

Министерство образования и науки РФ  
Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение  
высшего образования «Саратовский государственный университет  
имени Н.Г. Чернышевского»

**И.В. Маляр, С.В. Стецюра,  
И.В. Синёв, Д.Н. Браташов**

**МИКРО- И МАКРОСТРУКТУРА  
МНОГОКОМПОНЕНТНЫХ МАТЕРИАЛОВ  
И СТРУКТУРА НА ИХ ОСНОВЕ**

*Сборник заданий для проведения лабораторных работ  
по дисциплине «Основы материаловедения многокомпонентных  
материалов»*

Саратов 2014

## СОДЕРЖАНИЕ

Лабораторная работа №1 Принципы работы металлографического микроскопа. Изучение микроструктуры материала.....	2
Лабораторная работа №2 Получение микрофотографий с помощью металлографического микроскопа.....	19
Лабораторная работа №3 Изучение макро- и микроструктуры материалов .....	29

Саратовский государственный университет имени Н.Г. Чернышевского

## **Лабораторная работа №1**

### **Принципы работы металлографического микроскопа.**

#### **Изучение микроструктуры материала**

Цель работы: изучение принципов работы оптического микроскопа на примере металлографического микроскопа, а также ознакомление с поляризационными фильтрами для повышения контраста получаемых изображений микроструктуры материалов.

#### **1. Материально–техническое обеспечение работы**

Металлографический микроскоп Альтами МЕТ 1М, микрошлиф железоуглеродистого сплава (чугуна) или другой образец, предложенный преподавателем.

#### **2. Краткие сведения из теории**

Оптические микроскопы получили широкое применение для исследования различных объектов: как биологических, так и неорганических материалов. В частности, они используются в металловедении и металлографии для определения структуры металлов.

Металлография – это метод исследования и контроля металлических материалов, заключающийся в подготовке микрошлифов и изучении их структуры, обычно с помощью микроскопии. В металлургической промышленности исследуются шлифы, полученные соответствующим образом из отобранных слитков, а в машиностроении структура металла исследуется непосредственно на деталях.

Качество металла (сплава) в металлургической промышленности оценивается двумя способами:

1) по величине зерна структурных составляющих, при этом определяются склонность его к росту, кинетика роста, величина зерна после горячей деформации или термической обработки;

2) по количеству загрязнений путём определения размеров включений и их количества на квадратный миллиметр, причём загрязнения в металле могут быть различного происхождения, в том числе и неметаллические.

Оценка качества металлов производится по так называемым балльным шкалам путём сравнения изображения шлифа металла с серией микрофотографий стандартных образцов, либо прямым подсчётом и измерением параметров исследуемой структуры. Размер структурных зёрен и включений может колебаться в значительных пределах. Определённой величине зерна присваивается номер в соответствии с ГОСТ.

Значительные колебания размеров зёрен и включений требуют применения различных увеличений металлографического микроскопа. Альбомы балльных шкал составлены для определённого ряда увеличений, обычно при диаметре поля изображения 80 мм, поэтому увеличение металлографических микроскопов должно соответствовать стандартным увеличениям, при которых выполнены балльные шкалы, то есть от 100 крат (100 x) до 1000 крат (1000 x). Для определения величины крупных зёрен может использоваться увеличение менее 100 x.

В основе металлографического анализа лежит идея о том, что различные структуры в сплаве имеют разную скорость травления, а также по-разному окрашиваются в результате окисления. Поэтому исследование шлифов сплавов с помощью оптической микроскопии позволяет качественно и количественно определить фазовый состав сплава.

*а) Принципиальная схема оптического микроскопа*

Микроскопом называется прибор для наблюдения мелких объектов в увеличенном виде. В упрощённом виде он состоит из двух оптических систем – объектива и окуляра, разделённых значительным по сравнению с их фокусными расстояниями промежутком (рисунок 1.1). Рассматриваемый предмет  $OP$  помещается перед первым фокусом линзы объектива  $f_1$  в непосредственной близости от него. Объектив даёт увеличенное обратное

изображение предмета  $O'P'$ , которое рассматривается через окуляр как через лупу.

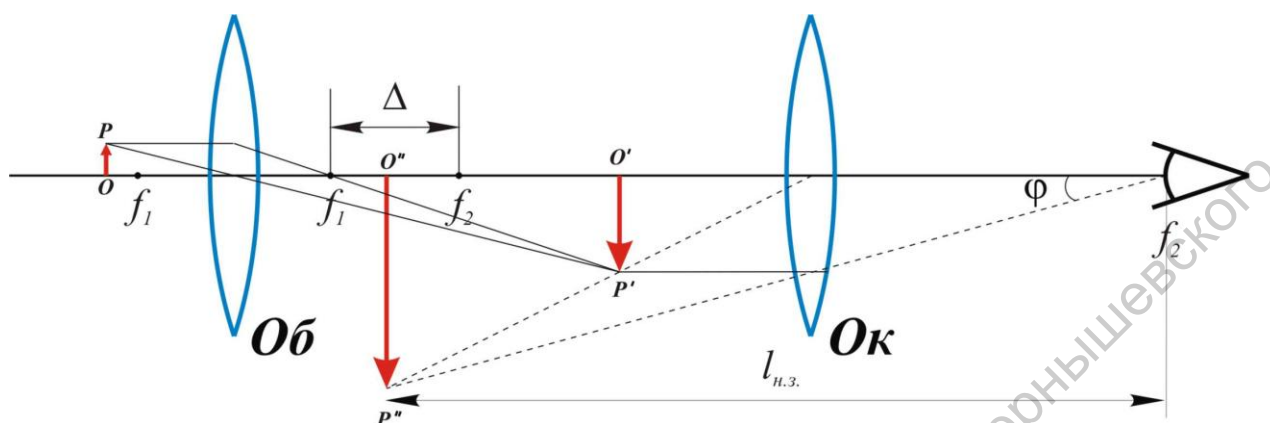


Рисунок 1.1 – Ход лучей света в микроскопе

Объектив – важнейшая часть микроскопа представляет собой систему линз, собранную в единой оправе. Передняя, так называемая фронтальная линза объектива – единственная, производящая увеличение. Остальные линзы служат для исправления искажений фронтальной линзы и поэтому называются коррегирующими.

