотографии или эскизы полученных спектров образцов;

5) выводы.

Контрольные вопросы и задания

1. Возможно ли сканирование диэлектриков на рентгеноспектральном микроанализаторе?

2. В чем состоят особенности сканирования?

3. Почему минимальное ускоряющее напряжение равно15 кВ? Ответ обосновать.

4. Какие режимы работы рентгеноспектрального микроанализатора? В чем их принципиальные отличия?

5. Назовите искажение, вносимое высоким ускоряющим напряжением, его влияние на рентгеноспектральный микроанализ.

6. Приведите функциональный состав Oxford INCA X-RAY.

7. Назовите идеальные условия рентгеноспектральной микроскопии.

8. Опишите методы очистки образцов перед сканированием.

9. Каковы минимальные размеры площади поверхности для рентгеноспектрального микроанализа? От чего это зависит?

10. По какой причине нельзя проводить исследование биологических объектов?

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 17. АНАЛИЗ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ РЕНТГЕНОСПЕКТРАЛЬНОГО МИКРОАНАЛИЗА

Цель лабораторной работы: по полученным в предыдущей лабораторной работе спектрам выполнить анализ погрешностей по представленным методикам.

Задание по лабораторной работе

1. Выполнить анализ накопленных спектров вторичного излучения образца.
2. Проанализировать распознанный состав образца, неизвестные линии спектра проанализировать и распознать (методика распознавания описана в инструкции к рентгеноспектральному микроанализатору).
3. Проанализировать качество спектра при различном времени исследования, при различных ускоряющих напряжениях.
4. Выполнить вычисления погрешностей по указанным ниже методикам.

Методические указания по выполнению лабораторной работы

Обработка и форма представления результата измерения. Рассмотрим группу из n независимых наблюдений случайной величины x, подчиняющейся нормальному распределению. За результат измерения принимают среднее арифметическое значение результатов отдельных наблюдений:

$$\overline{x} = \frac{1}{x}\sum_{i=1}^{n} x_i. \tag{2.30}$$

Оценку рассеяния относительно среднего значения называют средним квадратическим отклонением (соответствующий международный термин — стандартное отклонение) измеряемой величины и вычисляют по формуле

$$S(x) = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n}\left(x_i - \overline{x}\right)^2}{n-1}}. \tag{2.31}$$

Поскольку число наблюдений n в группе ограничено, то, заново повторив серию наблюдений этой же величины, получим новое значение среднего арифметического. Характеристикой его рассеяния является стандартное отклонение среднего арифметического:

$$S(\bar{x}) = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n}(x_i - \bar{x})^2}{n(n-1)}} = \frac{S(x)}{\sqrt{n}}. \qquad (2.32)$$

Значение отклонения $S(x)$ используют для оценки погрешности результата измерения с многократными наблюдениями.

При нормальном законе распределения плотности вероятностей результатов наблюдений и ограниченном числе наблюдений среднее арифметическое подчиняется закону распределения Стьюдента с тем же средним значением. Особенностью этого распределения является то, что доверительный интервал с уменьшением числа наблюдений расширяется по сравнению с нормальным законом распределения при той же доверительной вероятности. Для оценки доверительных границ случайной погрешности вводится коэффициент t_q. Коэффициент t_q распределения Стьюдента зависит от числа наблюдений n и выбранной доверительной вероятности $P_д$; его значения являются табличными данными.

Правила обработки результатов многократных наблюдений учитывают следующие факторы:

– обрабатывается ограниченная группа из n наблюдений;

– результаты наблюдений x_i могут содержать систематическую погрешность;

– в группе наблюдений могут встречаться грубые погрешности;

– распределение случайных погрешностей может отличаться от нормального.

Обработку результатов проводят в следующем порядке.

1. Исключают все известные систематические погрешности из результатов наблюдений; введением поправок получают исправленные результаты.

2. Вычисляют среднее арифметическое исправленных результатов наблюдений $\bar{x}$ и принимают его за результат измерения.

3. По формуле (2.31) вычисляют оценку стандартного отклонения результатов наблюдений $S(x)$.

4. Проверяют наличие в группе наблюдений грубых погрешностей, используя соответствующий критерий. Исключают результаты наблюдений, содержащие грубые погрешности, и заново вычисляют x и $S(x)$.

5. Вычисляют оценку стандартного отклонения $S(\bar{x})$ среднего арифметического серии измерений по формуле (2.32).

6. Проверяют гипотезу о том, что результаты наблюдений принадлежат нормальному закону. Приближенно о характере распределения можно судить по гистограмме. При числе наблюдений $n < 15$ принадлежность результатов

к нормальному распределению не проверяют, а доверительные границы случайной погрешности результата определяют лишь в том случае, если известно, что результаты наблюдений принадлежат нормальному закону.

7. Вычисляют доверительные границы ε случайной погрешности результата измерения при доверительной вероятности $P_д$:

$$\varepsilon = t_q S(\bar{x}), \tag{2.33}$$

где t_q — коэффициент Стьюдента.

8. Вычисляют границы неисключенной систематической погрешности (НСП) результата измерений, которая образуется из неисключенных систематических погрешностей метода и средства измерений, погрешностей поправок и т. д. При суммировании эти составляющие рассматривают как случайные величины. При отсутствии информации о законе распределения неисключенных составляющих систематических погрешностей их распределения принимают за равномерные, и границы НСП результата измерения вычисляют по формуле

$$\theta = k\sqrt{\sum_{i=1}^{m}\theta_i^2}, \tag{2.34}$$

где k — коэффициент, определяемый принятой доверительной вероятностью; m — число неисключенных составляющих систематической погрешности; θ_i — граница i-й неисключенной составляющей систематической погрешности. Доверительную вероятность для вычисления границ НСП принимают такой же, как и при вычислении границ случайной погрешности результата измерений.

9. Вычисляют доверительные границы погрешности результата измерения. Если $\dfrac{\theta}{S(x)} < 0{,}8,$ то границы погрешности результата принимают $\Delta = \varepsilon;$ если $\dfrac{\theta}{S(\bar{x})} > 8,$ то $\Delta = \theta.$

Если оба условия не выполняются $\left(0{,}8 < \dfrac{\theta}{S(\bar{x})} < 8\right),$ то вычисляют суммарное стандартное отклонение результата как сумму НСП и оценки стандартного отклонения:

$$S_\Sigma = \sqrt{\frac{1}{3}\sum_{i=1}^{m}\theta_i^2 + S(\bar{x})^2}. \tag{2.35}$$

Границы погрешности результата измерения в этом случае вычисляют по формуле $\Delta = \pm t S_\Sigma$. Коэффициент t определяется эмпирической зависимостью

$$t = \frac{\theta + \varepsilon}{0{,}577\sqrt{\frac{1}{3}\sum_{i=1}^{m}\theta_i^2 + S(\bar{x})^2}}. \qquad (2.36)$$

Межгосударственным стандартом ГОСТ 8.207–76 регламентирована также форма записи результата измерения. При симметричном доверительном интервале результат измерения представляют в виде $\bar{x} \pm \Delta$, $P_д$; при отсутствии данных о видах функции распределения составляющих погрешности результата полиномами

$$y = A + Bx + Cx^2 + \ldots + Hx^m,$$

или экспоненциальными функциями

$$y = A\exp(Bx),$$

где A, B, C, ..., H — постоянные коэффициенты.

Оценивание достоверности результата испытаний. Согласно принятому определению, испытание — это экспериментальное определение характеристик продукции в заданных условиях ее функционирования. Испытания являются важнейшим этапом создания образцов новой техники, и их результаты служат основанием для принятия решений по доработке конструкции и технологии, принятия решения о запуске в серийное производство и т. д.

С метрологической точки зрения цель испытания заключается в нахождении посредством измерения истинного значения контролируемого параметра и оценивании степени доверия к нему (рис. 2.56, заштрихованная область). Как и при измерении, результат испытания контролируемого параметра отличается от своего истинного значения по причине погрешности измерения параметра, а также из-за невозможности точно выдержать заданные номинальные условия испытания.

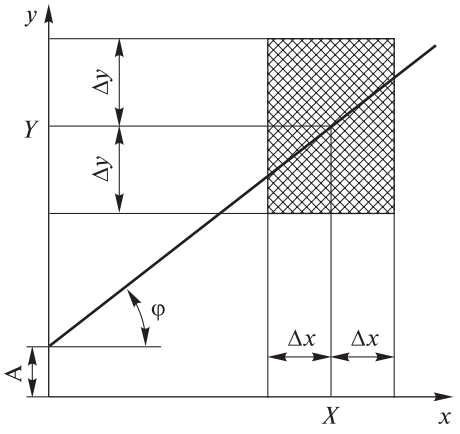


Рис. 2.56. Аппроксимация линейной функциональной зависимости

Для оценки качества результата испытания введено понятие погрешности испытания $\Delta_{\text{исп}}$. Формирование погрешности испытания показано на рис. 2.57. Требуется определить истинное значение контролируемого параметра изделия $M(X)$ в условиях, характеризуемых номинальным значением испытательного воздействия (установки) X. Положим, что зависимость $M = M(x)$ — линейная. Пусть погрешности измерения параметра и погрешность его установки заданы своими пределами: соответственно $\Delta_{\text{изм}}$ и Δx.

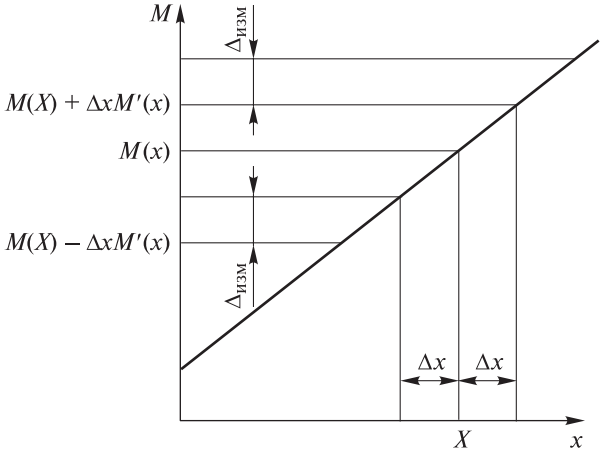


Рис. 2.57. Формирование погрешности испытания

При отсутствии погрешности измерения $\Delta_{\text{изм}}$ параметра M возможный результат испытания находится в пределах

$$M_{\text{и}} = M(X) \pm \Delta x M'(x),$$

где $M'(x)$ — производная от $M(x)$. Наличие погрешности измерения приводит к расширению интервала неопределенности результата испытания. С учетом погрешности измерения $\Delta_{\text{изм}}$ параметра M наибольшее по абсолютной величине значение погрешности испытания составит

$$\Delta_{\text{исп}} = \Delta_{\text{изм}} + \Delta x + M'(x). \tag{2.37}$$

Результат испытаний следует записать в виде

$$M_{\text{и}} = M_{\text{изм}} \pm \Delta_{\text{исп}}.$$

В общем случае, когда при испытании требуется задавать и поддерживать m параметров испытательных воздействий,

$$\Delta_{\text{исп}} = \Delta_{\text{изм}} + \sum_{i=1}^{m} \Delta x_i M'(x_i), \tag{2.38}$$

где Δx_i — погрешность установки i-го параметра условий испытания.

Считается, что погрешности испытания обладают всеми принципиальными свойствами погрешностей измерения. Поэтому они могут описываться теми же характеристиками, что и погрешности измерения.

Оценивание результата измерительного контроля. Стандартом на термины и определения в области испытаний и контроля качества продукции понятие контроль формулируется как проверка соответствия показателей качества продукции установленным требованиям. Контроль, осуществляемый с применением средств измерений, называется измерительным контролем. Частным случаем измерительного контроля является допусковый контроль, при котором ставится задача установить, находится ли контролируемый параметр объекта контроля в пределах заданного допуска.

Необходимым условием измерительного контроля является наличие в нормативно-технической документации на объект допустимых значений контролируемого параметра или предельных отклонений параметра от его номинального значения.

По своей информационной сути процедуры измерения и контроля содержат общую операцию получения измерительной информации, но отличаются конечным результатом. Цель измерения заключается в нахождении значения величины, а результатом контроля является логическое заключение (суждение типа «годен–не годен», «брак–норма»), получаемое на основе измерительной информации.

Результат контроля должен сопровождаться указанием показателей достоверности контроля. Достоверность контроля — вероятность соответствия результата контроля действительному значению контролируемого параметра. В качестве оценок достоверности контроля введены понятия вероятности ошибок первого и второго рода.

Ситуация, когда годное в действительности изделие по результатам контроля признается негодным («ложный брак»), называется ошибкой первого рода. И наоборот, ситуация, когда негодное в действительности изделие по результатам контроля признается годным («необнаруженный брак»), называется ошибкой второго рода. Вероятность получения верного результата контроля: $P_{\text{в}} = 1 - (P_1 + P_2)$, где P_1, P_2 — вероятности ошибок первого и второго рода.

Возникновение таких ошибок поясним на примере контроля изделия, рассеяние измеряемого параметра x которого описывается некоторым распределением плотности вероятности $f(x)$ на рис. 2.57, где X — номинальное значение параметра, $X_{\text{в}}$ — его верхний предельный размер, $X_{\text{н}}$ — нижний предельный размер, $T_x = X_{\text{в}} - X_{\text{н}}$ — допуск параметра. Также на рис. 2.58 показано распределение плотности вероятностей погрешности $f(\Delta x)$ средства измерений, примененного для контроля. Поскольку средство измерений обладает собственной погрешностью, то по результатам измерений часть бракованных изделий (например, при $x - x_1$) может быть принята как годные. И наоборот, часть годных изделий будет забракована. Таким образом, при осуществлении измерительного контроля возникает метрологическая проблема — оценка влияния погрешности измерения контролируемого параметра на результаты контроля.

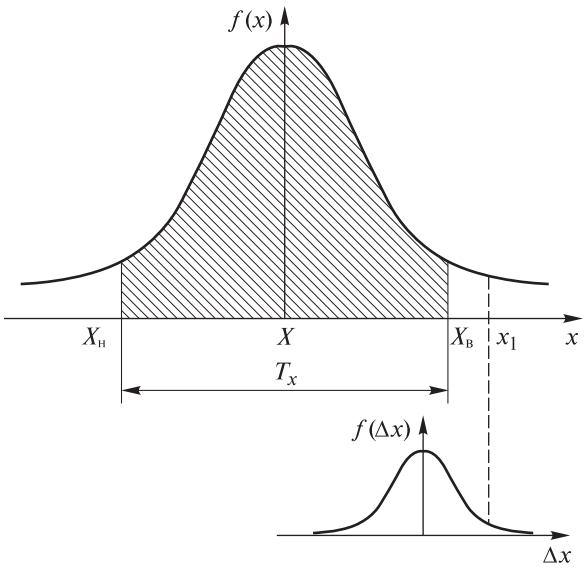


Рис. 2.58. Формирование распределения плотности вероятности $f(x)$ ошибок контроля

При контроле партии изделий вероятность ошибок первого и второго рода тем больше, чем больше дисперсия (или стандартное отклонение) погрешности измерения. В практике контроля партий изделий влияние погрешностей измерения оценивают двумя параметрами:

1) m — число изделий (в процентах от общего числа измеренных), имеющих параметры, выходящие за допустимые пределы, но признанных годными (за счет ошибок второго рода);

2) n — число изделий (в процентах от общего числа измеренных), имеющих параметры в пределах допустимых, но забракованных (за счет ошибок первого рода).

Параметры m и n определяют по таблицам в зависимости от законов распределения измеряемого параметра и погрешности:

Таблица 2.9

Параметры ошибок контроля, %

A_σ	m	n
1,6	0,87–0,90	0,70–0,75
3	0,87–0,90	1,20–1,30
5	1,60–1,70	2,00–2,25
8	2,55–2,81	3,46–3,74
12	3,75–4,10	5,40–5,80
16	5,00–5,40	7,80–8,25

$$A_\sigma = \left(\frac{\sigma}{T_x}\right)\cdot 100\ \%. \qquad (2.39)$$

где σ — стандартное отклонение измерения; T_x — допуск контролируемого параметра (табл. 2.9). Меньшие значения m и n в интервалах соответствуют распределению погрешности измерения по нормальному закону, бóльшие — по закону равной вероятности; для рассеивания значений измеряемого параметра принято нормальное распределение.

Порядок оформления отчета по лабораторной работе

Отчет оформляется в виде журнала лабораторных работ и должен содержать:

1) краткую теоретическую часть;

2) схематическое изображение или фотографию рентгеноспектрального микроанализатора с указанием основных его частей;

3) краткое описание исследуемого образца;

4) оценку результата измерительного контроля;

5) выводы.

Контрольные вопросы и задания

1. Назовите факторы, учитывающие правила обработки результатов многократных наблюдений.
2. Что называют испытанием продукции?
3. Что является целью испытания с метрологической точки зрения?
4. Какое понятие введено для оценки качества результата испытания?
5. Какой контроль называют измерительным контролем?
6. Какой контроль называют допусковым?
7. Назовите необходимое условие измерительного контроля.
8. Что является целью измерения?
9. Что является результатом контроля?

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 18. ОПТИЧЕСКАЯ МИКРОСКОПИЯ

Цель лабораторной работы: изучение особенностей оптической микроскопии при анализе различных видов образцов.

Задание по лабораторной работе

1. Изучить основные физические принципы реализации методов исследования оптическими микроскопами.
2. Исследовать образцы различными методами в зависимости от их применимости (в проходящем или отраженном свете).
3. Подробно описать один из методов.
4. Проанализировать результаты работы, сформулировать краткие выводы по работе, оформить отчет и представить его к защите.

Теоретическая часть

Микроскоп (от от древнегреческого μικρός — маленький и skopeo — смотрю) — устройство для получения изображений изучаемых объектов в увеличенном виде. Данный прибор дает возможность увидеть мельчайшие объекты, которые принципиально невозможно увидеть невооруженным глазом. Как известно, глаз является оптической системой, созданной самой природой. Данная система имеет вполне определенное разрешение (наименьшее расстояние между двумя элементами исследуемого объекта, которое можно идентифицировать именно как два отдельных элемента). Человеческий глаз с хорошим зрением с расстояния 25 см обычно различает раздельно две точки, расположенные на расстоянии 0,08 мм, т. е. разрешение будет 0,08 мм.