Окуляр представляет собой сложную лупу, состоящую обычно из двух линз: верхней глазной и нижней собирающей, отстоящих друг от друга на расстоянии, равном половине суммы их фокусных расстояний. Однако на практике объектив и окуляр можно рассматривать как две собирающие линзы. Объектив и окуляр помещают на концах трубы (тубуса), которая укрепляется на штативе микроскопа вертикально и наклонно. Тубус микроскопа делают такой длины, чтобы изображение, формируемое объективом, оказалось за передним фокусом окуляра, вблизи него. Вследствие этого окуляр даёт мнимое увеличенное изображение предмета. Изображение является прямым по отношению к действительному изображению и обратным по отношению к рассматриваемому объекту.

Объектив и окуляр выполняются из нескольких линз, чтобы изображение не искажалось вследствие сферической и хроматической aberrаций, то есть вместо отдельных линз используют сложные комбинации из отдельных преломляющих элементов. Сферические aberrации

уменьшаются или полностью компенсируются введением в состав оптических компонентов системы асферических элементов (отдельных линз), поверхность которых описывается уравнением более сложного вида. Хроматические aberrации компенсируются с помощью составных линз, выполненных из элементов с различным показателем преломления (используются различные сорта оптического стекла). Кроме того, оба вида aberrаций можно частично скомпенсировать математической обработкой полученных изображений, проводя расчёт импульсного отклика системы с учётом aberrаций и дальнейшую деконволюцию (развертку) изображений.

Увеличение, получаемое с помощью микроскопа равно:

$$M = \frac{O''P''}{OP} = \frac{l_{\text{вз}} \Delta}{f_1 f_2} = M_{\text{об}} M_{\text{ок}}, \quad (1.1)$$

где  $\Delta$  – расстояние между задним фокусом объектива и передним фокусом окуляра (то есть длина тубуса микроскопа). Практически  $f_1$  составляет величину порядка 1 мм,  $f_2$  – порядка 10 мм,  $\Delta$  – около 100 мм, в этом случае  $M$  получают порядка 2500 х.

Наряду с объективом и окуляром, к основным узлам микроскопа также относят осветительную систему и предметный столик.

Осветительная система микроскопа состоит из источника света 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 от неё. 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.

Предметный столик и другие юстировочные узлы микроскопа составляют основу его механической части. Предметный столик должен решать две задачи: во-первых, обеспечивать крепление образца и лёгкий доступ к нему, во-вторых, способствовать точному перемещению образца по двум координатам. В современных микроскопах требуемая точность перемещения составляет от одного до нескольких микрон, а величина перемещения достигает 2–3 см.

#### *b) Параметры микроскопии*

Для оценки качества изображения в микроскопии используют понятие разрешающей способности или разрешения. Различают два типа: латеральное (поперечное относительно оптической оси) и аксиальное (продольное, то есть вдоль оптической оси).

При формировании изображения любой оптической системой 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 Эйри, с постепенно убывающими по яркости концентрическими темными и светлыми кольцами. В диске Эйри сосредоточено 84% всей энергии, а его диаметр определяется выражением:

$$d_A = 1,22 \frac{\lambda}{NA} = 1,22 \frac{\lambda}{n \cdot \sin \varphi}, \quad (1.2)$$

где  $NA$  – числовая апертура объектива;  $n$  – показатель преломления среды, в которой находится объект;  $\varphi$  – апертурный угол, а его тангенс есть отношение радиуса линзы к её фокусному расстоянию;  $\lambda$  – длина волны света.

Пределом разрешения микроскопа называют минимальное расстояние между двумя светящимися точками, при уменьшении которого они визуально сливаются в одну. Для нахождения этого предела используют критерий Рэлея, согласно которому изображения двух близких самосветящихся (некогерентных) точек можно ещё считать отдельными,

если центр дифракционного пятна (диска Эйри), соответствующего одной точке, совпадает с первым дифракционным минимумом для второй точки. Тогда латеральное разрешение объектива равно:

$$d_A = 1,22 \frac{\lambda}{2NA} = 0,61 \frac{\lambda}{NA}, \quad (1.3)$$

Расчёты показывают, что при таком расстоянии между точками освещённость в промежутке между ними составляет 80% от освещённости в максимуме. Известно, что человеческий глаз способен различать контраст в освещённости 4%, то есть разрешающая способность глаза выше, чем по критерию Рэля.

Из формул (1.2) и (1.3) видно, что числовая апертура объектива играет определяющую роль для разрешающей способности, поэтому в микроскопии иногда используется иммерсионная жидкость с показателем преломления  $n > 1$ , которой заполняют пространство между объективом и образцом. Это позволяет довести значение числовой апертуры до 1,4, в то время как для «сухих» объективов она не превышает 0,95.

*Таким образом, разрешающая способность оптического микроскопа может достигать 0,2 мкм.*

Аксиальное разрешение микроскопа также называют глубиной резкости изображения. Оно характеризует возможные пределы перемещения плоского объекта без заметного ухудшения резкости изображения, то есть способность прибора давать одновременно сфокусированное изображение выступов и впадин на поверхности объекта. Определить аксиальное разрешение можно по аналогии с латеральным – по размеру диска Эйри вдоль оптической оси:

$$R_z = \frac{\lambda}{2NA^2}. \quad (1.4)$$

Определить аксиальную разрешающую способность по аналогии с критерием Рэля невозможно, так как при наблюдении двух светящихся объектов, расположенных вдоль оптической оси, они будут затенять друг друга, и различить их практически нельзя.



Отметим, что все приведённые выражения для разрешающей способности были получены для плоских объектов с помощью дифракционной теории формирования изображения.

Качество изображения микроструктуры также определяется его яркостью и контрастностью. Яркость изображения определяется (помимо конструктивных особенностей микроскопа) интенсивностью светового потока, создаваемого осветителем и раскрытием апертурной диафрагмы, расположенной за конденсором. Контрастность  $C$  изображения характеризуется отношением разности яркостей объекта  $I_{об}$  и фона  $I_{фон}$  к их сумме:

$$C = \frac{I_{об} - I_{фон}}{I_{об} + I_{фон}}, \quad (1.5)$$

Контрастность изображения зависит (помимо качества подготовки объекта) от раскрытия полевой диафрагмы, расположенной в плоскости промежуточного изображения объекта, а также от применяемого способа освещения, используемого источника света и других специальных способов усиления контраста.

Яркость, контрастность и глубина резкости изображения могут регулироваться путём настройки апертурной и полевой диафрагм, а также выбором способа освещения. Апертурная диафрагма ограничивает входящий в оптическую систему пучок лучей. Чем больше раскрыта апертурная диафрагма, тем интенсивнее световой поток, падающий на образец, и тем выше яркость изображения. При этом раскрытие апертурной диафрагмы одновременно уменьшает глубину резкости. Диаметр полевой диафрагмы определяет поле зрения микроскопа, то есть величину наблюдаемого участка объекта. Закрытие полевой диафрагмы, уменьшает размеры поля зрения, увеличивая контрастность изображения, так как при этом отсекаются рассеянные световые лучи.

с) *Основные методы наблюдения в оптической микроскопии*

В оптической микроскопии применяют несколько методов для получения изображения и повышения его контраста.

*Метод светлого поля в проходящем свете* применяется для изучения прозрачных образцов с частицами и объектами, поглощающими свет. Например, это могут быть тонкие окрашенные срезы животных и растительных тканей, тонкие шлифы минералов и т.д. В данном методе пучок света из конденсора создаёт равномерно освещённое поле вблизи фокальной плоскости окуляра. В образце происходит частичное поглощение и рассеивание падающего на него света, что и обуславливает появление изображения. Данный метод можно применять и для наблюдения непоглощающих объектов, которые рассеивают свет настолько сильно, что значительная часть его не попадает в объектив.

*Метод косо́го освещения* – разновидность предыдущего метода. Отличие состоит в том, что свет на объект направляют под большим углом к направлению наблюдения, что помогает выявить «рельефность» объекта за счёт образования теней.

*Метод светлого поля в отражённом свете* применяется при исследовании непрозрачных отражающих свет объектов, например, шлифов металлов или руд. Освещение образца (от осветителя и полупрозрачного зеркала) производится сверху, через объектив, который одновременно играет и роль конденсора. Изображение формируется за счет различия отражающей способности элементов поверхности образца, а также неоднородностей, рассеивающих падающий на них свет.

*Метод тёмного поля в проходящем свете* применяется для получения изображений прозрачных неабсорбирующих объектов, которые не видны при использовании метода светлого поля, например, биологических объектов. Свет от осветителя и зеркала направляется на образец под углом в виде полого конуса конденсором специальной конструкции – так называемым конденсором тёмного поля. На выходе из конденсора основная часть лучей

света, не изменившая своего направления при прохождении через прозрачный образец, не попадает в объектив, который находится внутри конуса. Изображение в микроскопе формируется лишь с помощью небольшой части лучей, рассеянных микрочастицами и прошедшими через объектив. В результате в поле зрения на тёмном фоне наблюдаются светлые изображения элементов структуры образца, отличающихся от окружающей среды показателем преломления. У крупных частиц видны только светлые края, рассеивающие лучи света. Данный метод не позволяет определить по виду изображения прозрачность частиц или величину показателя преломления по сравнению с окружающей средой.

*Поляризационная микроскопия* – это метод наблюдения в поляризованном свете микроскопических объектов, имеющих оптически анизотропные элементы (или целиком состоящих из таких элементов). Например, это многие минералы, зёрна в шлифах сплавов, некоторые животные и растительные ткани и пр. Оптические свойства анизотропных микрообъектов зависят от ориентации этих объектов относительно направления наблюдения и плоскости поляризации света, падающего на них. Наблюдение можно проводить как в проходящем, так и в отражённом свете. Для этого неполяризованный свет, излучаемый осветителем, сначала пропускают через поляризатор, сообщая ему при этом поляризацию, которая меняется при последующем прохождении света через образец (или отражении от него). Эти изменения регистрируются с помощью другого поляризатора – анализатора и различных оптических компенсаторов. Анализируя такие изменения, можно судить об основных оптических характеристиках анизотропных микрообъектов: силе двойного лучепреломления, количестве оптических осей и их ориентации, вращении плоскости поляризации, дихроизме.

*Метод фазового контраста* и его разновидности – так называемый метод «аноптрального» контраста – предназначены для получения изображений прозрачных и бесцветных объектов, невидимых при