Как известно, размеры очень большого числа объектов исследований (микроструктура металлов, клетки живых организмов и растений и т. д.) имеют размеры существенно меньшие, чем разрешение человеческого глаза. Поэтому для изучения таких объектов используют микроскопы очень разных типов. Микроскопы позволяют определять внешний вид, размеры, строение и другие параметры микрообъектов. Современные оптические микроскопы позволяют изучать объекты с разрешением до 0,20 мкм — это размер половины длины волны фиолетового цвета.

Микроскопы различаются:

по областям применения — технические, биологические, хирургические;

по классу сложности — лабораторные, учебные, исследовательские;

по виду используемого света — проходящего или отраженного света, фазового контраста, люминесцентные (флуоресцентные), поляризационные, флуоресцентные, конфокальные;

по направленности светового потока — прямые и инвертированные.

Ход лучей в микроскопе изображен на рис. 2.59. Увеличенное изображение объекта исследования получают с помощью оптической системы, состоящей из короткофокусного объектива O_1 и окуляра O_2.

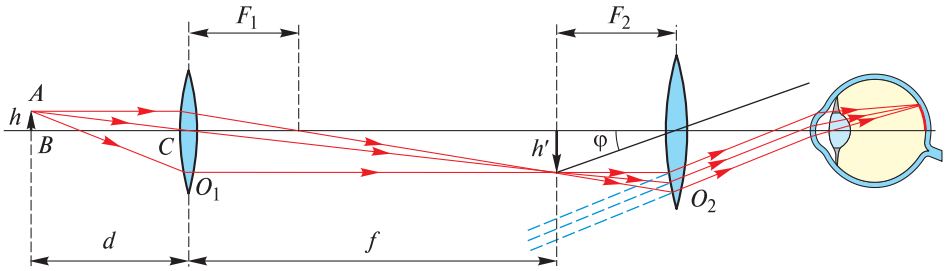


Рис. 2.59. Ход лучей в микроскопе:

h — размер изображения исследуемого объекта; *d* — расстояние между объектом и объективом; F_1 — фокусное расстояние объектива; F_2 — фокусное расстояние окуляра; *f* — расстояние от объектива до мнимого изображения объекта; φ — угол зрения предмета, рассматриваемого через окуляр

С помощью объектива получают действительное увеличенное перевернутое изображение объекта исследования *h*. Это изображение рассматривают через окуляр, который еще раз переворачивает изображение и одновременно его увеличивает.

Промежуточное изображение *h′* должно находиться в фокальной плоскости окуляра O_2, благодаря чему лучи от каждой точки исследуемого объекта идут после окуляра параллельным пучком.

Важнейшие характеристики микроскопа: видимое увеличение Г, линейное поле зрения 2*y*, числовая апертура *NA*.

Произведение показателя преломления среды, в которой находится исследуемый объект, и синуса угла апертуры называется числовой апертурой.

Числовая апертура оптического прибора определяет важные параметры: разрешающую способность и светосилу. Чем больше значение числовой апертуры, тем выше разрешающая способность объектива.

Угловая апертура объектива — максимальный угол, под которым лучи, отразившиеся от объекта исследования, попадают в объектив. На рис. 2.59 угловая апертура будет равна удвоенному значению угла *ACB*. **Числовая апертура объектива** равна произведению синуса половины угловой апертуры и показателя преломления среды, находящейся между исследуемым объектом

и линзой объектива: $NA = n \sin \alpha$, где n — показатель преломления среды между объектом исследования и объективом; $\sin \alpha$ — синус угла α равного углу *ACB* на рис. 2.59.

Светосила определяет отношение освещенности изображения к яркости исследуемого объекта.

Основными узлами микроскопа являются штатив, предметный столик осветительная система, винт микроперемещения (наводка на резкость), микрообъектив и окуляр. В современных микроскопах вместо окуляра может быть установлена видеокамера, подключенная к компьютеру.

Микробъектив микроскопа считается его важнейшей частью, от которой зависит качество изображения объекта и светосила. Конструкция микрообъектива, как правило, является многолинзовой системой, благодаря чему удается исправить аберрации (ошибки и погрешности отдельной линзы).

Группы объективов микроскопов в зависимости от увеличения и числовой апертуры:

– малых увеличений и апертур — $\Gamma \leq 10\times$; $NA \leq 0.2$;

– средних увеличений и апертур — $\Gamma \leq 40\times$; $NA \leq 0.65$;

– больших увеличений и апертур — $\Gamma > 40\times$; $NA > 0.65$.

Окуляр предназначен для рассматривания изображения объекта, формируемого объективом микроскопа. Увеличение окуляра, обычно бывает от 4 до 15 крат и определяется в основном конкретным типом микроскопа. Общее увеличение микроскопа равняется произведению увеличения объектива и увеличения окуляра.

Исследуемый объект устанавливается на предметном столике, как правило, снабженном винтами микроперемещения по двум координатам. Точность перемещения столика в современных приборах составляет от одного до нескольких микрон, а диапазон перемещения — до нескольких сантиметров.

Фокусировка микроскопа осуществляется поворотом ручки, благодаря чему объектив перемещается относительно предметного столика по вертикали. Как правило, микроскоп имеет две ручки фокусировки. Ручка грубой фокусировки служит для быстрого перемещения объектива, но этой ручкой очень сложно точно настроить фокус. Поэтому второй ручкой осуществляют точную наводку на резкость.

Для рассматривания предметов с объемным восприятием созданы стереомикроскопы или бинокулярные микроскопы, в которых изображение исследуемого объекта образует стереопару, благодаря чему объект виден в окулярах так же, как их раздельно видит правый и левый глаз человека.

Оценка качества изображений, полученных микроскопом. Под качеством изображения в микроскопии понимают способность оптической системы оптического прибора создавать геометрически подобные объекту исследования изображения, в которых мельчайшие детали объекта и контраст изображения (отношение яркостей самой светлой и самой темной частей изображения) воссоздаются с приемлемой точностью. Качество изображений зависит от остаточных аберраций микрообъектива, наличия или отсутствия

мельчайших дефектов в стекле объектива, освещенности объекта, точности юстировки и т. д.

В микроскопии существует понятие разрешающей способности, с помощью которой оценивают качество полученного микроскопом изображения. В практике микроскопии используют два вида разрешения: поперечное разрешение или латеральное и продольное или аксиальное разрешение — вдоль оптической оси микроскопа. Рассмотрим эти два понятия. Из-за несовершенства любой оптической системы каждая точка объекта исследования преобразуется объективом в эллипсоид, вытянутый вдоль оптической оси. Поэтому в плоскости сечения, перпендикулярной оптической оси, изображение точки объекта представляет собой на самом деле не точку, а пятно в виде окружности, которое получило название диска Эри. Образование диска Эри хорошо описывается законами дифракционной оптики. В нем сосредоточено 84 % всей световой энергии, а размер диска $d_э$ определяется выражением

$$d_э = 1,22\frac{\lambda}{NA},$$

где NA — числовая апертура микрообъектива; λ — длина волны света.

Для определения разрешения микроскопа берут две светящиеся точки в качестве объекта исследования и начинают их сближать. Когда две точки сливаются в одну, считается, что микроскоп достиг своего предела разрешения. Критерий Рэлея позволяет количественно определить значение этого предела. Согласно этому критерию, изображения двух рядом находящихся светящихся (некогерентных) точек можно считать раздельными, если центр дифракционного пятна, соответствующего одной точке, совпадает с первым дифракционным минимумом для второй точки.

Для рассматриваемого случая поперечная разрешающая способность объектива микроскопа:

$$R = \frac{1,22\lambda}{2NA}.$$

Из формулы следует, что разрешающая способность объектива в значительной мере определяется числовой апертурой объектива. Одним из простых способов ее повышения в микроскопии является применение так называемой иммерсионной жидкости, т. е. жидкости, имеющей показатель преломления $n > 1$.

Между объективом микроскопа и исследуемым объектом помещают каплю иммерсионной жидкости, что позволяет увеличивать разрешающую способность. Такие микрообъективы, предназначенные для работы в средах, имеющих показатель преломления больше единицы, называют иммерсионными. Качественные иммерсионные микрообъективы выпускают с числовой апертурой до 1,6 и увеличением до 100 крат. Для сравнения «сухие» объективы имеют числовую апертуру порядка 0,95. Расчеты показывают, что максимальная разрешающая способность в видимом диапазоне длин волн составляет 0,2 мкм.

Экспериментальная часть

Подготовка оборудования к работе. Для выполнения лабораторной работы используется оптический микроскоп Intel Play, подключенный к компьютеру. Микроскоп Intel Play (рис. 2.60) состоит из корпуса *2*, снабженного видеокамерой, подключенной к компьютеру, тремя сменными объективами (10×, 60× и 200×) и двумя осветителями (верхним и нижним), позволяющими направлять освещение исследуемого объекта как сверху, так и снизу. Ручкой фокусировки *5* в вертикальном направлении перемещается предметный столик *4*, на котором располагается исследуемый образец. С помощью лимба *3* осуществляется поворот револьверной головки микроскопа и смена объективов. При нажатии кнопки *1* на корпусе микроскопа включается режим видеосъемки.

Данный микроскоп позволяет в режиме реального времени проводить визуальное исследование объекта одновременно несколькими наблюдателями, находящимися перед экраном монитора. Также имеется возможность в требуемый момент времени сфотографировать объект, сделать необходимые подписи и корректировки посредством соответствующего ПО. При запуске ПО микроскопа Intel Play экран монитора автоматически переключается в экранный режим 800×600, где в окне размером 512×384 пикселов видно изображение объекта (рис. 2.61). На остальном пространстве экрана монитора расположены интуитивно понятные кнопки управления микроскопом и обработки изображения.

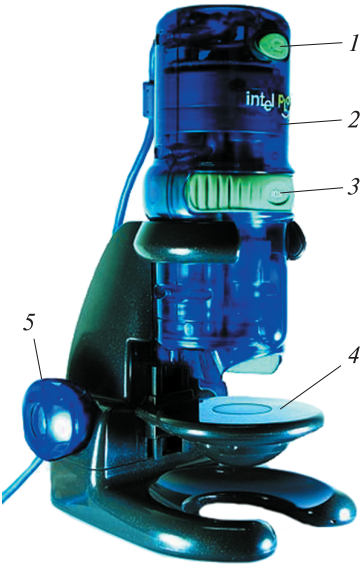


Рис. 2.60. Внешний вид микроскопа Intel Play:

1 — кнопка видеосъемки; *2* — корпус микроскопа; *3* — лимб переключения кратности увеличения; *4* — предметный столик; *5* — ручка фокусировки



Рис. 2.61. Вид основного меню управления ПО микроскопа

Кнопки *top* и *bottom* предназначены для включения верхнего или нижнего освещения. Переключатель *brightness* позволяет управлять контрастностью. При нажатии на кнопку *snapshot* происходит фотографирование объекта. При нажатии на кнопку *record movie* начинается видеозапись объекта. При нажатии на кнопку со стрелочкой, находящейся в левом нижнем углу, осуществляется переход в дополнительное меню.

Кнопка *import* рис. 2.62 предназначена для загрузки изображения с диска или флешки. С помощью кнопки *collection* можно просматривать коллекцию изображений. Кнопка *export* предназначена для сохранения фотографии объекта на жесткий диск или флешку. Кнопка *paint* запускает графический редактор для редактирования полученной фотографии объекта. Кнопка *show* запускает режим видеопросмотра. Кнопка *print* предназначена для вывода изображения объекта на принтер. Кнопка в правом нижнем углу с изображением микроскопа возвращает основное меню.



Рис. 2.62. Вид дополнительного меню управления ПО микроскопа

Перед выполнением лабораторной работы необходимо проверить готовность оборудования к работе:

1) проверить подключение микроскопа к компьютеру;

2) проверить подключение компьютера к сети 220 В;

3) включить компьютер и дождаться загрузки ОС;

4) запустить ПО микроскопа Intel Play нажатием мышкой на соответствующую иконку на рабочем столе монитора;

5) установить на лимбе микроскопа минимальное увеличение ×10.

Порядок выполнения лабораторной работы

Для выполнения лабраторной работы необходимо выполнить следующие действия.

1. Включить питание компьютера и дождаться загрузки ОС.

2. Запустить с рабочего стола ПО по указанию преподавателя или лаборанта. Дождаться загрузки ПО. Вращая лимб микроскопа, установить объектив с минимальным увеличением ×10.

3. Получить у лаборанта или преподавателя образец для исследований в отраженном и/или в проходящем свете.

4. Установить образец на предметный столик с помощью пинцета и подвести исследуемый участок образца в центр видимого поля.

5. Глядя на монитор или в окуляры, настроить ручкой фокуса резкое изображение. В случае затруднения воспользоваться помощью лаборанта или преподавателя.

6. Используя меню управления ПО, получить на экране компьютера изображение.

7. Зарисовать эскиз либо сфотографировать или сохранить полученное изображение на жесткий диск или другой доступный носитель информации.

8. Определить визуальное увеличения микроскопа на экране монитора для конкретных объективов. Для этого можно воспользоваться одним из двух вариантов:

– измерить микрометром или штангенциркулем один внешний размер образца, а затем этот же размер измерить линейкой на экране монитора. Затем разделить бóльшее значение на меньшее и получить значение (коэффициент) визуального увеличения. В дальнейшем использовать этот коэффициент при оценке размеров элементов образца. В случае затруднения воспользоваться помощью лаборанта или преподавателя;

– в качестве объекта положить на предметный столик штангенциркуль так, чтобы были видны хотя бы два деления, расстояние между которыми известно. Замерить линейкой расстояние между этими же делениями на экране монитора. Разделить бóльшее значение на меньшее. В качестве альтернативного варианта можно замерить микрометром или штангенциркулем размер какого-либо доступного объекта, например, толщину тонкой проволоки и таким образом определить визуальное увеличение.

9. Провести идентификацию фрагментов полученного изображения и оценить их размер. В случае затруднения воспользоваться помощью лаборанта или преподавателя. Зарисовать эскиз или сфотографировать полученное изображение.

10. Вращением лимба микроскопа установить объектив с бóльшим увеличением ×60.

11. Провести идентификацию более мелких фрагментов полученного изображения и оценить их размер. В случае затруднения воспользоваться помощью лаборанта или преподавателя. Зарисовать эскиз или сфотографировать полученное изображение.

12. На эскизе или фотографии подписать названия идентифицированных фрагментов и указать их размер.

13. Рассчитать, как изменится предел разрешения микроскопа для случая наблюдения в красном свете (длина волны 0,63 мкм) и синем свете (длина волны 0,44 мкм), используя критерий Рэлея, и сделать вывод.

Завершение лабораторной работы

После проведения исследования выключить оборудование, соблюдая приведенный порядок:

1) установить лимб микроскопа на минимальное увеличение ×10;

2) опустить предметный столик вниз так, чтобы удобно было снять исследуемый образец;

3) отдать образец преподавателю;

4) закрыть окно ПО микроскопа Intel Play;

5) выключить компьютер.

Порядок оформления отчета по лабораторной работе

Отчет оформляется в виде журнала лабораторных работ и должен содержать:

1) краткую теоретическую часть;

2) схематическое изображение или фотографию микроскопа с указанием основных его частей;

3) краткое описание исследуемого образца;

4) фотографии или эскизы изображений образца и его элементов, полученных на экране компьютера при различных увеличениях;

5) выводы.

Контрольные вопросы и задания

1. Дайте определение оптической микроскопии.
2. Назовите виды и типы микроскопов.
3. Опишите метод оптической микроскопии в отраженном свете.
4. Опишите метод оптической микроскопии в проходящем свете.
5. Чем отличается прямой микроскоп от стереомикроскопа?
6. Перечислите основные части оптического микроскопа.
7. Чему равняется общее увеличение микроскопа?
8. Назовите способы определения визуального увеличения цифрового микроскопа.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 19. УЛЬТРАЗВУКОВАЯ ОЧИСТКА ОБРАЗЦОВ, КОНТРОЛЬ ЧИСТОТЫ ОЧИСТКИ

Цель лабораторной работы: изучение физико-химических принципов очистки поверхностей.

Задание по лабораторной работе

1. Провести ультразвуковую очистку образцов и оценить качество очистки.
2. Сравнить методику ультразвуковой очистки с другими методами очистки образцов.
3. Проанализировать результаты работы, сформулировать краткие выводы по лабораторной работе, оформить отчет и представить его к защите.

Теоретическая часть

Ультразвуковая очистка позволяет быстро и качественно обработать самые различные детали, удалить самые прочные загрязнения, заменить дорогостоящие и небезопасные растворители и механизировать процесс очистки.

При сообщении жидкости ультразвуковых колебаний в ней возникают переменные давления, изменяющиеся с частотой возбуждающего поля. Наличие в жидкости растворенных газов приводит к тому, что во время отрицательного полупериода колебаний, когда на жидкость действует растягивающее напряжение, в этой жидкости образуются и увеличиваются разрывы в виде газовых пузырьков. В эти пузырьки могут всасываться загрязнения из микротрещин и микропор материала (рис. 2.63). Под действием сжимающих напряжений во время положительного полупериода давлений, пузырьки захлопываются. К моменту захлопывания пузырьков на них действует давление жидкости, достигающее нескольких тысяч атмосфер, поэтому захлопывание пузырька сопровождается образованием мощной ударной волны. Такой процесс образования и захлопывания пузырьков в жидкости называется ***кавитацией***. Обычно кавитация возникает на поверхности детали. Ударная волна измельчает загрязнения и перемещает их в моющий раствор (рис. 2.64).

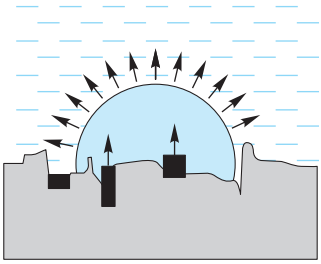


Рис. 2.63. Схема всасывания загрязнений из микротрещин поверхности в растущий газовый пузырек

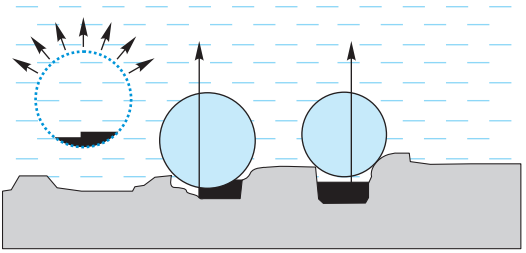


Рис. 2.64. Схема процесса ультразвуковой очистки

Ультразвуковая волна в жидкости характеризуется звуковым давлением $P_{зв}$ и интенсивностью колебаний I. Звуковое давление и интенсивность колебаний определяют по формулам:

$$P_{зв} = \rho c \omega \varphi \cos(\omega t - k_x) = p_m \cos(\omega t - k_x);$$

$$I = \frac{P_m^2}{2\rho c},$$

где ρ — плотность среды, в которой распространяется звук; c — скорость звука в среде; ρc — волновое сопротивление; ω — частота; φ — амплитуда колебаний; k_x — волновое число по координате x; $p_m = \rho c \omega \varphi$ — амплитуда звукового давления.

С повышением звукового давления до оптимального значения возрастает число газовых пузырьков жидкости, соответственно увеличивается объем кавитационной области. В ультразвуковых установках для очистки звуковое давление на границе «излучатель–жидкость» лежит в пределах 0,20...0,14 МПа.

Под интенсивностью ультразвуковых колебаний на практике понимают мощность, приходящуюся на единицу площади излучателя:

– 1,5...3,0 Вт/см^2 — водные растворы;

– 0,5...1,0 Вт/см^2 — органические растворы.

Кавитационное разрушение достигает максимума тогда, когда время захлопывания пузырьков равняется полупериоду колебаний. На образование и рост кавитационных пузырьков влияют вязкость жидкости, частота колебаний, статическое давление и температура. Кавитационный пузырек может образоваться, если его радиус меньше некоторого критического радиуса, соответствующего определенному гидростатическому давлению.

Частота ультразвуковых колебаний лежит в пределах 16...44 кГц.

Если частота колебаний низкая, то образуются более крупные пузырьки с малой амплитудой пульсации. Часть из них просто всплывает на поверхность жидкости. Ультразвук низкой частоты хуже распространяется из-за

поглощения, поэтому качественный процесс очистки идет в области, близкой к источнику. При низкой частоте недостаточно хорошо очищаются микротрещины, размеры которых меньше длины волны ультразвука.

Повышение частоты колебаний приводит к уменьшению размеров газовых пузырьков и, следовательно, к уменьшению интенсивности ударных волн при одной и той же мощности установки. Для запуска кавитационного процесса с увеличенной частотой требуется бóльшая интенсивность колебаний. Рост частоты ультразвуковой установки очистки приводит обычно к понижению КПД установки. Тем не менее повышение частоты ультразвука имеет ряд положительных сторон.

Очистка осуществляется гидропотоками при значительно меньшей вибрации детали.

Плотность ультразвуковой энергии увеличивается пропорционально квадрату частоты, что позволяет вводить в раствор большие интенсивности или при постоянной интенсивности уменьшать амплитуду колебаний.

С увеличением частоты колебаний увеличивается величина поглощаемой энергии ультразвука.

Вследствие поглощения энергии более высокой плотности частицы масел, жиров, флюсов и т. п. загрязнений поверхности детали, нагреваясь, становятся более жидкотекучими и легко растворяются в очищающей жидкости. Вода (как основа моющего раствора) при этом не нагревается.

С увеличением частоты уменьшается длина волны, что способствует более тщательной очистке мелких отверстий.

При колебаниях ультразвука достаточно высокой частоты (40 кГц) ультразвуковая волна распространяется с меньшим поглощением и действует эффективно даже на большом расстоянии от источника.

С увеличением частоты значительно уменьшаются габаритные размеры и масса ультразвуковых генераторов и преобразователей, уменьшается опасность эрозионного разрушения поверхности очищаемой детали.

Вязкость жидкости при ультразвуковой очистке влияет на потери энергии и ударное давление. Увеличение вязкости жидкости повышает потери на вязкое трение, однако время захлопывания пузырька при этом сокращается, следовательно, увеличивается сила ударной волны.

Температура оказывает неоднозначное влияние на процесс ультразвуковой очистки. Повышение температуры активизирует моющую среду, повышает ее растворяющую способность. Но при этом уменьшается вязкость раствора и увеличивается давление парогазовой смеси, что значительно снижает устойчивость кавитационного процесса.

Таким образом, технологическая задача заключается в оптимизации температуры (вязкости) раствора в зависимости от характера и вида загрязнений. Для очистки деталей от химически активных загрязнений следует повышать температуру, а для удаления плохо растворимых загрязнений — выбирать такую температуру, при которой создаются условия оптимальной кавитационной эрозии.

Рекомендуемые температуры:
– щелочные растворы — 40...60 °С;
– трихлорэтан — 38...40 °С;
– водные эмульсии — 21...37 °С.

Кроме кавитационного диспергирования загрязнений, положительное значение при очистке имеют акустические течения жидкости, т. е. вихревые потоки, образующиеся в жидкости в местах ее неоднородностей или на границе раздела «жидкость–твердое тело». Высокий уровень возбуждения жидкости в граничащем с поверхностью детали слое уменьшает толщину диффузионного слоя, образованного продуктами реакции моющего раствора с загрязнениями.

Среды ультразвуковой очистки. Очистку проводят в водных моющих растворителях, эмульсиях, кислых растворах. При использовании щелочных растворов можно значительно уменьшить температуру и концентрацию щелочных компонентов, а качество очистки останется высоким. При этом уменьшается травящее воздействие на деталь. В состав щелочных растворов входят чаще всего каустическая сода (NaOH), кальцинированная сода (Na_3CO_3), тринатрийфосфат ($Na_3PO_412H_2O$), жидкое стекло (Na_2OSiO_2), анионоактивные и неионогенные ПАВ, например сульфанол, тинол.

Поверхностно-активные вещества существенно повышают кавитационную эрозию, т. е. интенсифицируют процесс очистки. Однако опасность кавитационного разрушения поверхности материала при добавлении ПАВ также увеличивается. Понижение поверхностного натяжения в присутствии ПАВ приводит к увеличению количества пузырьков в единице объема. При этом ПАВ может понижать прочность поверхности детали.

Для предотвращения эрозии металлов необходимо выбирать оптимальные концентрации ПАВ, минимальную длительность процесса и помещать детали подальше от излучателя.

Очистку ультразвуком в органических растворителях применяют тогда, когда очистка в щелочных растворителях может привести к коррозии материала или к образованию пассивной пленки, а также если необходимо сократить время сушки. Наиболее удобными являются хлорированные растворители с высокой химической активностью; они растворяют самые различные загрязнения и безопасны в эксплуатации.

Хлорированные растворители можно применять в чистом виде и в составе азеотропных смесей (перегоняемых без изменения состава). Например, смеси фреона-113, фреона-30. Азеотропные смеси растворителей реагируют со многими загрязнениями, при этом эффективность очистки увеличивается.

Для ультразвуковой очистки применяются также бензин, ацетон, спирты, спиртобензиновые смеси.

Способы управления процессом ультразвуковой очистки. ***Изменение давления жидкости.*** Способ реализуется в виде создания вакуума или, наоборот, избыточного давления. При вакуумировании жидкости облегчается образование кавитации. Избыточное давление повышает эрозионное разрушение,

сдвигает максимум кавитационной эрозии в зону больших звуковых давлений, влияет на характер акустических течений.

Наложение электрического или магнитного полей на моющую среду. При электрохимической ультразвуковой очистке кавитационная область может быть локализована непосредственно у обрабатываемой детали; пузырьки выделяющихся на электродах газов способствуют разрушению пленок загрязнений; уменьшается смачиваемость маслом поляризованной поверхности детали.

Наложение на кавитационную область магнитного поля вызывает движение газовых пузырьков, имеющих отрицательный поверхностный заряд, что увеличивает кавитационную эрозию деталей.

Введение абразивных частиц в моющий раствор. Твердые частицы абразива участвуют в механическом отделении загрязнений и стимулируют образование кавитационных пузырьков, так как нарушают сплошность жидкости.

Экспериментальная часть

Подготовка оборудования к работе. Для выполнения лабораторной работы используется ультразвуковая ванна ULTRASONIC CLEANER CT-400D или ее аналог, а также оптический микроскоп типа IntelPlay или его аналог.

Ультразвуковая ванна (рис. 2.65) применяется для отмывки и чистки всех типов электронных компонентов, инструментов и приспособлений. В основу действия ванны положен принцип ультразвуковой кавитации. Воздушные пузырьки, образующиеся в жидкости под действием ультразвука, лопаются и создают давление на погруженный в жидкость предмет. Лопающиеся пузырьки действуют подобно маленьким взрывам. Это сильное воздействие и очищает поверхность объекта от грязи. С помощью ультразвуковой ванны можно очистить предметы сложной формы, не подвергая их коррозии и механическим повреждениям, всего за 99 с. Ванна снабжена светодиодным дисплеем, на котором ведется обратный отсчет времени. Наблюдая за процессом очистки, можно завершить работу раньше стандартного времени или перевести ванну в режим ожидания.



Рис. 2.65. Общий вид ультразвуковой ванны

Технические характеристики ультразвуковой ванны

Рабочее напряжение — 220 В.

Потребляемая мощность — 35Вт/60Вт.

Дисплей — цифровой дисплей со светодиодной индикацией.

Рабочее время сессии — 99 с.

Частота ультразвука — 43...45 кГц.

Габаритные размеры ванны — 165×90×40 мм.

Габаритные размеры устройства — 210×105×115 мм.

Перед началом лабораторной работы необходимо подготовить ультразвуковую ванну к работе в следующем порядке:

1) проверить, что ванна отключена от сети;

2) открыть крышку ванны;

3) получить у преподавателя или лаборанта канистру с жидкостью для очистки и осторожно залить ее в ванну до отметки под контролем преподавателя;

4) закрыть крышку ванны.

Порядок выполнения лабораторной работы

Лабораторная работа выполняется в следующем порядке.

1. Полученную у преподавателя деталь, предназначенную для ультразвуковой очистки, установить на предметный столик микроскопа. Отрегулировав освещение и резкость, добиться четкого изображения загрязнений на поверхности детали. Составить эскиз загрязнений либо сделать принтскрин или фотографию.

2. Снять деталь с предметного столика микроскопа и пинцетом осторожно опустить в ванну, предварительно сняв с нее крышку. Закрыть крышку.

3. Включить питание ванны. Установить на дисплее время очистки нажатием кнопки SET и нажать кнопку ON. Время очистки зависит от характера загрязнений детали и уточняется преподавателем при выдаче детали.

4. Выключить питание ванны по истечении заданного времени.

5. Снять крышку ванны, осторожно достать деталь пинцетом и выложить ее на салфетку.

6. Промокнуть деталь салфеткой так, чтобы на поверхности детали не осталось следов жидкости.

7. Поместить деталь на предметный столик микроскопа. Отрегулировав освещение и резкость, добиться четкого изображения поверхности детали. Составить эскиз поверхности детали либо сделать принтскрин или фотографию.

8. Сравнить чистоту поверхности детали до и после очистки.

Завершение работы

После проведения работы привести используемое оборудование в исходное состояние, соблюдая следующий порядок.

1. Отключить ванну от сети.

2. Осторожно слить отработанную жидкость из ванны в специальную емкость, полученную у преподавателя или лаборанта.

3. Протереть ванну салфеткой насухо.

4. Закрыть ванну крышкой.

Порядок оформления отчета по лабораторной работе

Отчет должен содержать:
1) эскиз ванны;
2) эскизы или фотографии поверхности детали до и после очистки;
3) краткую теоретическую часть;
4) последовательность действий при очистке;
5) выводы.

Контрольные вопросы и задания

1. В чем заключается принцип очистки поверхности методом ультразвуковой отмывки?
2. Назовите способы управления процессом ультразвуковой очистки.
3. Дайте определение технологически чистой поверхности.
4. Опишите процесс кавитации.
5. Какие бывают виды загрязнений?

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 20.
ФОРМИРОВАНИЕ ВАКУУМНОЙ СРЕДЫ И ИЗМЕРЕНИЕ ЕЕ ПАРАМЕТРОВ

Цель лабораторной работы: изучение основных методов и средств получения и измерения вакуумной технологической среды для реализации высоковакуумных технологических процессов.

Задание по лабораторной работе

Алгоритм выполнения лабораторной работы.

1. Изучить на практике устройство вакуумных установок.
2. Изучить конструкции механического, диффузионного и турбомолекулярного насосов.
3. Изучить принципы работы деформационного манометра, а также термопарного и ионизационного манометрических преобразователей.
4. Изучить принцип работы вакуумного стенда для исследования зависимости скорости откачки от объема вакуумной камеры при откачке механическим вакуумным насосом. Исследовать зависимости изменения давления от времени для разных объемов камер. Определить предельное давление системы вакуумного стенда.

Теоретическая часть

Базовыми элементами для расчета вакуумной системы являются такие параметры, как объем вакуумной камеры, давление, быстрота действия насоса и его производительность. Простейшая вакуумная система показана на рис. 2.66.

Производительностью вакуумного насоса называется количество газа, удаляемого насосом в единицу времени при данном давлении всасывания. Обычно производительность G измеряют в Па·л/с (или мбар·л/с, мм рт. ст.·л/с,). При предельном вакууме эффективная производительность равна нулю.

Скоростью откачки насоса $N_н$ называют объем газа, удаляемого из откачиваемой системы в единицу времени при данном давлении всасывания. Скорость откачки (л/с, $м^3$/с и т. д.) характеризует объемную производительность насоса. Соотношение скорости откачки насоса с производительностью определяет формула: $N_н = G / P_в$, где $P_в$ — давление на входе в насос.

На скорость откачки оказывают влияние диаметр и длина трубопровода, соединяющего насос и камеру. Если скорость откачки соединительной трубки равна скорости откачки насоса, то результирующая скорость откачки вакуумной камеры равна половине скорости откачки насоса. Если соединительная трубка допускает скорость откачки даже в 9 раз большую, чем скорость, с которой откачивает насос, то и тогда производительность вакуумного насоса будет снижена на 10 %. Проводимость трубопровода — количество газа, протекающего через трубопровод в единицу времени при разности давлений на концах трубопровода.

Экспериментальная часть

Задание экспериментальной части: определение производительности и быстроты действия вакуумных насосов методом постоянного объема.

Оборудование. Для проведения лабораторной работы используется экспериментальный стенд (рис. 2.66), на котором реализуется процесс формирования вакуума.

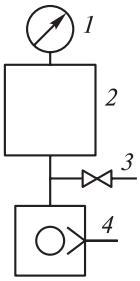


Рис. 2.66. Стенд определения производительности и быстроты действия вакуумных насосов: *1* — вакуумметр; *2* — вакуумная камера; *3* — клапан проходной; *4* — форвакуумный насос

Экспериментальный стенд состоит из вакуумметра, набора емкостей объемом $V_1(V_2, V_3)$, вакуумного насоса и клапана.

Подготовка оборудования к работе. Для проведения лабораторной работы используется стенд (см. рис. 2.66). Перед началом работы необходимо проверить правильность сборки стенда в следующем порядке.

1. Проверить плотность соединения трубопровода к штуцерам насоса и вакуумной камеры.
2. Подсоединить к вакуумной камере вакуумметр.
3. Проверить готовность вакуумметра к работе: стрелка должна стоять на отметке «ноль», не должно быть механических повреждений корпуса и стекла.
4. Рассчитать объем вакуумной камеры. По усмотрению преподавателя объем вакуумной камеры может быть задан.
5. Подготовить к работе секундомер.
6. Включить кабель электропитания насоса в сеть.
7. Закрыть клапан.

Порядок выполнения лабораторной работы

Лабораторная работа выполняется в следующем порядке.

1. Включить вакуумный насос и одновременно секундомер.
2. Записать в табл. 2.10 изменение давления в системе через каждые 5 с.
3. После стабилизации давления выключить насос.
4. Открыть клапан и заполнить систему воздухом.
5. Закрыть клапан.
6. Камеру V_1 отсоединить и подсоединить камеру V_2.
7. Повторить п. 1–5 и результаты эксперимента записать в табл. 2.11.
8. Камеру V_2 отсоединить и подсоединить камеру V_3.
9. Повторить п. 2–5 и результаты эксперимента записать в табл. 2.12.
10. По данным табл. 2.10–2.12 построить кривые откачки (зависимость P от t). Отметить на каждой кривой, для какого объема она построена. Качественный вид графика кривой, откачки показан на рис. 2.67.

На построенных графиках для каждого измеренного момента времени t_i провести касательную к кривой откачки (см. рис. 2.67) до ее пересечения с осью времени и определить тангенс угла наклона касательной для каждого момента времени ($\mathrm{tg}A = (d_p / d_t)$). Результаты внести в соответствующую таблицу.

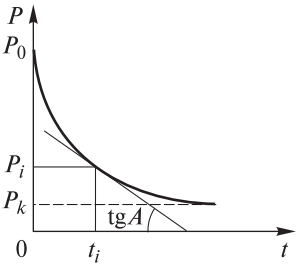


Рис. 2.67. Пример кривой откачки:

P_0 — начальная точка; P_i — давление в точке на кривой в зависимости от времени; P_k — стабильное давление

11. Рассчитать производительность насоса в каждый момент времени по формуле $Q = Vd_p / dt$, результаты внести в соответствующую таблицу.

12. Рассчитать быстроту откачки насоса в каждый момент времени по формуле $S_{\text{н}i} = Q_i / P_i$ и результаты внести в соответствующую таблицу.

13. По данным табл. 2.10–2.12 построить кривые зависимости быстроты откачки от времени для объемов V_1, V_2, V_3 (на одном графике).