наблюдении по методу светлого поля, в частности, живых неокрашенных животных тканей. Суть метода заключается в том, что даже при очень малых различиях в показателях преломления разных элементов световая волна, проходящая через них, претерпевает разные изменения по фазе. Эти фазовые изменения не воспринимаются непосредственно ни глазом, ни фотопластинкой, ни камерой, однако с помощью специального оптического устройства могут быть преобразованы в изменения амплитуды световой волны, то есть в изменения яркости, которые уже различимы глазом или фиксируются на фоточувствительном слое. Таким образом, в регистрируемом изображении распределение яркостей (амплитуд) воспроизводит изменения фазы, претерпеваемые в исследуемом объекте, а изображение называется фазово-контрастным. Для типичной схемы характерно, что в переднем фокусе конденсора устанавливается апертурная диафрагма в форме кольца. Её 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 наносят прямо на поверхность одной из линз объектива. Отражённые образцом лучи от осветителя, дающие изображение диафрагмы, должны полностью проходить через фазовое кольцо, которое значительно ослабляет их и изменяет их фазу на четверть длины волны света. А рассеянные лучи проходят через фазовую пластинку, минуя фазовое кольцо, и не претерпевают дополнительного сдвига фазы. С учётом фазового сдвига в материале образца полная разность фаз между отражёнными и рассеянными лучами близка к 0 или  $\lambda/2$ , поэтому в результате интерференции света в плоскости изображения образца они заметно усиливают или ослабляют друг друга, давая контрастное изображение структуры образца. Рассеянные лучи имеют значительно меньшую амплитуду по сравнению с отражёнными, поэтому проводят ослабление основного пучка в фазовом кольце, сближая значения амплитуд,

что также приводит к большей контрастности изображения. Данный метод дает возможность различать только малые элементы структуры, которые дают низкий контраст в методе светлого поля. Прозрачные частицы, сравнительно большие по размерам, рассеивают лучи света на столь небольшие углы, что эти лучи проходят через фазовое кольцо вместе с отражёнными. Для таких частиц фазово-контрастный эффект наблюдается только вблизи их контуров, где происходит сильное рассеяние.

*d) Металлографический микроскоп*

Металлографический микроскоп предназначен для исследования микрошлифов металлов и сплавов. Наблюдение ведется в отражённом свете, увеличение, как правило, составляет от 60 до 1500 раз.

Специфические особенности металлографических шлифов предъявляют определённые требования к конструкции металлографических микроскопов. Так как шлиф непрозрачен и обладает мелкой структурой, то для ее обнаружения необходимы микрообъективы с большим увеличением, то есть с малым фокусным расстоянием и, следовательно, с небольшим рабочим расстоянием. Небольшое рабочее расстояние микрообъектива не позволяет осветить объект с необходимой апертурой освещающего пучка, идущего с внешней стороны объектива. Для освещения объекта через микрообъектив необходимо специальное устройство опак-иллюминатор, в котором в ход лучей микроскопа вводится светоделительная пластинка, отражающая свет от источника света в объектив и пропускающая свет, отражённый от объекта. При этом теряется значительная часть света и в окуляр может пройти не больше 25% падающего от источника света потока при его 100% отражении от объекта. Обычно металлические шлифы отражают значительно меньше света, и в окуляр попадает лишь незначительная часть светового потока, падающего на шлиф. Большие потери света в осветительной системе микроскопа и небольшой коэффициент отражения рассматриваемого объекта

требуют введения в осветительную систему мощного источника света, особенно если необходимо обеспечить микрофотографирование.

Рассмотрим устройство металлографического микроскопа на примере МИМ 7, упрощённая схема оптической системы которого представлена на рисунке 1.2.

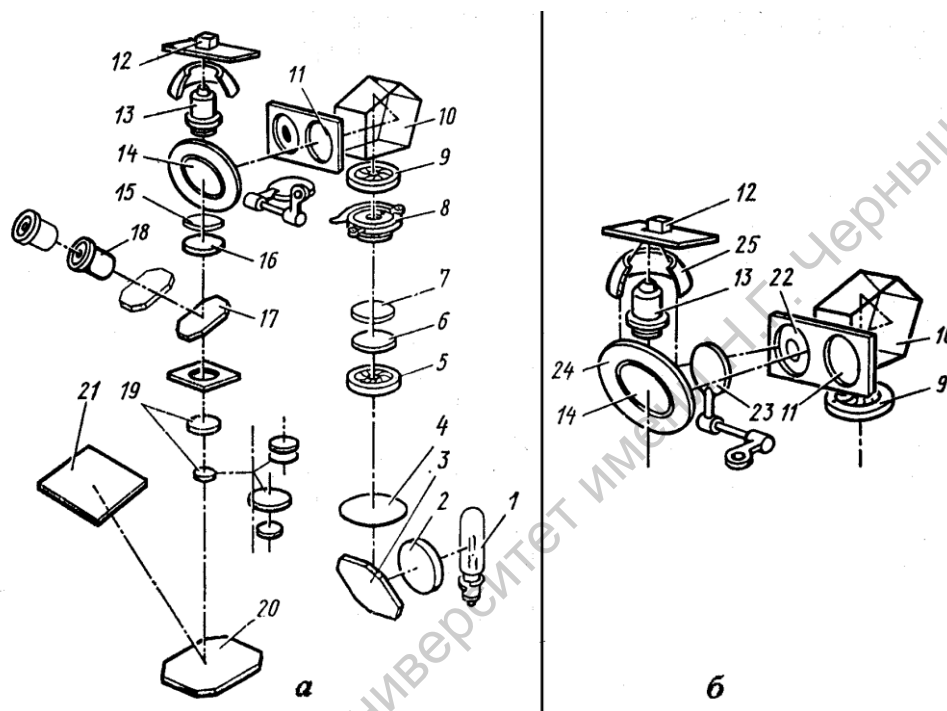


Рисунок 1.2 – Оптическая схема микроскопа МИМ-7: *а* - при работе в светлом поле; *б* - при работе в темном поле.

Лучи света от электрической лампы 1 проходят через коллектор 2 и, отразившись от зеркала 3, попадают на светофильтр 4, затем на апертурную диафрагму 5 (для ограничения световых пучков и получения высокой чёткости изображения), линзу 6, фотозатвор 8, полевую диафрагму 9 (для ограничения освещённого поля рассматриваемого участка на микрошлифе). Световые лучи преломляются пентапризмой 10, проходят через линзу 11, попадают на микрошлиф 12, установленный на предметном столике. Отразившись от микрошлифа 12, лучи вновь проходят через объектив 13 и, выходя из него параллельным пучком, попадают на отражённую пластинку 14 и ахроматическую линзу 16.