Таблица 2.10

Зависимость давления от времени для объема V_1

№ п/п	Время t, с	Давление P, мм рт. ст.	$\mathrm{tg}A$	Производительность насоса Q, мм рт. ст. · л/с	Быстрота откачки насоса $S_{\text{н}}$, л/с
1					
2					
3					
4					
5					

Таблица 2.11

Зависимость давления от времени для объема V_2

№ п/п	Время t, с	Давление P, мм рт. ст.	tg$A$	Производительность насоса Q, мм рт. ст. · л/с	Быстрота откачки насоса $S_н$, л/с
1					
2					
3					
4					
5					

Таблица 2.12

Зависимость давления от времени для объема V_3

№ п/п	Время t, с	Давление P, мм рт. ст.	tg$A$	Производительность насоса Q, мм рт. ст. · л/с	Быстрота откачки насоса $S_н$, л/с
1					
2					
3					
4					
5					

Завершение работы

После проведения эксперимента необходимо выключить стенд и привести его в исходное состояние, соблюдая следующую последовательность:

1) отключить кабель питания от сети;

2) отсоединить камеру V_3 от насоса.

Порядок оформления отчета по лабораторной работе

Отчет оформляется в виде журнала лабораторных работ и должен содержать:

1) краткую теоретическую часть;

2) схематическое изображение или фотографию стенда с указанием основных его частей;

3) экспериментальные и расчетные данные в табличном виде;

4) графические зависимости, полученные по результатам эксперимента;

5) выводы.

Контрольные вопросы и задания

1. Что такое вакуум?
2. В каких единицах измеряется вакуум?
3. Какие имеются средства измерения разряжения?
4. В чем различие схем получения низкого и высокого вакуума?
5. Перечислите свойства вакуума (с позиции реализации в нем технологических процессов).
6. Что такое производительность насоса? Для чего необходимо знать производительность насоса?
7. Назовите типы насосов, применяемых для получения вакуума.
8. Для чего применяется форвакуумный насос?
9. Для чего применяется турбомолекулярный насос?

3. Нормативная документация

3.1. ПРИМЕРНАЯ БАЗОВАЯ ПРОГРАММА ДИСЦИПЛИНЫ



Министерство образования и науки Российской Федерации
Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение
высшего образования «Московский государственный технический
университет имени Н.Э. Баумана
(национальный исследовательский университет)»
(МГТУ им. Н.Э. Баумана)

Утверждаю
Первый проректор —
проректор по учебной работе
МГТУ им. Н.Э. Баумана
_____ Б.В. Падалкин
«___» _____ 20__ г.

Факультет «Информатика и системы управления»
Кафедра ИУ4 «Проектирование и технология производства электронной аппаратуры»

РАБОЧАЯ ПРОГРАММА ДИСЦИПЛИНЫ

«Физико-химические основы электронных средств (ФХОЭС)»

для направления подготовки (уровень бакалавриата)
12.03.01 «Приборостроение»

Авторы программы:
Власов А.И., доцент
Жалнин В.П., доцент
Селиванов К.В., доцент

Москва, 2024

Настоящая рабочая программа дисциплины устанавливает требования к знаниям и умениям студента, а также определяет содержание и виды учебных занятий и отчетности.

Программа разработана в соответствии с основной профессиональной образовательной программой (ОПОП) и учебным планом МГТУ им. Н.Э. Баумана, составленными на основе самостоятельно устанавливаемого образовательного стандарта (СУОС) по направлению подготовки 12.03.01 «Приборостроение».

При освоении дисциплины планируется формирование компетенций, предусмотренных ОПОП на основе СУОС по направлению подготовки 12.03.01 «Приборостроение» (уровень бакалавриата).

Для категорий «знать, уметь, владеть» планируется достижение результатов обучения (РО), вносящих на соответствующих уровнях вклад в формирование компетенций, предусмотренных основной профессиональной образовательной программой.

Раздел 1. Цели и задачи дисциплины

Цель дисциплины: изучение физико-химических основ приборостроения.

Предметом изучения являются технологические процессы, используемые для производства различных изделий приборостроения.

Материал курса является основой для дальнейшего изучения курсов «Технологическая подготовка производства», «Технология производства электронных средств», «Физические основы микроэлектроники».

Задачей дисциплины является:

формирование теоретических и практических навыков в области физико-химических основ приборостроения. Изучение физико-химических явлений, сопровождающих операции технологического процесса, методик выполнения базовых технологических процессов, особенностей устройства и применения технологического оборудования, методик контроля технологических параметров и параметров формируемых структур.

При освоении дисциплины планируется формирование компетенций, предусмотренных ОПОП на основе СУОС по направлению подготовки 12.03.01 «Приборостроение».

При этом студенты изучают следующие разделы:

– Основные технологические процессы в приборостроении;
– Методы формообразования в приборостроении;
– Изготовление деталей из пластмасс и порошковых материалов;
– Методы очистки и модификации поверхности;
– Световая микроскопия;
– Отсчетные измерительные устройства;
– Оптические системы для инфракрасной области спектра;
– Оптические измерительные системы;
– Исследование функциональных структур с помощью сканирующей зондовой микроскопии;

– Рентгеноспектральный микроанализ;
– Травление;
– Электрохимическое полирование;
– Основы вакуумной техники;
– Функциональные покрытия и литографические процессы;
– Гальванопластика и гальваностегия;
– Электрофизические методы обработки;
– Аддитивные технологии;
– Лазерные технологии в формировании функциональных структур;
– Электронно-лучевая обработка материалов;
– Методы и средства электронной гигиены.

Изучение данной дисциплины базируется на следующих курсах (разделах курсов):
– Математический анализ;
– Физика;
– Общая химия;
– Неорганическая химия;
– Информатика.

После освоения данной дисциплины студент подготовлен для изучения следующих курсов учебного плана:
– Технологическая подготовка производства;
– Технология производства электронных средств;
– Физические основы микроэлектроники;
– Подготовка и защита ВКРБ;
– выполнения курсовых и дипломных проектов.

Раздел 2. Знания, умения и навыки, получаемые после освоения дисциплины

2.1. Студент должен знать:
– методы удаления материалов с поверхности изделий;
– методы нанесения материалов на поверхность изделий;
– методы модификации материала поверхности изделий;
– технические эффекты, лежащие в основе технологий обработки поверхностей изделий.

2.2. Студент должен уметь:
– проводить сопоставительный анализ различных технологий изготовления изделий;
– составлять последовательность технологических операций изготовления изделий;
– осуществлять расчет основных технологических режимов изготовления изделий;
– применять на практике знания технологий изготовления изделий;

– анализировать и проводить сравнительную оценку вариантов технологических цепочек изготовления изделий;

– разрабатывать технологическую документацию.

2.3. Студент должен владеть:

– комплексным рассмотрением вопросов технологического проектирования изделий электронных средств;

– навыками разработки технологических операций изготовления изделий;

– навыками расчетов основных технологических режимов изготовления изделий электронных средств;

– навыками работы с контрольно-измерительной аппаратурой, в том числе сопряженной с персональной электронно-вычислительной машиной;

– навыками создания технологической документации изготовления изделий электронных средств.

Раздел 3. Объем дисциплины по видам учебных занятий

Вид учебной работы	Объем по семестрам, ч	
	Всего	1-й семестр
Объем дисциплины (всего)	102	102
1. Аудиторная работа (всего):	68	68
лекции (Л)	34	34
семинары (С)	17	17
лабораторные работы (ЛР)	17	17
2. Самостоятельная работа (СР) обучающихся (всего):	34	34
проработка учебного материала лекций	12	12
подготовка к семинарам	9	9
подготовка к рубежным контролям	9	9
подготовка к лабораторным работам	4	4
Вид промежуточной аттестации обучающегося		Зачет

Раздел 4. Содержание дисциплины по модулям

№ п/п	Тема (название) модуля	Вид занятий, ч			
		Лекции	Л	С	СР
3-й семестр					
1	Методы удаления материалов с поверхности изделий	10	6	8	10
2	Методы нанесения материалов на поверхность изделий	12	6	4	12
3	Методы модификации материала поверхности и технические эффекты, лежащие в основе технологий обработки поверхностей изделий	12	5	5	12
ИТОГО:		34	17	17	34

Раздел 5. Содержание дисциплины по разделам

№ п/п	Наименование модуля, содержание	Часы
	1-й семестр	
1	Методы удаления материалов с поверхности изделий	
	Лекции	10
Л1.1	Введение. Удаление материалов с поверхности изделий. Подготовка поверхности деталей. Характеристики типовых загрязнений	4
Л1.2	Травление поверхности изделий. Травление материалов в жидких средах	2
Л1.3	Вакуумно-плазменное травление. Основные закономерности, оборудование, области применения	2
Л1.4	Контроль качества очистки деталей	2
	Семинары	6
С1.1	Расчет технологических режимов гальванического никелирования стальных деталей	2
С1.2	Расчет параметров электроэрозионной обработки металлов	2
С1.3	Расчет припуска кремниевой пластины	2
	Лабораторные работы (вариативно)	8
ЛР1.1	Оптическая микроскопия	4
ЛР1.2	Ультразвуковая очистка образцов, контроль чистоты очистки	4
	Самостоятельная работа	10
СР1.1	Проработка учебного материала лекций	2
СР1.2	Подготовка к семинарам	3
СР1.3	Подготовка к рубежному контролю	3
СР1.4	Подготовка к лабораторным работам	2
2	Методы нанесения материала на поверхность	
	Лекции	12
Л2.1	Нанесение материалов на поверхность с использованием химических процессов	
Л2.2	Нанесение материалов на поверхность с использованием электрохимических процессов	4
Л2.3	Формообразование с использованием электрохимических процессов. Гальванопластика	2
Л2.4	Термохимические процессы и их применение в технологии покрытий	4
	Семинары	6
С2.1	Методы определения толщины напыляемой пленки	2
С2.2	Расчет технологических режимов лазерной сварки	2
С2.3	Расчет термического окисления кремния	2
	Лабораторные работы (вариативно)	4

№ п/п	Наименование модуля, содержание	Часы
ЛР2.1	Сканирующая зондовая микроскопия	4
	Самостоятельная работа	12
СР2.1	Проработка учебного материала лекций	3
СР2.2	Подготовка к семинарам	3
СР3.3	Подготовка к рубежному контролю	3
СР4.4	Подготовка к лабораторным работам	3
3	Методы модификации материала поверхности и технические эффекты, лежащие в основе обработки поверхностей	
	Лекции	12
Л3.1	Технические поля, применяемые для модификации. Назначение поверхностных оксидных и фосфатных пленок. Условия образования сплошных плотных поверхностных пленок	2
Л3.2	Процессы окисления кремния в технологии интегральных схем. Требования, предъявляемые к оксидным пленкам кремния в производстве интегральных схем	4
Л3.3	Электрофизические методы обработки деталей электронных средств. Классификация и области применения электрофизических методов в технологии электронных средств	2
Л3.4	Физико-химические явления и технологии, применяемые в наноразмерных структурах	4
	Семинары	5
С3.1	Расчет параметров диффузии примеси при формировании рабочей области *p–n*-перехода	2
С3.2	Расчет технологических параметров катодного распыления поверхности мишени потоком ионов	3
	Лабораторные работы (вариативно)	5
ЛР3.1	Формирование вакуумной среды и измерение ее параметров	5
	Самостоятельная работа	12
СР3.1	Проработка учебного материала лекций	3
СР3.2	Подготовка к семинарам	2
СР3.3	Подготовка к рубежному контролю	3
СР3.4	Подготовка к лабораторным работам	4

Раздел 6. Самостоятельная работа

№	Тема самостоятельной работы	Часы, ч	Литература
	3-й семестр		
1	Самостоятельная проработка курса лекций	8	[1–5]
2	Подготовка к семинарам	8	[1–5]
3	Подготовка к рубежному контролю	9	[1–5]
4	Подготовка к лабораторным работам	9	[1–5]

Самостоятельная проработка курса лекций. Самостоятельная проработка курса лекций проводится по литературе, приведенной в разделе 7.

Раздел 7. Литература

1. *Варламов П.И.*, *Елсуков К.А.*, *Макарчук В.В.* Технологические процессы в наноинженерии. В 17 кн. Кн. 2: учеб. пособие. М.: Изд-во МГТУ им. Н.Э. Баумана, 2011. 176 с.

2. *Томилин В.* Физико-химические основы технологии электронных средств: учебник для студентов высших учебных заведений. М.: Академия ИЦ, 2010. 407 с.

3. *Чистяков Ю.Д.*, *Райнова Ю.П.* Физико-химические основы технологии микроэлектроники. Сер. Нанотехнологии. Т. 1. М.: «Бином. Лаборатория знаний», 2010. 392 с.

4. *Рамбиди Н.Г.*, *Березкин А.В.* Физические и химические основы нанотехнологий. М.: Физматлит, 2009. 450 с.

5. *Смирнов В.И.* Физико-химические основы технологии электронных средств: учебное пособие. Ульяновск: УлГТУ, 2005. 112 с.

6. Статические агрегаты бесперебойного питания / Г.Г. Адамия, Е.И. Беркович, А.С. Картавых и др.; под ред. Ф.И. Ковалева. М.: Энергоатомиздат, 1992. 287 с.

3.2. СТРУКТУРА И СОСТАВ ФОНДОВ ОЦЕНОЧНЫХ СРЕДСТВ ПО ДИСЦИПЛИНЕ

Фонды оценочных средств по дисциплине представляют собой варианты экзаменационных билетов, перечень вопросов для рейтинговых и контрольных мероприятий.

Комплект билетов к экзамену

Московский государственный технический университет им. Н.Э. Баумана

ЭКЗАМЕНАЦИОННЫЙ БИЛЕТ № 1

по курсу «Физико-химические основы электронных средств (ФХОЭС)»

1. Методы сканирующей зондовой микроскопии, классификация.
2. Оптическая микроскопия: световая микроскопия, методы световой микроскопии, конфокальная микроскопия.
3. Объясните понятие пьезоэлектрического эффекта и принцип действия пьезоэлектрического двигателя. Опишите различные конструкции сканеров.

Утверждаю В.А. Шахнов

Билет рассмотрен и утвержден на заседании кафедры «__» _____ г.

Московский государственный технический университет им. Н.Э. Баумана

ЭКЗАМЕНАЦИОННЫЙ БИЛЕТ № 2

по курсу «Физико-химические основы электронных средств (ФХОЭС)»

1. Принцип сканирования поверхности средствами СЗМ и работы системы обратной связи. Критерии выбора параметров сканирования.
2. Спектроскопия, раман-спектроскопия, оптическая профилометрия, эллипсометрия.
3. Многопроходные методики (Many-pass techniques).

Утверждаю В.А. Шахнов

Билет рассмотрен и утвержден на заседании кафедры «__» _____ г.

Московский государственный технический университет им. Н.Э. Баумана

ЭКЗАМЕНАЦИОННЫЙ БИЛЕТ № 3

по курсу «Физико-химические основы электронных средств (ФХОЭС)»

1. Факторы, определяющие быстродействие, точность и стабильность слежения за микрорельефом.
2. Ближнепольная оптическая микроскопия (БОМ).
3. Дайте общую характеристику метода постоянного тока (Constant Current mode).

Утверждаю В.А. Шахнов

Билет рассмотрен и утвержден на заседании кафедры «__» _____ г.

Московский государственный технический университет им. Н.Э. Баумана

ЭКЗАМЕНАЦИОННЫЙ БИЛЕТ № 4

по курсу «Физико-химические основы электронных средств (ФХОЭС)»

1. Общая характеристика метода постоянной высоты (Constant Height mode).
2. Прерывисто-контактная сканирующая силовая микроскопия.
3. Физические основы растровой электронной микроскопии.

Утверждаю В.А. Шахнов

Билет рассмотрен и утвержден на заседании кафедры «__» _____ г.

Московский государственный технический университет им. Н.Э. Баумана

ЭКЗАМЕНАЦИОННЫЙ БИЛЕТ № 5

по курсу «Физико-химические основы электронных средств (ФХОЭС)»

1. Общая характеристика метода $I(z)$-спектроскопии.
2. Дайте общую характеристику метода $I(V)$-спектроскопии (or Current Imaging Tunneling Spectroscopy, CITS).
3. Дайте общую характеристику метода постоянной силы (Constant Force mode).

Утверждаю В.А. Шахнов

Билет рассмотрен и утвержден на заседании кафедры «__» _____ г.

Московский государственный технический университет им. Н.Э. Баумана

ЭКЗАМЕНАЦИОННЫЙ БИЛЕТ № 6

по курсу «Физико-химические основы электронных средств (ФХОЭС)»

1. Контактный метод рассогласования (Contact Error mode).
2. Микроскопия латеральных сил (Lateral Force Microscopy).
3. Метод модуляции силы (Force Modulation mode).

Утверждаю В.А. Шахнов

Билет рассмотрен и утвержден на заседании кафедры «__» _____ г.

Московский государственный технический университет им. Н.Э. Баумана

ЭКЗАМЕНАЦИОННЫЙ БИЛЕТ № 7

по курсу «Физико-химические основы электронных средств (ФХОЭС)»

1. Отображение силы растекания (Spreading Resistance Imaging).
2. Контактная электростатическая силовая микроскопия (ЭСМ) (Contact EFM).
3. Атомно-силовая акустическая микроскопия (АСАМ) (Atomic-force acoustic microscopy, AFAM).

Утверждаю В.А. Шахнов

Билет рассмотрен и утвержден на заседании кафедры «__» _____ г.

Московский государственный технический университет им. Н.Э. Баумана

ЭКЗАМЕНАЦИОННЫЙ БИЛЕТ № 8

по курсу «Физико-химические основы электронных средств (ФХОЭС)»

1. АСАМ-резонансная спектроскопия (AFAM Resonance Spectroscopy).
2. Прерывисто-контактная сканирующая силовая микроскопия.
3. Устройство и работа растрового электронного микроскопа.

Утверждаю В.А. Шахнов

Билет рассмотрен и утвержден на заседании кафедры «__» _____ г.

Московский государственный технический университет им. Н.Э. Баумана

ЭКЗАМЕНАЦИОННЫЙ БИЛЕТ № 9

по курсу «Физико-химические основы электронных средств (ФХОЭС)»

1. Особенности прерывисто-контактного метода рассогласования (Semicontact Error mode).
2. Метод отображения фазы (Phase Imaging mode).
3. Бесконтактная атомно-силовая микроскопия (Noncontact AFM).

Утверждаю В.А. Шахнов

Билет рассмотрен и утвержден на заседании кафедры «__» _____ г.

Московский государственный технический университет им. Н.Э. Баумана

ЭКЗАМЕНАЦИОННЫЙ БИЛЕТ № 10

по курсу «Физико-химические основы электронных средств (ФХОЭС)»

1. Многопроходные методики (Many-pass techniques), их сравнительные характеристики.
2. Статическая магнитно-силовая микроскопия (СМСМ) (DC Magnetic Force Microscopy, DC MFM).
3. Динамическая магнитно-силовая микроскопия (ДМСМ) (AC Magnetic Force Microscopy, AC MFM).

Утверждаю В.А. Шахнов

Билет рассмотрен и утвержден на заседании кафедры «__» _____ г.

Перечень вопросов для рейтинговых и контрольных мероприятий

Модуль 1. Методы удаления материалов с поверхности изделий

Билет № 1

1. Цели технологической операции. Приведите примеры.
2. Стадии процесса очистки.
3. Очистка металлических изделий от оксидов.
4. Физические эффекты, возникающие в ультразвуковых полях.
5. Катодная очистка. Достоинства и недостатки.

Билет № 2

1. Понятие чистой поверхности. На что влияет чистота поверхности изделий?
2. Методы интенсификации (форсирования) процессов очистки поверхности изделий.
3. Классификация механических и комбинированных методов очистки.
4. Акустическая кавитация.
5. Метод контроля очистки косым пучком осветителя.

Билет № 3

1. Типичные загрязнения поверхности изделий.
2. Гидромеханическая очистка (на примере отмывки пластин кремния). Основные недостатки процесса.
3. Шлифование поверхности.
4. Классификация ультразвуковых методов обработки поверхности изделий (использование физических эффектов, использование в технологиях, среды ультразвуковой обработки).
5. Метод контроля очистки по смачиваемости.

Билет № 4

1. Растворители для обезжиривания, их краткая характеристика.
2. Химические методы интенсификации очистки.
3. Полирование поверхности.
4. Влияние давления на процесс ультразвуковой очистки.
5. Трибометрический метод контроля очистки.

Билет № 5

1. Назовите разновидности воды, применяемой для очистки изделий. Для каких целей применяется каждая из них? Опишите способ получения каждой разновидности воды.
2. Этапы удаления загрязнений в водных растворах поверхностно-активных веществ.
3. Галтовка изделий.
4. Влияние частоты ультразвуковых колебаний на процесс очистки.
5. Фотометрический метод контроля очистки.

Билет № 6

1. Виды деионизованной воды. Для каких целей используется каждый вид? Способ получения деионизованной воды.
2. Удаление загрязнений в растворах комплексообразователей.
3. Крацевание поверхности изделий.
4. Влияние вязкости моющей среды на ультразвуковую очистку.
5. Радиоизотопный метод контроля очистки.

Билет № 7

1. Методы очистки и травления поверхности изделий.
2. Обезжиривание в щелочных растворах.
3. Эрозионные методы очистки.
4. Влияние температуры жидкости на процесс ультразвуковой очистки.
5. Кондуктометрический метод контроля очистки.

Билет № 8

1. Отмывка неполярных и полярных загрязнений.
2. Удаление неомыляемых масел.
3. Жидкостно-абразивная обработка.
4. Способы управления процессом ультразвуковой очистки.
5. Метод контроля очистки по контактному электрическому сопротивлению.

Билет № 9

1. Методы физического обезжиривания.
2. Особенности применения поверхностно-активных веществ. На какие классы их подразделяют?
3. Струйная очистка поверхности изделий.
4. Электрохимическая отмывка.
5. Коррозионный метод контроля очистки.

Билет № 10

1. Методы химического обезжиривания.
2. Позитивное и негативное влияние пенообразования поверхностно-активных веществ.
3. Ультразвуковая очистка поверхности изделий.
4. Физическая суть электрохимического обезжиривания.
5. Контроль очистки по методу восстановления благородных металлов.

Модуль 2. Методы нанесения материалов на поверхность

Билет № 1

1. Жидкостное травление деталей химическим способом. Назовите этапы травления.
2. Электрохимическое полирование.
3. Классификация процессов ионно-плазменного травления.
4. Оптическая система микроскопа.
5. Раман-спектроскопия.

Билет № 2

1. Скорость процесса химического травления деталей.
2. Механизм анодного растворения при электрохимическом полировании.

3. Ионное травление.

4. Запрет Аббе и способ его преодоления.

5. Критическая плотность потока и структура пленок при вакуумном напылении.

Билет № 3

1. Полирующее травление деталей.

2. Требования, предъявляемые к электролитам для электрохимического полирования.

3. Плазмо-химическое травление.

4. Схема оптического сканирующего микроскопа ближнего поля.

5. Принципиальная схема диффузионного насоса и принцип его работы.

Билет № 4

1. Избирательное травление деталей.

2. Характеристика электрохимического процесса. Зависимость тока от напряжения при электрохимическом полировании.

3. Недостатки ионного травления.

4. Принцип сканирующей туннельной микроскопии.

5. Принципиальная схема турбомолекулярного насоса и принцип его работы.

Билет № 5

1. Анизотропное травление деталей.

2. Требования к размерам, форме и материалу катода при электрохимическом полировании.

3. Недостатки плазмо-химического травления.

4. Схема туннельного микроскопа.

5. Достоинства и недостатки турбомолекулярных насосов.

Билет № 6

1. Селективное травление деталей.

2. Примеры применения электрохимического полирования.

3. Ионно-химическое травление.

4. Схема метода постоянного тока, применяемого в сканирующем туннельном микроскопе.

5. Селективное травление полупроводников.

Билет № 7

1. Классификация травителей при химическом травлении поверхности.

2. Характерные дефекты поверхностей, отполированных электрохимическим способом.

3. Схема установки ионно-химического травления.

4. Схема метода постоянной высоты, применяемого в сканирующем туннельном микроскопе.

5. Химическое полирование металлов.

Билет № 8

1. Химическое полирование полупроводников.

2. Условное деление областей вакуума.

3. Стадии процесса вакуумного напыления.

4. Схема атомно-силового микроскопа.
5. Химическое полирование алюминия и меди.

Билет № 9

1. Структура нарушенного слоя полупроводниковых пластин после резки.
2. Принципиальная схема вакуумной установки.
3. Схема установки вакуумного термического испарения.
4. Атомно-силовая микроскопия. Метод постоянной высоты.
5. Химическое полирование стали.

Билет № 10

1. Химико-динамическая полировка пластин кремния.
2. Классификация вакуумных насосов.
3. Стадии процесса роста пленок при вакуумном напылении.
4. Атомно-силовая микроскопия. Метод постоянной силы.
5. Зависимость скорости травления от концентрации травителя.

Модуль 3. Методы модификации материала поверхности и технические эффекты, лежащие в основе технологий обработки поверхностей

Билет № 1

1. Области применения литографии.
2. Гальванопластика, назначение метода и схема установки.
3. Термическая диффузия примеси в полупроводник.
4. Получение германия.
5. Назначение и функции пассивных пленок диксида кремния в полупроводниковых микросхемах.

Билет № 2

1. Что такое фоторезист, фотошаблон и экспонирование?
2. Основные этапы технологии гальванопластики.
3. Схема установки для проведения термической диффузии примеси в полупроводник.
4. Очистка полупроводников методом зонной плавки.
5. Требования, предъявляемые к оксидным пленкам кремния.

Билет № 3

1. Из каких двух основных стадий состоит процесс фотолитографии?
2. Классификация форм для гальванопластики.
3. Первый закон Фика.
4. Схема устройства для зонной плавки германия.
5. Механизм окисления по Дилу и Гроув.

Билет № 4

1. Методы литографии в зависимости от длины волны используемого излучения.
2. Назначение разделительного слоя в гальванопластике и способы его нанесения.
3. Второй закон Фика.
4. Схема метода бестигельной зонной плавки.
5. Термическое окисление кремния в сухом кислороде.

Билет № 5

1. Классификация методов литографии в зависимости от способа переноса изображения.
2. Гальваностегия, назначение и схема метода.
3. Метод ионной имплантации примеси в полупроводник.
4. Технология очистки кремния через силаны.
5. Термическое окисление кремния в парах воды.

Билет № 6

1. Схема контактной фотолитографии, ее недостатки.
2. Никелирование изделий, назначение метода и требования к анодам.
3. Схема установки для ионной имплантации.
4. Выращивание монокристаллов методом Чохральского.
5. Схема установки окисления кремния в парах воды под давлением.

Билет № 7

1. Схема бесконтактной фотолитографии.
2. Гальванопластика, назначение метода и схема установки.
3. Термическая диффузия примеси в полупроводник.
4. Варианты резки монокристаллических слитков полупроводников на пластины. Достоинства и недостатки каждого варианта.
5. Термическое окисление кремния во влажном кислороде.

Билет № 8

1. Схема проекционной фотолитографии.
2. Основные этапы технологии гальванопластики.
3. Схема установки для проведения термической диффузии примеси в полупроводник.
4. Эпитаксия, гомоэпитаксия, гетероэпитаксия.
5. Схема установки для термического окисления кремния.

Билет № 9

1. Схема метода генерации изображений (метод фотонабора).
2. Классификация форм для гальванопластики.
3. Первый закон Фика.
4. Схема осаждения атомов и образования ориентированных зародышей на монокристалле.
5. Пиролиз кремнийорганических соединений.

Билет № 10

1. Позитивные и негативные фоторезисты.
2. Назначение разделительного слоя в гальванопластике и способы его нанесения.
3. Второй закон Фика.
4. Схема установки получения эпитаксиальных слоев из газовой фазы и стадии процесса.
5. Получение пленок нитрида кремния.

3.3. СПЕЦИФИКАЦИЯ УЧЕБНЫХ ВИДЕО- И АУДИОМАТЕРИАЛОВ, СЛАЙДОВ, ЭСКИЗОВ, ПЛАКАТОВ И ДРУГИХ ДИДАКТИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛОВ

В данном разделе приведен типовой пример оформления слайдов к лекциям по курсу «Физико-химические основы приборостроения». На первой лекции необходимо ознакомить студентов с целью и задачами курса, а также дать краткую информацию по структуре курса. Рекомендуемая структура для оформления схемы слайда приведена на рис. 3.1.

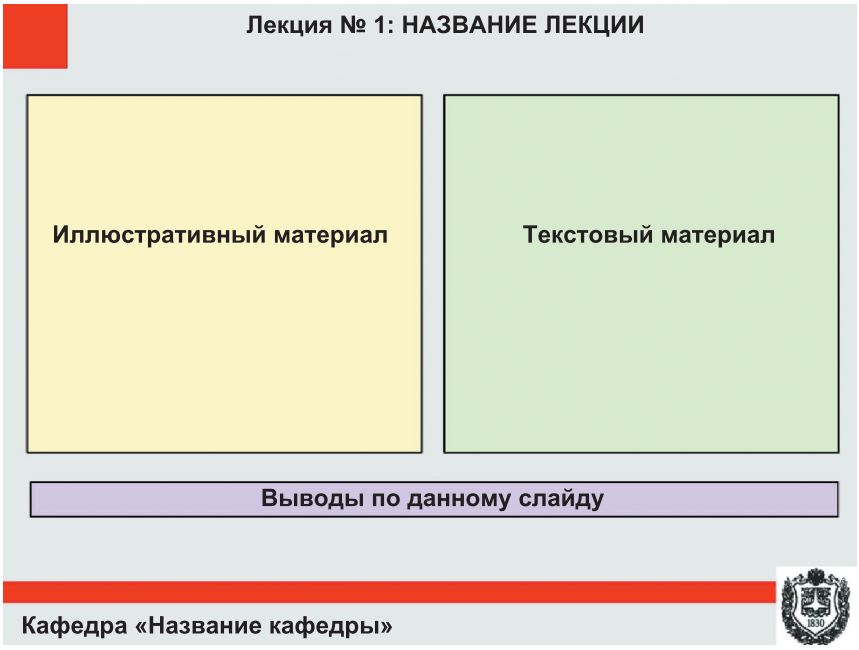


Рис. 3.1. Концептуальная схема слайда к лекции

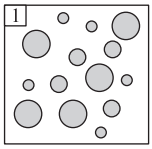
В типовую структуру слайда рекомендуется включать название лекции, название кафедры, университета. Спецификация слайдов к лекциям приведена в табл. 3.1. С мультимедийными материалами к лекции можно ознакомиться на портале e-learning.bmstu.ru.

Пример оформления дидактических материалов по лекциям

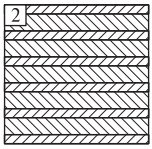
В разделе приведен типовой пример оформления дидактического материала по дисциплине «Физико-химические основы приборостроения» — конспект материалов лекций, содержащих основные определения, теоретические основы физических принципов, а также примеры. Методологически курс лекций строится на основе оптимального соотношения теоретических и прикладных вопросов с реализацией проектных методов обучения. Структура материала отличается реализацией блочно-вариативной концепции и внедрением проектных методов подготовки специалистов по направлению «Приборостроение».



Общие сведения о наноразмерных структурах

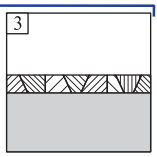


Нульмерные квазинульмерные (квантовые точки, сфероидные наночастицы)

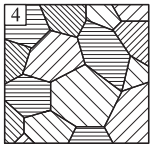


Одномерные квазиодномерные (квантовые проводники, нанотрубки)

- На сегодняшний момент можно с уверенностью сказать, что изучение наноструктур относится к направлению «нанотехнологии». Важными составляющими этого научно-технического направления являются разработка и изучение наноматериалов, нанообъектов, способов их совмещения, а также исследование свойств полученных наноструктур в различных условиях.
- Под наноматериалами (нанокристаллическими, нанокомпозитными, нанофазными, нановолокнистыми, нанопористыми и т. д. [12,13]) принято понимать материалы, основные структурные элементы (кристаллиты, волокна, слои, поры) которых не превышают т. н. *нанотехнологической границы 100 нм* (*1 нм = 10^-9 м*), по крайней мере в одном направлении.
- В задачу исследований входит установление многообразных связей между свойствами и структурой материалов с выявлением оптимальных наноструктур, что осуществляется в тесной связи с технологией изготовления и последующей эксплуатацией наноструктурных материалов.



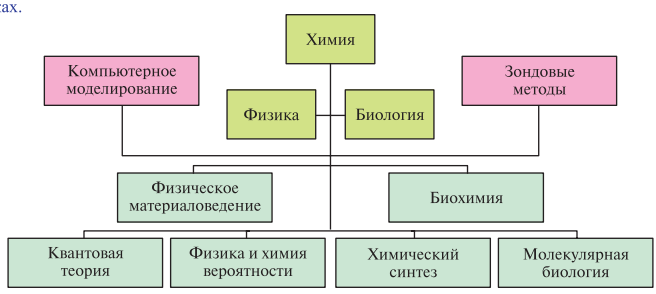
Двумерные квазидвумерные (тонкие пленки, поверхности разделов)



Трехмерные квазитрехмерные (многослойные структуры с наноразмерными дислокациями, сверхрешетки, нанокластеры)

Принципиальный базис нанотехнологий

Изучение наноструктур и наноматериалов как направление нанотехнологических и нанонаучных изысканий базируется на нескольких фундаментальных и прикладных науках, а также на исследовательских методиках.



Основой являются фундаментальные науки – физика, химия и биология, на стыке которых находятся несколько интегративных направлений – квантовая теория (описывающая способы поведения и взаимодействия элементов наноструктур в нанометровом диапазоне); физическое материаловедение (точнее его часть, изучающая свойства наноматериалов); физика и химия вероятности (поскольку законы поведения материи приобретают не детерминированный, а вероятностный характер); химический синтез; биохимия и молекулярная биология (описывающие наноструктуры биологического происхождения и химические процессы синтеза наноструктур и протекающие в самих наноструктурах).

Методы получения наноструктур

1. Электронолитография и наноимпринт.
2. Эпитаксиальные методы.
3. Самоформирование и синтез (в матрицах и шаблонах).
4. Зондовые методы.
5. Вакуумные методы формирования тонких пленок.

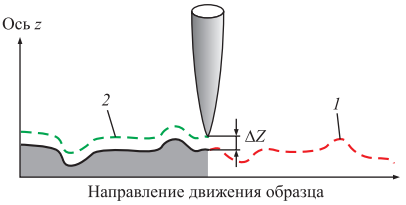


Кафедра ИУ4 «Проектирование и технология производства ЭС»

МГТУ им. Н.Э. Баумана

Зондовая микроскопия, взаимодействие зонд–образец

В основе сканирующей зондовой микроскопии лежит детектирование локального взаимодействия, возникающего между твердотельным зондом и поверхностью исследуемого образца при их взаимном сближении до расстояния ~ λ, где λ – характерная длина затухания взаимодействия «зонд–образец».



В зависимости от природы взаимодействия «зонд–образец» различают: сканирующий туннельный микроскоп (СТМ, детектируется туннельный ток); сканирующий силовой микроскоп (ССМ, детектируется силовое взаимодействие); сканирующий ближнепольный оптический микроскоп (СБОМ, детектируется электромагнитное излучение в видимом диапазоне длин волн) и т. п. Отметим, что сканирующая силовая микроскопия в свою очередь подразделяется на атомно-силовую микроскопию (АСМ), магнитно-силовую микроскопию (МСМ), электро-силовую микроскопию (ЭСМ) и т. п. [18]

СЗМ NanoEducator может функционировать в качестве туннельного и силового микроскопов, а также осуществлять зондовую литографию.

Кафедра ИУ4 «Проектирование и технология производства ЭС»

МГТУ им. Н.Э. Баумана

Система зонд – образец

Атомно-силовой микроскоп (АСМ) представляет собой систему образец + игла. На малых расстояниях между двумя атомами, один на подложке, другой на острие, при расстоянии около одного ангстрема действуют силы отталкивания, а на больших – силы притяжения. Величина этого усилия экспоненциально зависит от расстояния образец-игла. Отклонения зонда при действии близко расположенных атомов регистрируются с помощью измерителя наноперемещений, в частности используют оптические, емкостные или туннельные сенсоры. Добавив к этой системе устройство развертки по осям X и Y, получают сканирующий АСМ.