При визуальном наблюдении в ход лучей вводится зеркало 17, которое отклоняет лучи в сторону окуляра. При фотографировании зеркало 17 выключается выдвижением тубуса вместе с окуляром и зеркалом, и лучи направляются непосредственно к фотоокуляру 19, проходят через него на зеркало 20, от которого отражаются и попадают на матовое стекло 21, где и дают изображение. Для фиксирования микроструктуры матовое стекло 21 заменяется кассетой с фотопластинкой или камерой. Для наблюдения в поляризованном свете в систему включаются вкладной анализатор 15 и поляризатор 7. Для повышения отдельных мелких рельефных частиц на гладком поле (например, при исследовании неметаллических включений) целесообразно применять темнопольное освещение.

Оптическая система микроскопа для исследования микрошлифа в тёмном поле отличается от описанной схемы исследования в светлом поле тем, что вместо линзы 11 устанавливается линза 22. Центральная часть одной из поверхностей линзы 22 покрыта чёрным непрозрачным лаком в виде диска, задерживающего центральную часть светлого пучка и пропускающего краевые лучи, проходящие через прозрачное кольцо линзы 22 и падающие на зеркало 24 в виде светлого кольца. Для того, чтобы светлые лучи не попадали на отражательную пластинку 14, введена диафрагма 23. Отразившись от зеркала 24, лучи попадают на внутреннюю поверхность параболического зеркала 25 и, отразившись от него, концентрируются на микрошлифе.

### **3. Последовательность выполнения работы и обработка экспериментальных данных**

1. Ознакомьтесь со схемой микроскопа Альтами MET 1M, используя рисунки 1.3 и 1.4.
2. Поместите образец (микрошлиф чугуна) в центр стола на круглую вставку и зажмите при необходимости клипсой.
3. Включите микроскоп и проведите настройку освещения с помощью регулятора яркости.

4. Установите объектив  $\times 4$  и проведите фокусировку, вращая ручки грубой и точной фокусировки.
5. Если освещение видимого поля неравномерно, то подстройте положение конденсора (рисунок 1.4). Настройте апертурную и полевую диафрагмы для получения чёткого и контрастного изображения. Производите настройку обеих диафрагм одновременно. Если апертурную диафрагму настроить так, что бы диаметр луча света совпадал с диаметром линзы объектива, то можно получить изображение лучшего качества и контраста. Полевая диафрагма используется для того, чтобы отсечь нежелательные отражения лучей от стенок тубуса и возможные искажения по краям видимого поля, поэтому она должна быть настроена так, что бы совпадать, либо немного перекрывать видимое поле.
6. Смотри правым глазом в правый окуляр, добейтесь чёткого изображения объекта. Если смотря левым глазом в левый окуляр вы не получили чёткое изображение, то исправьте это, вращая кольцо подстройки диоптрий.
7. Для регистрации изображения с помощью фото/видео принадлежностей, вытяните штوك до упора. Световой пучок разделится между бинокляром и тринокулярным выходом в соотношении 20% на 80%, соответственно. В противном случае оставьте шток в утопленном положении.
8. Найдите на поверхности исследуемого образца неоднородности и с помощью ручки манипулятора переместите их в центр поля зрения.
9. Последовательно меняйте объективы до увеличения  $\times 20$ . Следите, чтобы изображение поверхности с неоднородностями оставалось в фокусе.
10. Вращая анализатор, наблюдайте изменение контраста изображения.
11. После получения наилучшего контраста необходимо зарисовать/заснять наблюдаемые изображения (2-3 различных участка исследуемого образца).



#### 4. Вопросы для подготовки к работе и самопроверки

1. Устройство оптического микроскопа.
2. Аберрации линз и методы их устранения.
3. Параметры оптического микроскопа. Физические ограничения для латерального и аксиального разрешений.
4. Методики измерения с помощью оптического микроскопа: физические явления, лежащие в основе методов, преимущества, недостатки, специфика применения.
5. Области применения оптической микроскопии.
6. Специфика металлографических микроскопов. Область их применения.

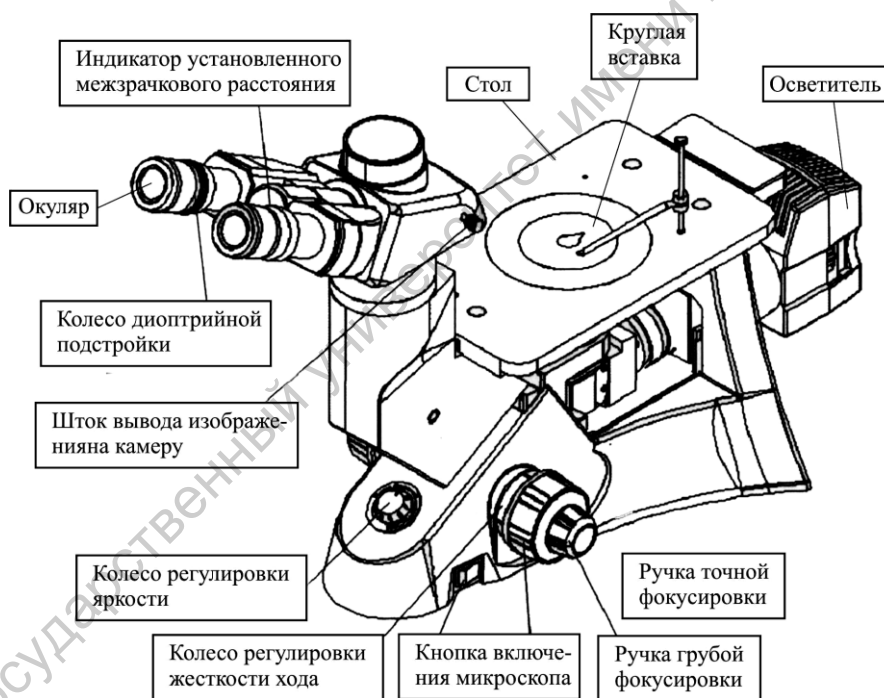


Рисунок 1.3 – Схематическое изображение металлографического микроскопа Альтами MET 1M