Основные технические сложности при создании микроскопа:

– создание иглы, заостренной действительно до атомных размеров;

– обеспечение механической (в том числе тепловой и вибрационной) стабильности на уровне лучше 0,1 ангстрема;

– создание детектора, способного надежно фиксировать столь малые перемещения;

– создание системы развертки с шагом в доли ангстрема;

– обеспечение плавного сближения иглы с поверхностью.

Кафедра ИУ4 «Проектирование и технология производства ЭС»

МГТУ им. Н.Э. Баумана

Контактный, полуконтактный, бесконтактный методы сканирования – различия

Различают контактный, бесконтактный и прерывисто-контактный (полуконтактный) способы проведения силовой микроскопии.

Использование контактного способа предполагает, что зонд упирается в образец. Возникающий при этом под действием контактных сил изгиб кантилевера регистрируется в большинстве случаев оптическим способом.

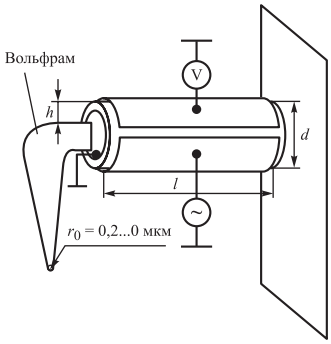
При использовании бесконтактного способа зонд удален от поверхности и находится в области действия дальнодействующих притягивающих сил (влияние магнитных и электрических сил здесь на рассматривается). Силы притяжения и их градиенты слабее отталкивающих контактных сил. Поэтому для их детектирования обычно используется модуляционная методика. Для этого с помощью пьезовибратора кантилевер раскачивается на резонансной частоте . Вдали от поверхности амплитуда колебаний кантилевера имеет максимальную величину. По мере приближения к поверхности вследствие действия градиента сил притяжения резонансная частота колебаний кантилевераизменяется, при этом уменьшается амплитуда его колебаний и изменяется их фаза.

При полуконтактном способе измерений также применяется модуляционная методика измерения силового взаимодействия. В полуконтактном режиме колебаний зонд частично касается поверхности, находясь попеременно как в области притяжения, так и в области отталкивания.

Кафедра ИУ4 «Проектирование и технология производства ЭС»

МГТУ им. Н.Э. Баумана

Конструкция универсального датчика туннельного тока и силового взаимодействия



Датчик выполнен в виде пьезокерамической трубки длиной l = 7 мм, диаметром d = 1,2 мм и толщиной стенки h = 0,25 мм, жестко закрепленной с одного конца. На внутреннюю поверхность трубки нанесен проводящий электрод. На внешнюю поверхность трубки нанесены два электрически изолированных полуцилиндрических электрода. К свободному концу трубки прикреплена вольфрамовая проволока диаметром 100 мкм.

Свободный конец проволоки, используемой в качестве зонда, заточен электрохимически, радиус закругления 0,2...0,05 мкм. Зонд имеет электрический контакт с внутренним электродом трубки, соединенным с заземленным корпусом прибора.

Амплитуда колебаний зонда отражает изменение рельефа поверхности образца

Кафедра ИУ4 «Проектирование и технология производства ЭС»

МГТУ им. Н.Э. Баумана

Конструкция СЗМ NanoEducator

Сканирующий зондовый микроскоп NanoEducator специально разработан для учебно-научных целей при поддержке фонда нобелевского лауреата академика Ж.И. Алферова (Фонд поддержки образования и науки). Позволяет реализовать различные методы измерений туннельной и полуконтактной атомно-силовой микроскопий и может использоваться не только в учебных, но и в научных целях при исследованиях в области физики и технологии микро- и наноструктур, материаловедения, катализа, физики и химии полимеров, трибологии, цитологии.



Устройство прибора:

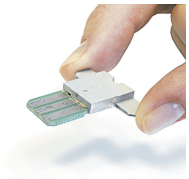
1 – держатель образца;
2 – основание;
3 – датчик взаимодействия;
4 – винт фиксации датчика;
5 – винт ручного подвода;
6 – винты перемещения сканера с образцом;
7 – защитная крышка с видеокамерой

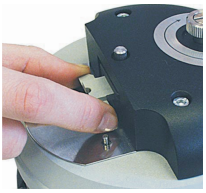
Кафедра ИУ4 «Проектирование и технология производства ЭС»

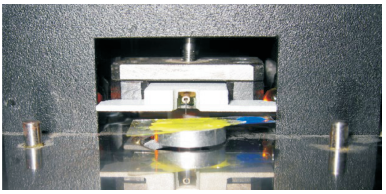
МГТУ им. Н.Э. Баумана

Установка образца

На держатель образца поместите образец. Выберите требуемый зондовый датчик (держите датчик за металлические кромки основания), ослабьте винт фиксации зондового датчика на крышке измерительной головки, вставьте датчик в гнездо держателя до упора, завинтите винт фиксации по ходу часовой стрелки.







После установки образца в микроскоп посредством винта ручного подвода и витов перемещения сканера с образцом выбирается область сканирования (эта область должна находиться непосредственно под кантилевером). Делать это можно «на глаз» и с помощью USB-камеры, находящейся на защитной крышке . Во втором случае получается увеличенное изображение области сканирования на экране монитора, для получения изображения на мониторе с камеры запускают программу AMCAP, изображение с камеры получают или автоматически при запуске или же при создании нового изображения (файл → новое изображение).

Предварительный подвод зонда

После запуска программы NanoEducator. Производится операция предварительного подвода зонда с образцом, которая выполняется вручную с помощью USB-камеры.

F – сканирующий силовой микроскоп (СММ)

T – сканирующий туннельный микроскоп (СТМ)



Кнопки панели управления

ADJUST – подготовка к измерениям;

LANDING – сближение зонда и образца;

SCAN – сканирование становится доступным на последующих этапах процесса измерений;

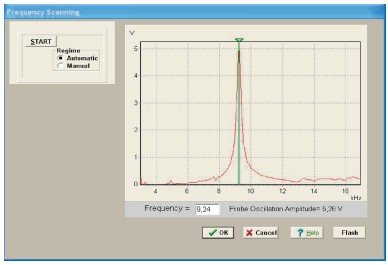
OPTION – просмотр параметров, установленных для данной конфигурации измерительной головки и блока электроники, а также параметров планируемых измерений;

CAMERA – включение видеокамеры, показывающей взаимное положение образца и зонда;

TEST – выполнение автоматического тестирования состояния электронного блока.

Поиск резонанса, установка рабочей частоты

Эта операция обязательно выполняется в начале каждого измерения, и пока она не произведена, переход к дальнейшим этапам измерений заблокирован. Окно поиска резонанса вызывается командой ADJUST → RESONANCE. Выполнение этой операции предусматривает измерение амплитуды колебаний зонда при изменении частоты вынужденных колебаний, задаваемых генератором. Для этого необходимо нажать кнопку START.

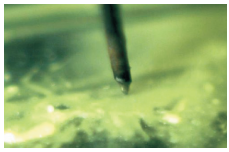


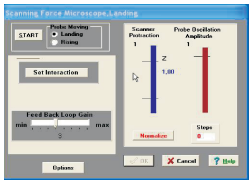
В режиме Automatic автоматически устанавливается частота генератора, равная частоте, при которой наблюдалась максимальная амплитуда колебаний зонда. График, демонстрирующий изменение амплитуды колебаний зонда в заданном диапазоне частот, позволяет наблюдать форму резонансного пика. Если резонансный пик недостаточно ярко выражен, или амплитуда при частоте резонанса мала (менее 1 В), то необходимо изменить параметры проведения измерений и повторно провести определение резонансной частоты.

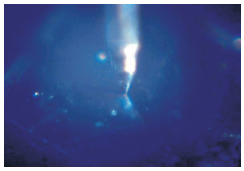
Подвод зонда

Для подвода зонда (вывода острия зонда в рабочую область и захвата сигнала взаимодействия системой обратной связи) выполняется процедура контролируемого сближения зонда и образца. Окно управления этой процедурой вызывается кнопкой на панели управления прибором. Окно Scanning Force Microscopy, Landing содержит элементы управления подводом зонда, а также индикации параметров, которые позволяют анализировать ход выполнения процедуры.

Индикаторы измеряемых параметров расположены на панели в правой части окна LANDING.





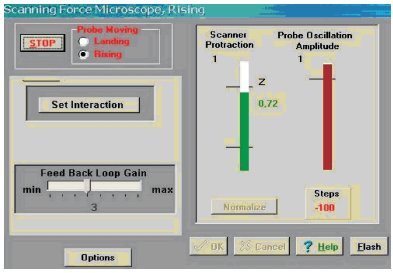


Элементы управления окна LANDING:

- задание направления движения зонда шаговым двигателем (ProbeMoving): **Landing** – сближение, **Rising** – удаление;
- установка величины силового взаимодействия между зондом и образцом в рабочем режиме (**Set Interaction**);
- установка полосы пропускания петли обратной связи за счет изменения коэффициента усиления в петле обратной связи (**Feed Back Loop Gain**);
- вызов окна параметров процедуры подвода **Landing Options**.

Отвод зонда

Операция предназначена для увеличения расстояния между острием зонда и образцом или для автоматического перевода зонда в крайнее верхнее положение для его замены. При достижении крайнего верхнего положения выдается сообщение Error!! Probe crosses allow boundary. Turn screwcounter-clockwise by hand!!.



Для выполнения операции отвода необходимо:

- выбрать направление движения Probe Moving: Rising;
- нажать кнопку START.

Индикатор Steps начнет отсчитывать шаги в обратном направлении. Для остановки движения необходимо нажать кнопку STOP. Скорость отвода определяется параметром Rising Steps Number, доступным в окне Landing Options.

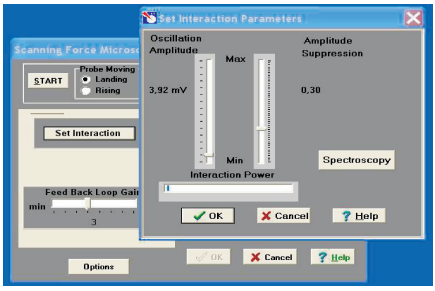
Установка значения взаимодействия острия и образца

Для установки этого значения необходимо нажать кнопку Set Interaction в окне Landing. После этого появляется окно Interaction.

Сила взаимодействия определяется

двумя факторами:

- значением амплитуды переменного напряжения, подаваемого на пьезовибратор;
- степенью подавления амплитуды колебаний зонда как результата взаимодействия.

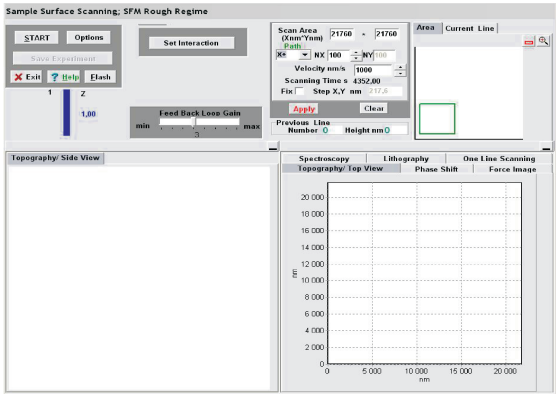


Левый вертикальный элемент окна Interaction показывает значение амплитуды переменного напряжения генератора, которое подается на пьезовибратор. Это значение было установлено с помощью параметра Oscillation Amplitude в режиме Manual окна Frequency Scanning, либо задано по умолчанию. Изменять его не рекомендуется. Правый вертикальный элемент окна (Amplitude Suppression) определяет значение подавления амплитуды колебаний зонда вследствие взаимодействия. При сильном взаимодействии значение подавления больше, при слабом – меньше.

Результирующее значение взаимодействия индицируется на горизонтальном элементе окна Interaction.

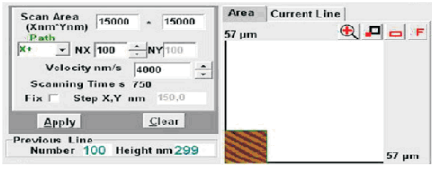
Сканирование

После выполнения процедуры подвода (Landing) захвата взаимодействия становится доступным сканирование (кнопка в окне панели управления прибором). Открывается окно управления процессом и отображения результатов сканирования.



Установка параметров области сканирования

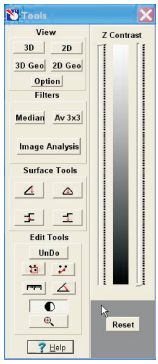
В режиме сканирования необходимо установить параметры области и скорости сканирования. Эти параметры сгруппированы в правой части верхней панели окна Scanning. В первый раз после запуска программы они устанавливаются по умолчанию:



- площадь сканирования Scan Area Xnm*Ynm : 5000*5000 нм;
- Число точек измерений по осям X, Y: $N_X = 100$, $N_Y = 100$;
- скорость сканирования **Velocity** = 1000 nm/s;
- путь сканирования **Path** определяет способ обхода точек измерений. Программа позволяет выбирать направление оси быстрого сканирования (X или Y). При запуске программы устанавливается **Path=*X*+;**
- шаг сканирования **StepX,Y** вычисляется как отношение длины линии сканирования к числу точек измерения в этой линии;
- область **Area** является отображением максимально доступной для данного прибора области сканирования.

Преобразование и анализ изображений

Функции обработки изображений



При работе с изображениями пользователь может оперировать следующими функциями:

- выделение фрагмента – ;
- построение сечения – ;
- удаление постоянного фона (Level Delete, кнопка);
- удаление перепадов яркости (Steps Delete, кнопка);
- вычитание плоскости (Plane Delete, кнопка);
- вычитание поверхности второго порядка (Surface delete, кнопка);
- изменение контраста (Contrast, кнопка).

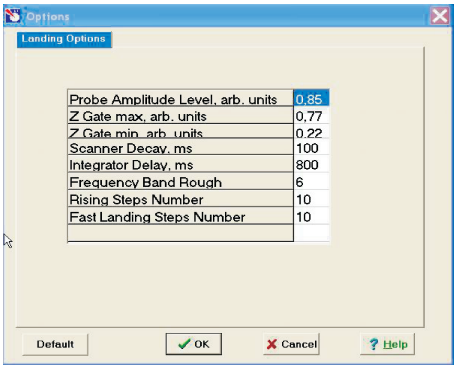
Реализованы два способа изменения контраста изображения:

а) нажать кнопку , при этом правее панели Инструментов появится шкала яркостей точек изображения. Диапазон яркостей изображения изменяется при передвижении ползунков на шкале;

б) если при нажатой кнопке выбрать функцию выделения фрагмента ( ), то диапазон яркостей на изображении будет изменен и равен диапазону яркостей точек выделенного фрагмента.

Метод полуконтактной сканирующей силовой микроскопии ССМ

Описание параметров процедуры подвода ССМ



1. Probe Amplitude Level – уровень на индикаторе Probe Oscillation Amplitude, при переходе через который производится анализ достижения рабочего положения сканера в процессе подвода. Уровень измеряется в относительных единицах. За единицу принята амплитуда колебаний зонда в отсутствие силового взаимодействия с образцом.

2. Z Gate Min, Z Gate Max – границы рабочей области удлинения сканера в относительных единицах. За единицу принято максимальное удлинение сканера.

3. Scanner Delay – задержка, определяемая временем затухания переходных процессов в пьезокерамике.

4. Integrator Delay – время, необходимое для удлинения сканера на полный диапазон при включении системы слежения.

5. Frequency Band Rough – фиксированный для данного прибора параметр. Установлен изготовителями.

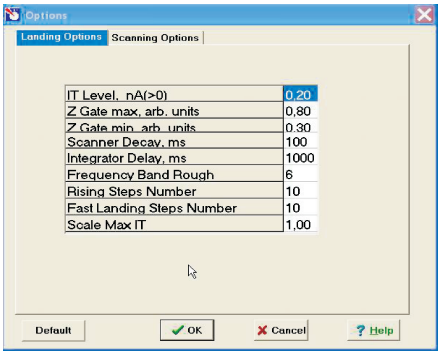
6. Rising Steps Number – число шагов механизма подвода при выполнении цикла обратного хода сканера.

7. Fast Landing Steps Number – число шагов механизма подвода при выполнении операции предварительного подвода зонда.

Метод полуконтактной сканирующей туннельной микроскопии СТМ

Описание параметров процедуры подвода ССМ

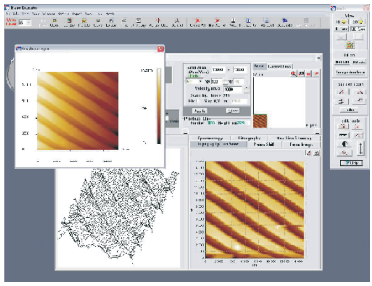
1. **IT Leve** – уровень туннельного тока, при котором включается алгоритм входа сканера в рабочую область.
2. **Z Gate Min, Z Gate Max** – границы рабочей области удлинения сканера в относительных единицах. За единицу принято максимальное удлинение сканера.

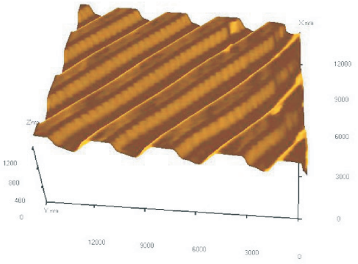


3. **Scanner Delay** – задержка, определяемая временем затухания переходных процессов в пьезокерамике.
4. **Integrator Delay** – время, необходимое для вытягивания сканера на полный диапазон при включении следящей системы.
5. **Frequency Band Rough** – фиксированный для данного прибора параметр. Установлен изготовителями.
6. **Rising Steps Number** – число шагов механизма подвода при выполнении операции обратного хода сканера.
7. **Fast Landing Steps Number** – число шагов механизма подвода при выполнении операции подвода зондового датчика к образцу.
8. **Scale Max IT** – фиксированный для данного прибора параметр. Установлен изготовителями.

Калибровка сканера

Калибровка сканера осуществляется с использованием образцов с периодическими структурами, например, калибровочная решетка TGZ3.



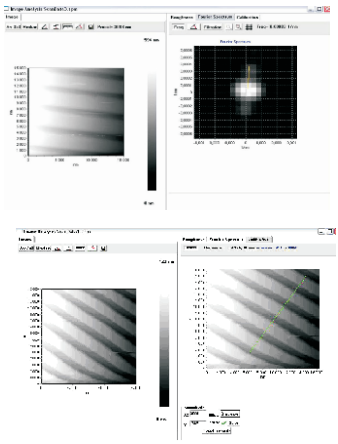


Калибровка сканера – одна из важнейших функций. Перед началом какого-либо исследования обязательно необходимо проводить калибровку сканера, чтобы проведенные при исследовании измерения были точными. Калибровкой сканера настраивается сканер, и измерения изучаемых поверхностей получаются точными.

Калибровка сканера

Этапы калибровки сканера

1. Сканирование калибровочной решетки TGZ3.
2. При нажатии кнопки панели инструментов **Image Analysis** вызвать окно анализа изображения, выбрать вкладку **Fourier Spectrum**. После наблюдаем в открывшемся окне анализа изображения, рядом стоящие точки, и измеряем расстояние между ними.
3. Выбрать вкладку **Calibration** в том же окне, измерить в этом окне период решетки, желательно для точности получившегося результата измерить не один, а несколько периодов, и затем разделить на их количество.
4. Период TGZ3 равен 3000 nm, поэтому значение периода решетки разделить на полученное значение **Distance**.
5. Значение, полученное в п. 4, умножить на коэффициенты *X*; *Y*.
6. Измерить значение X; Y.
7. Сканер откалиброван, для проверки точности калибровки необходимо снова воспользоваться окном **Fourier Spectrum,** измерив период, т. е. расстояние между точками.



Кафедра ИУ4 «Проектирование и технология производства ЭС»

МГТУ им. Н.Э. Баумана

Представления о структуре лазерного диска



Компакт-диски изготавливают из поликарбоната толщиной 1,2 мм, покрытого тончайшим слоем алюминия (ранее использовалось золото) с защитным слоем из лака, на котором обычно наносится графическое представление содержания диска. Отражающий алюминиевый слой, на котором и хранятся данные, снизу защищен, слоем поликарбоната, а сверху – лишь тонким слоем лака. Кроме того, на отражающей стороне имеется кольцевой выступ высотой 0,5 мм, позволяющий диску, помещенному на ровную поверхность, не касаться этой поверхности.

Компакт-диски имеют в диаметре 12 см, объем – 700 Мб, ??? позволяет записать 80 мин. аудио.



DVD (цифровой многоцелевой диск) – носитель информации в виде диска, внешне похож на компакт-диск, однако имеющий возможность хранить бóльший объем информации за счет использования лазера с меньшей длиной волны, чем для обычных компакт дисков.

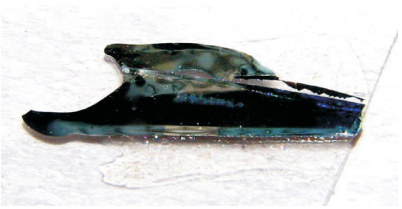
Кафедра ИУ4 «Проектирование и технология производства ЭС»

МГТУ им. Н.Э. Баумана

Представления о структуре лазерного диска

Информация на диске записывается в виде спиральной дорожки так называемых питов (углублений), выдавленных на алюминиевом слое (в отличие от технологии записи CD-ROM'ов где информация записывается цилиндрически). Каждый пит имеет примерно 125 нм в глубину и 500 нм в ширину. Длина пита варьируется от 850 нм до 3,5 мкм. Расстояние между соседними дорожками спирали 1,5 мкм. Данные с диска читаются с помощью лазерного луча длиной волны 780 нм, который просвечивает поликарбонатный слой, отражается от алюминиевого и считывается фотодиодом. Луч лазера образует на отражающем слое пятно диаметром примерно 1,5 мкм. Поскольку диск читается с нижней стороны, каждый пит выглядит для лазера как возвышение. Места, где такие возвышения отсутствуют, называются площадками.

Для того, чтобы легче представить отношение размеров диска и пита: если компакт-диск был бы величиной со стадион, пит был бы размером примерно с песчинку.



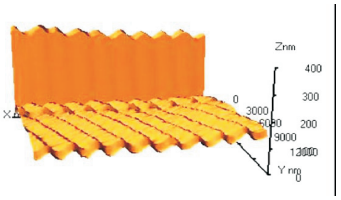


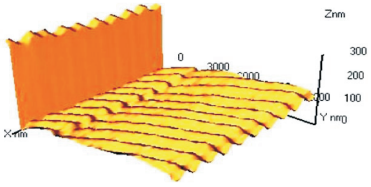
Кафедра ИУ4 «Проектирование и технология производства ЭС»

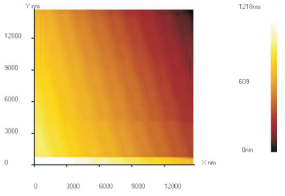
МГТУ им. Н.Э. Баумана

Сканы лазерного диска

Сканы лазерного CD-диска размером 15×15 нм.







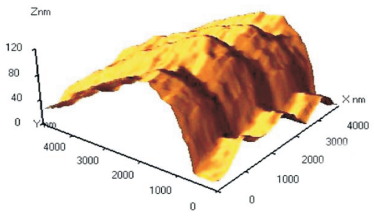
Периодическая структура с периодом 1 мкм. Представленные периодические структуры являются дорожками (питы – углубления в алюминиевом слое), на которые записана информация.

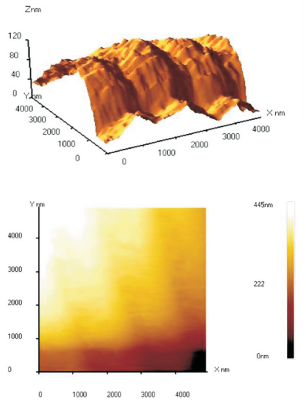
Кафедра ИУ4 «Проектирование и технология производства ЭС»

МГТУ им. Н.Э. Баумана

Сканы лазерного диска

Сканы лазерного CD-диска размером 5×5 нм.





Кафедра ИУ4 «Проектирование и технология производства ЭС»

МГТУ
им. Н.Э. Баумана

Таблица 3.1

Спецификация слайдов — конспектов лекций

Название раздела	Число слайдов
1. Сканирующая туннельная микроскопия (СТМ). Метод постоянного тока (Constant Current mode), метод постоянной высоты (Constant Height mode), метод отображения работы выхода, метод $I(z)$-спектроскопии, метод $I(V)$-спектроскопии (or Current Imaging Tunneling Spectroscopy, CITS)	10
2. Контактная сканирующая атомно-силовая микроскопия (КАСМ). Метод постоянной силы (Constant Force mode), метод постоянной высоты (Constant Height mode), контактный метод рассогласования (Contact Error mode), микроскопия латеральных сил (Lateral Force Microscopy), метод модуляции силы (Force Modulation mode), отображение силы растекания (Spreading Resistance Imaging), контактная электростатическая силовая микроскопия (ЭСМ) (Contact EFM), атомно-силовая акустическая микроскопия (АСАМ) (Atomic-force acoustic microscopy, AFAM), АСАМ-резонансная спектроскопия (AFAM Resonance Spectroscopy)	12
3. Прерывисто-контактная сканирующая силовая микроскопия. Прерывисто-контактный метод, прерывисто-контактный метод рассогласования (Semicontact Error mode), метод отображения фазы (Phase Imaging mode)	8
4. Бесконтактная атомно-силовая микроскопия (Noncontact AFM). Бесконтактный метод АСМ (Noncontact mode). Измерение рельефа поверхности с использованием колеблющегося с резонансной частотой зонда	6
5. Многопроходные методики (Many-pass techniques). Сканирующая емкостная микроскопия (СЭМ) (Scanning Capacitance Microscopy, SCM), метод зонда Кельвина (Kelvin Probe Microscopy), электростатическая силовая микроскопия (ЭСМ) (Electrostatic Force Microscopy, EFM), динамическая магнитно-силовая микроскопия (ДМСМ) (AC Magnetic Force Microscopy, AC MFM), статическая магнитно-силовая микроскопия (СМСМ) (DC Magnetic Force Microscopy, DC MFM)	10
6. Ближнепольная оптическая микроскопия (БОМ). Формирование изображений при сканировании исследуемого образца диафрагмой с субволновым отверстием и регистрация его в виде распределения интенсивности оптического излучения в зависимости от положения диафрагмы	8
7. Оптическая микроскопия. Световая микроскопия, методы световой микроскопии, конфокальная микроскопия. Спектроскопия, раман-спектроскопия, оптическая профилометрия, эллипсометрия	12
8. Электронная микроскопия. Электронная растровая микроскопия. Физические основы растровой электронной микроскопии. Устройство и работа растрового электронного микроскопа. Подготовка объектов для исследований и особые требования к ним. Технические возможности растрового электронного микроскопа. Рентгеноспектральный микроанализ. Физические основы рентгеноспектрального микроанализа. Устройство и работа рентгеноспектрального микроанализатора. Подготовка объектов для исследований и особые требования к ним. Технические возможности рентгеноспектрального микроанализатора	16

Заключение

Методические материалы по дисциплине «Физико-химические основы приборостроения» созданы на основе единой концепции. Методические материалы содержат нормативную базу дисциплины, рекомендации по организации и проведению лекций и лабораторных работ, перечень слайдов, типовых плакатов и другие дидактические материалы для работы профессорско-преподавательского состава по данной дисциплине.

Цель дисциплины — изучение физико-химических основ приборостроения. Материал курса является основой для изучения других технологических процессов, применяемых при создании размерных структур, выполнения исследовательской части курсового проекта, курсовых работ по технологии производства электронных средств и подготовки квалификационной работы бакалавра.

Задачи дисциплины — получение теоретических и практических навыков в области технологии приборостроения, проведения исследований, измерений и сертификации структур, объектов и систем.

Методологически дисциплина должна строиться на основе наилучшего соотношения теоретических и прикладных вопросов с обязательным участием студентов в самостоятельном исследовании особенностей проведения технологических процессов и процессов измерения и исследования структур.

Теоретические основы необходимо излагать в такой мере, чтобы показать общие принципы основных технологических методов, их особенности, достоинства и недостатки. Содержание соответствующих тем разделов должно быть направлено на усиление роли фундаментальных знаний в теоретической и профессиональной подготовке студента, способствовать формированию у студента фундаментальных системных знаний, развивать творческие способности будущего специалиста.

Прикладные вопросы должны ориентировать студентов на решение задач расчета технологических режимов, измерения и сертификации при производстве структур, выбор адекватных методов, алгоритмов, прикладных пакетов и технических средств, обладающих максимальной эффективностью. Поэтому во всех разделах предусмотрены темы, содержание которых связано с формированием и развитием у будущих специалистов практических навыков решения технологических задач с использованием ЭВМ и САПР.

В основу методических материалов по дисциплине «Физико-химические основы приборостроения» положены курсы, читаемые авторами в МГТУ им. Н.Э. Баумана.

Данный УМК разработан кафедрой ИУ-4 «Проектирование и технология производства электронной аппаратуры» в соответствии с самостоятельно устанавливаемым СУОС, основной профессиональной образовательной программой и учебным планом МГТУ им. Н.Э. Баумана по направлению подготовки 12.03.01 «Приборостроение».

Литература

1. *Алферов Ж.И.* Двойные гетероструктуры: концепция и применение // Успехи физических наук. 2002. Т. 172. № 9. С. 19.

2. *Андриевский Р.А.* Материалы: концепция и современные проблемы // Российский химический журнал. 2002. Т. 46. № 5. С. 50–56.

3. *Валиев Р.З.*, *Александров И.В.* Структурные материалы, полученные интенсивной пластической деформацией. М.: Логос, 2000. 272 с.

4. *Головин Ю.И.* Введение в технологию. М.: Машиностроение, 2003. 112 с.

5. *Гусев А.И.*, *Ремпель А.А.* Кристаллические материалы. М.: Физматлит, 2000. 224 с.

6. *Демиховский В.Я.*, *Вугальтер Г.А.* Физика квантовых низкоразмерных структур. М.: Логос, 2000. 248 с.

7. Конструкторско-технологическое проектирование электронной аппаратуры: учебник для вузов / К.И. Билибин, А.И. Власов [и др.]; ред. В.А. Шахнов 2-е изд., перераб. и доп. М.: Изд-во МГТУ им. Н.Э. Баумана, 2005. 563 с., [4] л. ил.: ил. (Информатика в техническом университете).

8. *Gleiter H.* Nanostructured materials: basic concepts and microstructure // Acta Materialia. 2000. Vol. 48. No. 1. Pp. 1–29.

9. *Андриевский Р.А.*, *Рагуля А.В.* Структурные материалы. М.: Изд. центр «Академия», 2005. 192 с.

10. *Герасименко Н.Н.* Размерные структуры в имплантированных полупроводниках // Российский химический журнал. 2002. Т. 46. № 5. С. 30–41.

11. *Лахно В.Д.* Кластеры в физике, химии, биологии. Ижевск: НИЦ «Регулярная и хаотическая динамика», 2001. 256 с.

12. Композиционные металлополимерные пленки: сенсорные, каталитические и электрофизические свойства / Л.И. Трахтенберг [и др.] // Вестник московского университета. Сер. 2. Химия. 2001. Т. 42. № 5. С. 325–331.

13. Технологии в электронике / под ред. Ю.А. Чаплыгина. М.: Техносфера, 2005. 448 с.

14. *Неволин В.К.* Зондовые технологии в электронике. М.: Техносфера, 2005. 152 с.

15. *Носкова Н.И.*, *Мулюков Р.Р.* Субмикрокристаллические и кристаллические металлы и сплавы. Екатеринбург: Уральское отделение РАН, 2003. 280 с.

16. *Помогайло А.Д.* Металлополимерные композиты с контролируемой молекулярной архитектурой // Российский химический журнал. 2002. Т. 46. № 5. С. 64–73.

17. *Помогайло А.Д.*, *Розенберг А.С.*, *Уфлянд И.Е.* Частицы металлов в полимерах. М.: Химия, 2000. 672 с.

18. *Рембеза С.И.*, *Рембеза Е.С.* Композиты на основе диоксида олова // Химия твердого тела и современные микро- и нанотехнологии: Тезисы

IV Международной конференции. Кисловодск — Ставрополь: СевКавГТУ, 2004. 492 с.

19. *Сергеев Г.Б.* Химия. М.: МГУ, 2003. 288 с.

20. Физика размерных систем / А.Я. Шик [и др.] / под ред. А.Я. Шика. СПб.: Наука, 2001. 160 с.

21. *Харрис П.* Углеродные трубы и родственные структуры. Новые материалы XXI века / пер. с англ. / под ред. Л.А. Чернозатонского. М.: Техносфера, 2003. 336 с.

22. *Ellsworth M.W.* Nanocomposite materials for Electronics Components Industry. MIT-Standford-Bercley Nanotechnology Forum, Menlo-Parc, CA, 2004. 21 p.

23. Nanomaterials. Synthesis, Properties and Applications / Eds A.S. Edelstein, R. Cammarata. Bristol: Institute of Phesics Publishing, 1998. 596 p.

24. *Palumbo G.*, *Erb U.*, *Aust K.* Triple line disclination effect on the mechanical behavior of materials // Scripta Metallurgica et Materialia. 1990. Vol. 24. Pp. 1347–1350.

25. *Rai-Choudhury P.* Handbook of Microlithography, Micromachining and Microfabrication. Bellingham: SPIE, 1997.

26. *Chou S.Y.* Nano-imprint lithography and lithographically induced self-assembly // MRS Bulletin. 2001. Vol. 26. Pp. 512–517.

27. *Раков Э.Г.* Химия и применение углеродных трубок // Успехи химии. 2001. Т. 70. № 10. С. 934–973.

28. *Knobel R.*, *Cleland A.* New NEMS device // Nature. 2003. Vol. 424. Pp. 291–294.

29. *Yoshino K.* [et al.] // Appl. Phys. Lett. 1999. Vol. 74. No. 18. Pp. 2590–2592.

30. *Newnham R.* Size effects and nonlinear phenomena in ferroic ceramics // Third Euro-Ceramics / Eds. P. Duran, J. Fernandes. Faenza: Editrice Iberica, 1993. Vol. 2. Pp. 1–9.

31. Nanocrystalline materials: a way to solids with tunable electronic structure and properties / H. Gleiter [et al.] // Acta Materialia. 2001. Vol. 48. Pp. 737–745.

32. *Joannopoulos J.D.* // Nature. 2001. Vol. 414. Pp. 257–258.

33. *Miguez H.* [et al.] // J. Lightwave Technol. 1999. Vol. 17. No. 11. Pp. 1975–1981.

34. *Русанов А.И.* Удивительный мир структур // Журнал общей химии. 2002. Т. 72. № 4. С. 532–549.

35. Electrical resistivity as characterization tool for nanocrystal metals / J.I. McGrea [et al.] // Nanophase and Nanocomposite Materials III. Warrendale: Materials Research Society, 2000. Pp. 461–466.

36. *Whitesides G.*, *Grzybowski B.* Self-assembly at all scales // Science. 2002. 295. Pp. 2418–2421.

37. Плазмохимический синтез и свойства ультрадисперсного NbN / В.Н. Троицкий [и др.] // Химия высоких энергий. 1994. Т. 28. С. 275–279.

38. *Варламов П.И.*, *Елсуков К.А.*, *Макарчук В.В.* Технологические процессы в наноинженерии: учеб.-метод. комплекс по тем. направлению деятельности ННС «Наноинженерия»: учеб. пособие для вузов / ред. В.А. Шахнов М.: Изд-во МГТУ им. Н.Э. Баумана, 2011. 175 с. (Библиотека «Наноинженерия»: в 17 кн.; кн. 2).

39. *Макарчук В.В.*, *Родионов И.А.*, *Цветков Ю.Б.* Методы литографии в наноинженерии: учеб.-метод. комплекс по тем. направлению деятельности ННС

«Наноинженерия»: учеб. пособие для вузов / ред. В.А. Шахнов М.: Изд-во МГТУ им. Н.Э. Баумана, 2011. 175 с. (Библиотека «Наноинженерия»: в 17 кн.; кн. 9).