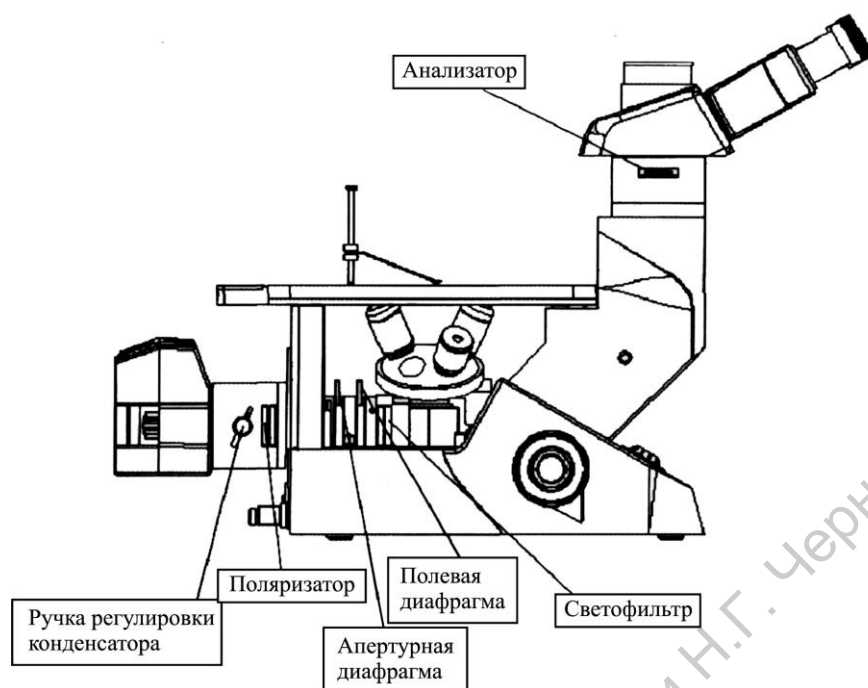


Рисунок 1.4 – Схематическое изображение металлографического микроскопа Альтами MET 1M

## 5. Рекомендуемая литература

### Основная литература:

1. Лич Р.К. Инженерные основы измерений нанометровой точности: учеб. пособие / Р.К. Лич; пер. с англ. А. В. Заблоцкого. – Долгопрудный: Изд. дом "Интеллект", 2012. – 400 с.
2. Уайтхауз Д. Метрология поверхностей. Принципы, промышленные методы и приборы / Д. Уайтхауз; пер. с англ. А. Я. Григорьева, Д. В. Ткачука; под ред. Н. К. Мышкина. – Долгопрудный: Интеллект, 2009. – 471 с.

### Дополнительная литература:

1. Брандон Д. Микроструктура материалов. Методы исследования и контроля : учеб. пособие / Д. Брандон, У. Каплан; пер. с англ. под ред. С.Л. Баженова; доп. О.В. Егоровой. – Москва: Техносфера, 2004. – 377 с.

2. Егорова О.В. Техническая микроскопия. Практика работы с микроскопами для технических целей / О.В. Егорова. – 2-е изд., перераб. – Москва: Техносфера, 2007. – 357 с.
3. Заказнов Н.П. Теория оптических систем: учеб. пособие / Н.П. Заказнов, С.И. Кирюшин, В.И. Кузичев. – 4-е изд., стер. – Санкт-Петербург; Москва; Краснодар: Лань, 2008. – 446 с.
4. Кларк Э.Р. Микроскопические методы исследования материалов / Э.Р. Кларк, К.Н. Эберхардт; пер. с англ. С.Л. Баженова – Москва: Техносфера, 2007. – 371 с.

## **Лабораторная работа №2**

### **Получение микрофотографий**

#### **с помощью металлографического микроскопа**

Цель работы: получение навыков работы с цифровой фотокамерой при получении микрофотографий, определение размера кадра при различных увеличениях микроскопа

#### **1. Материально–техническое обеспечение работы**

Металлографический микроскоп Альтами МЕТ 1М, оснащенный цифровой цветной камерой с ПЗС-матрицей размером  $2048 \times 1536$  пикселей, объект-микрометр ОМО.

#### **2. Краткие сведения из теории**

Металлографический микроскоп является разновидностью оптического микроскопа и используется для идентификации металлов и анализа их микроструктуры. Он также является основным инструментом для проверки качества продукции в промышленности. Данный микроскоп может быть оснащён фотографическим устройством, которое может делать микрофотографии для проведения последующего анализа.

Для калибровки окулярной шкалы микроскопа используют объект-микрометр, который представляет собой пластину, в центре которой находится измерительная шкала длиной 1 мм. Объект-микрометр изготавливается как для микроскопов отражённого света (ОМО), так и проходящего света (ОМП). В ОМО измерительная шкала нанесена на непрозрачном фоне, а у ОМП – на прозрачном. Они позволяют измерять с установленной точностью линейные размеры. Определить точность измерения площади и формы объектов возможно, лишь используя более сложные микрообъекты. В частности, с помощью кругов на микрообъекте, которые являются эталоном формы, так как это фигура с наименьшим периметром на единицу площади.

## *Формирование изображений, виды детекторов*

Для перевода изображений исследуемого образца, полученных с помощью оптического микроскопа, в цифровой вид в основном используют два типа полупроводниковых детекторов: ПЗС-матрицы и КМОП-матрицы (соответственно, «прибор с зарядовой связью» и «комплементарная структура металл-оксид-полупроводник», CCD и CMOS в англоязычной литературе). В качестве полупроводника в основном используют кремний. Принцип действия матриц основан на генерации светом неравновесных носителей заряда в полупроводниковом материале при поглощении фотона с энергией достаточной, чтобы перевести электрон из валентной энергетической зоны в зону проводимости. Затем эти носители заряда разделяются электронной схемой детектора и регистрируются в виде электрического сигнала.