40. *Андреев В.В.*, *Столяров А.А.* Физические основы наноинженерии: учеб.-метод. комплекс по тем. направлению деятельности ННС «Наноинженерия»: учеб. пособие для вузов / ред. В.А. Шахов М.: Изд-во МГТУ им. Н.Э. Баумана, 2011. 223 с. (Библиотека «Наноинженерия»: в 17 кн.; кн. 16).

41. *Власов А.И.*, *Елсуков К.А.*, *Панфилов Ю.В.* Методы микроскопии: учеб.-метод. комплекс по тем. направлению деятельности ННС «Наноинженерия»: учеб. пособие для вузов / ред. В.А. Шахнов М.: Изд-во МГТУ им. Н.Э. Баумана, 2011. 278 с. (Библиотека «Наноинженерия»: в 17 кн.; кн. 1).

42. *Власов А.И.*, *Елсуков К.А.*, *Косолапов И.А.* Оптическая микроскопия: учеб.-метод. комплекс по тем. направлению деятельности ННС «Наноинженерия»: учеб. пособие для вузов / ред. В.А. Шахнов М.: Изд-во МГТУ им. Н.Э. Баумана, 2011. 181 с. (Библиотека «Наноинженерия»: в 17 кн.; кн. 12).

43. *Власов А.И.*, *Елсуков К.А.*, *Косолапов И.А.* Электронная микроскопия: учеб.-метод. комплекс по тем. направлению деятельности ННС «Наноинженерия»: учеб. пособие для вузов / ред. В.А. Шахнов М.: Изд-во МГТУ им. Н.Э. Баумана, 2011. 167 с. (Библиотека «Наноинженерия»: в 17 кн.; кн. 11).

44. *Миронов В.Л.* Основы сканирующей зондовой микроскопии. Нижний Новгород: РАН ИФМ, 2004. 114 с.

45. Технологии и фотонные кристаллы // Материалы 1-го Международного семинара / под ред. д-ра техн. наук А.Ф. Белянина и д-ра физ.-мат. наук М.И. Самойловича. Йошкар-Ола: МарГТУ, 2003. 180 с.

46. Encyclopedia of nanoscience and nanotechnology / Ed. by H.S. Nalwa // ASP. 2004. Vol. 6. Pp. 321–340.

47. Electrochemical Assembly of Ordered Macropores in Gold / E. Judith [et al.] // Adv. Materials. 2000. Vol. 12. No. 12. Pp. 888–900.

48. *Липкин Я.Н.*, *Бершадская Т.М.* Химическое полирование металлов. М.: Машиностроение, 1988. 112 с.

49. Справочник по печатным схемам / под ред. К.Ф. Кумбза; пер. с англ. под ред. Б.Н. Файзулаева и В.Н. Квасницкого. М.: Советское радио, 1972. 695 с.

50. *Стогний А.И.*, *Ореховская Т.И.*, *Тимошков Ю.В.*, *Корякин С.В.* О формировании объемных элементов микроэлектромеханических систем в полиимиде методом реактивного ионно-лучевого травления // Письма в ЖТФ, 2001. Т. 27. Вып. 3. С. 7–13.

51. *Кузнецов И.В.* Борис Семенович Якоби (1801–1874) // Люди русской науки. М., Л.: Государственное издательство технико-теоретической литературы, 1948. Т. 2. 554 с.

52. *Александров К.В.*, *Грачев Л.П.*, *Есаков И.И.*, *Ходатаев К.В.* Поверхностный стримерный СВЧ разряд // Журнал технической физики, 2022. Т. 72. Вып. 7. С. 58–62.

53. *Рыков С.А.* Сканирующая зондовая микроскопия полупроводниковых материалов и структур. СПб.: Наука, 2001.

54. *Рябенко Е.А., Кузнецов А.И.* // ЖПХ. 1977. № 7. С. 1625–1627.

55. *Однодворцев М.* Платы печатные. Сверление отверстий // Технологии в электронной промышленности. № 1. 2006. С. 32–39. URL: https://tech-e.ru/wp-content/uploads/2006_01_32.pdf

56. *Валиев К.А.*, *Великов Л.В.*, *Душенков С.Д.*, *Митрофанов А.В.*, *Прохоров А.М.* Эффект фототравления полимеров под действием ультрафиолета. Письма в ЖТФ. 1982: 8(1): 36–36.

57. *Шелыгина С.Н.*, *Акимов А.А.*, *Буров Н.В.*, *Шаймадиева Д.С.*, *Карри Рао*. Ультрафиолетовая лазерная резка // Технологии и технологическое оборудование. Фотоника. 2019. Т. 13. № 3. С. 252–261.

58. *Бойцов А.Г.* Современные технологии обработки отверстий малого диаметра // «РИТМ машиностроения». 2020. Вып. 5. С. 22–29.

59. *Вакс Е.Д.* Резание керамики излучением различных лазеров (Ч. 1) // «РИТМ машиностроения». 2021. № 1. С. 32–37.

60. *Кондратенко В.С.*, *Иванов В.И.* Современные методы и оборудование для резки приборных пластин на кристаллы (обзор) // Успехи прикладной физики. 2018. Т. 6. № 2. С. 174–183.

61. Лазерная маркировка материалов / А. Валиулин, С. Горный, Ю. Гречко, М. Патров, К. Юдин, В. Юревич // Фотоника. 2007. № 3. С. 16–22.

62. *Соколов А.В.*, *Карасев О.И.* Форсайт и технологические дорожные карты для наноиндустрии // Научно-техническая политика российские нанотехнологии. 2009. Т. 4. № 3–4. С. 8–15.

63. *Лабзин С.* Научно-информационный материал «Особенности формирования дорожных карт для наноэлектроники» https://pandia.ru/text/78/274/11256.php

64. *Соколов А.В.* Форсайт: взгляд в будущее // Форсайт. 2007. № 1 (1). С. 9–15.

Приложение

РАБОЧАЯ ТЕТРАДЬ

Московский государственный технический университет имени Н. Э. Баумана

Кафедра ИУ-4
«Проектирование и технология производства ЭС»

ЖУРНАЛ ПРАКТИЧЕСКИХ РАБОТ

по курсу: «Физико-химические основы приборостроения»

Для студентов приборостроительных специальностей

20___/___ учебный год

Студент _____ Группа _____
ФИО

Преподаватель _____ Допуск к экзамену (зачету) _____
ФИО (число)

Подпись_____

Москва, _____

Программа по курсу

«Физико-химические основы приборостроения»
Кафедра ИУ-4 «Проектирование и технология производства электронной аппаратуры»

Виды занятий	Объем занятий, зач. ед.				
	Всего	3-й семестр 17 недель			
Лекции	1	1			
Семинары	0,5	0,5			
Лабораторные работы	0,5	0,5			
Самостоятельная работа	0,5	0,5			
Итого:	2,5	2,5			
Проверка знаний:		Зачет			

Виды самостоятельной работы и контрольных мероприятий	Объем, зач. ед. / выполнение, неделя выдачи-сдачи				
	Всего, зач. ед.	3-й семестр 17 недель			
Рубежный контроль № 1	–	–			
№ 2					
№ 3					

Программа составлена на основании Государственного образовательного стандарта высшего профессионального образования. Содержит государственные требования к минимуму содержания и уровня подготовки бакалавра по направлению подготовки 12.03.01 с профилем подготовки «Приборостроение».

Общие положения. Методическое обеспечение практикума по курсу «Методы микроскопии» является частью УМК, разработано в соответствии с требованиями федеральных законов от 10.07.1992 № 3266-1-ФЗ «Об образовании» (с изменениями и дополнениями) и от 22.08.1996 № 125-ФЗ «О высшем и послевузовском профессиональном образовании» (с изменениями и дополнениями), Типового положения об образовательном учреждении высшего профессионального образования (высшем учебном заведении), утвержденного Постановлением Правительства РФ от 14 февраля 2008 г. № 71, и одобрено научно-координационным советом по Приборостроению МГТУ им. Н.Э. Баумана.

Отчет по лабораторной работе № 1 Подготовка и проведение СЗМ-эксперимента			
Дата	Оценка (max 5)	Бонус за сложность	Подпись

Цели работы.

1. Изучение основ сканирующей зондовой микроскопии.
2. Изучение конструкции и принципов работы прибора NanoEducator.
3. Получение первого СЗМ-изображения.
4. Получение навыков обработки и представления экспериментальных результатов.

Решаемые задачи.

1. Изучение на практике общей конструкции прибора NanoEducator (или другого СЗМ-прибора по заданию преподавателя) с использованием руководства пользователя и ресурсов сети «Интернет» (http://nt-mdt.ru).

2. Изучение базовых принципов работы с программой управления прибором NanoEducator в режиме получения изображения.

3. Получение СЗМ-изображения. Получение изображения выполняется на одном приборе под руководством преподавателя. Рекомендуется использовать в качестве образца тестовую решетку TGX1, поставляемую в комплекте с комплексом NanoEducator. Решетка TGX1 представляет собой массив квадратных колонн на кремниевой подложке. Период решетки $3\pm0{,}5$ мкм, высота — 0,6 мкм, радиус закругления — менее 10 нм, зона эффективного сканирования 3×3 мм.

4. Проведение обработки полученного изображения. Обработка экспериментальных данных каждым студентом проводится индивидуально.

5. Анализ результатов работы, формулировка кратких выводов по лабораторной работе, оформление отчета и представление его к защите.

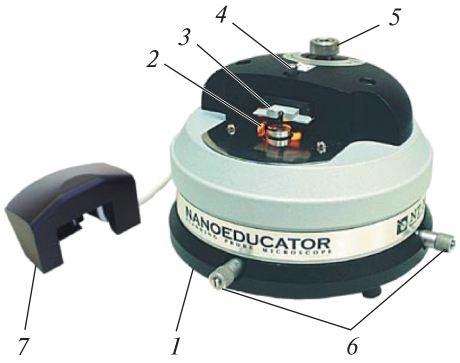
Методические указания. Прежде чем приступить к работе на сканирующем зондовом микроскопе NanoEducator, следует изучить руководство пользователя прибора.

Техника безопасности. Прибор работает от напряжения 220 В. Эксплуатация сканирующего зондового микроскопа NanoEducator осуществляется в соответствии с правилами эксплуатации и правилами техники безопасности при эксплуатации электроустановок потребителей при напряжении до 220 В.

Краткий конспект теоретической части

(изучение теоретической части проводится
по литературе)

Из каких основных конструкционных компонентов состоит измерительная головка СЗМ NanoEducator?



Какие предварительные действия необходимо выполнить для проведения исследования с помощью СЗМ NanoEducator?

Какие основные действия необходимо выполнить для проведения исследования с помощью СЗМ NanoEducator?

Подготовка к проведению лабораторной работы (выполняется преподавателем или инженером)

1. Выбор образца для исследования: тестовый образец TGZ3 (маркировка фирмы НТ-МДТ) или любой другой по выбору преподавателя.
2. Подбор зонда с наиболее характерной АЧХ (одиночный симметричный максимум).
3. Получение эталонного изображения поверхности исследуемого образца для последующей проверки.

Проведение лабораторной работы

1. Изучение теоретической части и подготовка краткого конспекта.
2. Изучение на практике общей конструкции прибора NanoEducator.
3. Ознакомление с программой управления прибором NanoEducator.
4. Получение первого СЗМ-изображения под руководством преподавателя.
5. Обработка полученного СЗМ-изображения.
6. Анализ результатов работы, оформление и защита отчета.

Графическое представление полученного СЗМ-изображения	
2D	3D

Анализ экспериментальных данных:

Выводы:

Содержание отчета по лабораторной работе

Отчет оформляется в виде журнала лабораторных работ и должен содержать:

1) краткую теоретическую часть;
2) схематическое изображение или фотографию сканирующего зондового микроскопа NanoEducator с указанием его основных частей;
3) фотографии или эскизы исследуемых образцов;
4) фотографию или эскиз полученного на экране изображения образца;
5) обработку результатов исследования;
6) выводы.

Контрольные вопросы и задания

1. Из каких основных компонентов состоит СЗМ и каково их назначение?
2. Назовите виды сенсоров и принципы их действия.
3. Объясните понятие пьезоэлектрического эффекта и принцип действия пьезоэлектрического двигателя. Опишите различные конструкции сканеров.
4. Опишите общую конструкцию прибора NanoEducator.
5. Объясните конструкцию зондового датчика туннельного тока/силового взаимодействия прибора NanoEducator и принцип его действия.
6. Опишите механизм подвода зонда к образцу в приборе NanoEducator. Поясните параметры, определяющие силу взаимодействия зонда с образцом.
7. Объясните принцип сканирования и работы системы обратной связи. Каковы критерии выбора параметров сканирования?

Оглавление

Предисловие 5
Список сокращений 7
Термины и определения 9

1. КОНСПЕКТ ЛЕКЦИЙ 11
1.1. Классификация, формирование и исследование функциональных структур в приборостроении 12
Тесты к лекции 1.1 34
1.2. Основные производственные процессы в приборостроении 35
Тесты к лекции 1.2 53
1.3. Методы формообразования в приборостроении 55
Тесты к лекции 1.3 81
1.4. Изготовление деталей из пластмасс и порошковых материалов 83
Тесты к лекции 1.4 87
1.5. Методы очистки и модификации поверхности 89
Тесты к лекции 1.5 102
1.6. Световая микроскопия 104
Тесты к лекции 1.6 116
1.7. Отсчетные измерительные устройства 117
Тесты к лекции 1.7 123
1.8. Оптические системы для инфракрасной области спектра 125
Тесты к лекции 1.8 131
1.9. Оптические измерительные системы 132
Тесты к лекции 1.9 143
1.10. Методы световой микроскопии 144
Тесты к лекции 1.10 155
1.11. Исследование функциональных структур с помощью сканирующей зондовой микроскопии 157
Тесты к лекции 1.11 176

1.12. Исследования функциональных структур методами электронной микроскопии 177
Тесты к лекции 1.12 205
1.13. Рентгеноспектральный микроанализ. 207
Тесты к лекции 1.13 213
1.14. Травление 215
Тесты к лекции 1.14 225
1.15. Электрохимическое полирование 227
Тесты к лекции 1.15 232
1.16. Основы вакуумной техники. 234
Тесты к лекции 1.16 247
1.17. Функциональные покрытия и литографические процессы 249
Тесты к лекции 1.17 262
1.18. Гальванопластика и гальваностегия 264
Тесты к лекции 1.18 275
1.19. Электрофизические методы обработки. 277
Тесты к лекции 1.19 286
1.20. Аддитивные технологии 288
Тесты к лекции 1.20 299
1.21. Лазерные технологии в формировании функциональных структур. . . 301
Тесты к лекции 1.21 318
1.22. Электронно-лучевая обработка материалов 320
Тесты к лекции 1.22 326
1.23. Методы и средства электронной гигиены. 328
Тесты к лекции 1.23 333
1.24. Анализ перспектив развития электронной техники на основе достижений микро- и нанотехнологий 335
Тесты к лекции 1.24 342

2. МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ВЫПОЛНЕНИЮ ЛАБОРАТОРНЫХ РАБОТ. 344

Общие требования по технике безопасности при выполнении лабораторных работ 344
Лабораторная работа № 1. Сканирующая зондовая микроскопия 346
Лабораторная работа № 2. Подготовка и проведение СЗМ-эксперимента. . . 357
Лабораторная работа № 3. Визуализация структур с помощью СЗМ. . . . 366

Лабораторная работа № 4. Обработка и количественный анализ СЗМ-изображений 371
Лабораторная работа № 5. Изготовление зондов и исследование влияния их характеристик на результаты сканирования 375
Лабораторная работа № 6. Световая микроскопия: эллипсометрия 383
Лабораторная работа № 7. Световая микроскопия: спектрометрия 399
Лабораторная работа № 8. Анализ результатов измерений спектров отражения и пропускания 405
Лабораторная работа № 9. Экспериментальное исследование светового поля источника видимого излучения 413
Лабораторная работа № 10. Дисперсия. Наблюдение спектров 417
Лабораторная работа № 11. Электронная микроскопия 425
Лабораторная работа № 12. Растровая микроскопия 431
Лабораторная работа № 13. Основы растровой электронной микроскопии 435
Лабораторная работа № 14. Проведение измерений на растровом электронном микроскопе 441
Лабораторная работа № 15. Анализ результатов измерений растровой электронной микроскопии 446
Лабораторная работа № 16. Рентгеноспектральный микроанализ 454
Лабораторная работа № 17. Анализ результатов измерений рентгеноспектрального микроанализа 458
Лабораторная работа № 18. Оптическая микроскопия 466
Лабораторная работа № 19. Ультразвуковая очистка образцов, контроль чистоты очистки 474
Лабораторная работа № 20. Формирование вакуумной среды и измерение ее параметров 481

3. НОРМАТИВНАЯ ДОКУМЕНТАЦИЯ 486

3.1. Примерная базовая программа дисциплины 486
3.2. Структура и состав фондов оценочных средств по дисциплине 493
3.3. Спецификация учебных видео- и аудиоматериалов, слайдов, эскизов, плакатов и других дидактических материалов 502
Заключение 518

Литература 519

Приложение 523

Учебное издание

Власов Андрей Игоревич
Жалнин Владимир Петрович
Селиванов Кирилл Владимирович

Физико-химические основы приборостроения

Редактор *Л.Т. Мартыненко*
Художник *Э.Ш. Мурадова*
Корректор *Ю.Н. Морозова*
Компьютерная графика *О.В. Левашовой*
Компьютерная верстка *Е.В. Жуковой*

Оригинал-макет подготовлен
в Издательстве МГТУ им. Н.Э. Баумана.

В оформлении использованы шрифты
Студии Артемия Лебедева.

Подписано в печать 27.12.2024. Формат 70×100/16.
Усл. печ. л. 43,55. Тираж 101 экз.

Издательство МГТУ им. Н.Э. Баумана.
105005, г. Москва, улица 2-я Бауманская, д. 5, стр. 1.
press@bmstu.ru
https://press.bmstu.ru

Отпечатано в типографии МГТУ им. Н.Э. Баумана.
105005, г. Москва, улица 2-я Бауманская, д. 5, стр. 1.