Работа ПЗС-матрицы основана на принципах, схожих с работой полевого транзистора с изолированным затвором (рисунок 2.1). При подаче положительного напряжения на затвор структуры металл-оксид-полупроводник с дырочным типом проводимости ( $p$ -тип) область полупроводника под затвором начинает обедняться основными носителями заряда, то есть дырками, и обогащаться неосновными – электронами. При этом под затвором образуется потенциальная энергетическая яма для электронов. Создаваемый затвором потенциал разделяет носители заряда, генерируемые светом, собирая электроны в потенциальной яме и выталкивая дырки в базовую область вглубь полупроводника. Так осуществляется начальное накопление заряда в ячейках ПЗС-матрицы. Чтобы извлечь этот заряд из ячеек, его последовательно, по строкам смещают к краю матрицы подачей на соседние ячейки такой разницы потенциалов, что их потенциальные ямы объединяются, и созданием градиента потенциала, смещающего электроны в сторону ячеек, более близких к краю матрицы. Возле последнего ряда ячеек в конструкции прибора сформирована

регистрирующая ток электрическая цепь, считающая количество накопленного заряда и переводящая эти значения в цифровой вид.

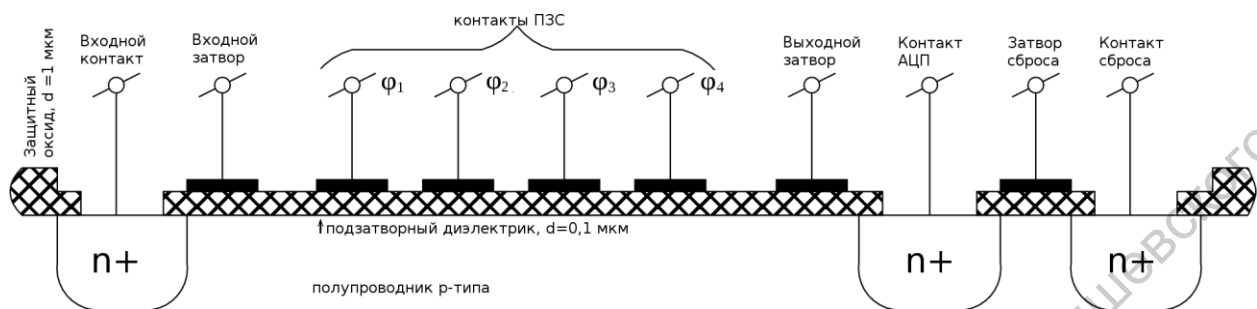


Рисунок 2.1 – Схема ПЗС-матрицы с поверхностными затворами

Для ПЗС-матриц характерны следующие особенности, влияющие на качество получаемых изображений:

- уход в насыщение (clipping) – при определённом уровне сигнала значение заряда в ячейках и сигнала на аналого-цифровом преобразователе (АЦП) достигает своего максимума, выше которого сигнал не регистрируется;
- растекание (blooming), когда в пикселях рядом с «пересвеченным» или ярким пикселем также появляется сигнал при отсутствии на них прямого оптического воздействия, генерируемый за счёт перетекания заряда из «засвеченной» ячейки в соседние.

Для создания КМОП-матриц используются стандартные технологические процессы производства интегральных микросхем. Схема такой матрицы представлена на рисунке 2.2. Каждая ячейка матрицы состоит из чувствительного к свету элемента твердотельной электроники – фотодиода или фототранзистора, предусилителя (на основе полевого транзистора) и транзистора коммутации, который открывается подачей напряжения на шину выбора строки. Выходы этих транзисторов собираются на шины столбцов, каждая из которых ещё одним транзистором коммутируется на выходную шину, соединённую с входом АЦП (либо в параллельном варианте на каждой такой шине стоит по своему блоку аналогово-цифрового преобразования). Подачей сигнала высокого уровня на

шины строки и столбца выбирается ячейка, фототок которой попадёт на вход АЦП. Поскольку в такой конструкции чувствительные к свету элементы занимают сравнительно небольшую площадь, свет на них фокусируется системой микролинз, где над каждым светочувствительным элементом находится миниатюрная собирающая линза. В технологическом процессе производства КМОП легко получить большое количество светочувствительных элементов малой площади, но ценой снижения чувствительности каждого отдельного элемента. Таким образом, КМОП-матрицы отличаются более низким отношением сигнал/шум по сравнению с ПЗС, хуже чувствуют свет, с другой стороны считывание сигнала в них можно организовать заметно быстрее, а их производство проще, и, следовательно, дешевле.

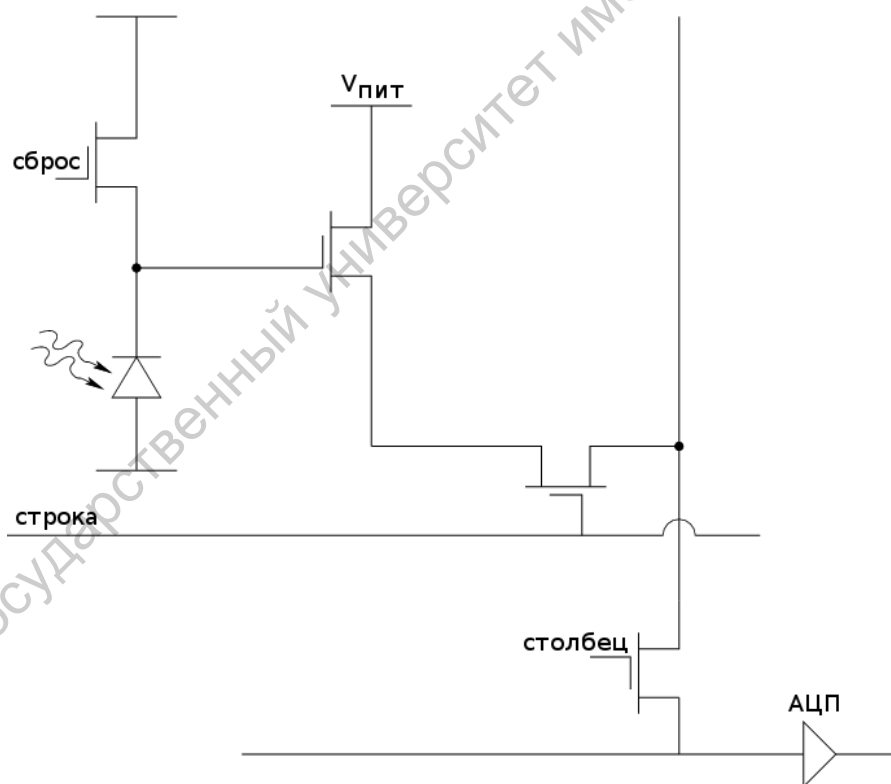


Рисунок 2.2 – Электрическая схема ячейки матрицы типа КМОП

Отдельные ячейки кремниевой матрицы регистрируют свет во всём видимом и ближнем ИК-диапазоне и, следовательно, не различают цветов. Они воспринимают только интенсивность света. Поэтому чтобы получить цветное изображение, используют набор плёночных окрашенных

светофильтров. Самой распространённой является схема, основанная на шаблоне Байера. Этот шаблон состоит из 4 фильтров – двух зелёных, одного красного и одного синего (рисунок 2.3). Поскольку чувствительность глаза человека к зелёному свету примерно в два раза выше, чем к красному и почти в десять раз сильнее, чем к синему, то удвоение именно зелёного пикселя было выбрано как наиболее целесообразное.

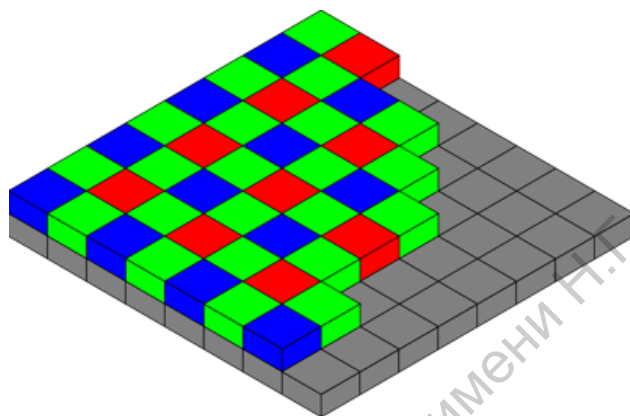


Рисунок 2.3 – Схематическое изображение матрицы со светофильтрами

Кроме того, поскольку глаз человека регистрирует изменения яркости с гораздо лучшим разрешением, чем изменение оттенка цвета, число одноцветных светочувствительных элементов на матрице и число трёхцветных пикселей в изображении можно сделать одинаковым. При последующей обработке сигнала с матрицы, интенсивность сигнала для каждого цветного пикселя пересчитывается в интенсивность яркостной составляющей, а цветоразность, то есть разность цветов между соседними точками изображения, рассчитывают для групп из четырёх окрашенных пикселей.

#### *Параметры полупроводниковых сенсоров изображения*

Среди основных характеристик сенсора, влияющих на качество получаемого изображения, можно выделить следующие:

- *разрешение сенсора* (его линейные размеры, размер отдельного чувствительного элемента – пикселя) – поскольку бесконечно малая окрашенная или светящаяся точка объекта размывается на



изображении за счёт дифракции света в оптической системе до пятна, так называемого диска Эйри, то делать пиксель меньше, чем размер этого диска, будет нецелесообразным. Линейные размеры матрицы также обычно ограничены по экономическим причинам ценой её производства и качеством полупроводниковой пластины, то есть выходом годной продукции.

- *уровень шума* – определяет минимальные значения сигнала и времени экспозиции, при которых регистрируется хорошее изображение. В зависимости от источника различают разные виды шума. Тепловой шум связан с тем, что носители заряда в полупроводнике создаются не только светом, но и другими видами воздействий, например, теплом. Тепловой шум даёт некоторый постоянный уровень сигнала в ячейке матрицы, который зависит от температуры, с некоторым случайным разбросом относительно этого значения. Дробовой шум связан с неравномерностью протекания тока через детектор, так как электроны, двигаясь по кристаллу, сталкиваются и теряют скорость случайным образом, что даёт разницу в их скорости и, соответственно, различные значения тока в каждый момент времени. При считывании данных с помощью АЦП добавляется также шум дискретизации, связанный с тем, что непрерывный набор значений аналоговой величины (тока или напряжения) преобразуется в ограниченный набор дискретных цифровых значений. Кроме того, разные ячейки в силу разных причин неодинаково чувствуют свет, поэтому постоянные смещения и чувствительность матрицы необходимо откалибровать в ходе специальных процедур: съёмка тёмного поля показывает уровень постоянных отклонений, а съёмка белого поля показывает неоднородность значений на ячейках.
- *время экспозиции/накопления/интеграции* – может задаваться пользователем. Уровень сигнала в цифровых матрицах практически линейно зависит от времени накопления (с небольшим квадратичным

сублинейным коэффициентом, определяемым рекомбинацией носителей заряда) при почти постоянном уровне шума, не зависящем от времени экспозиции.

- *чувствительность матрицы* – определяет зависимость электрического отклика сенсора от количества попавших на него квантов света. У цифровых фотоаппаратов по историческим причинам эту характеристику приводят к значениям чувствительности ISO (текущий стандарт для цифровых камер ISO 12232:2006) который изначально показывал изменение оптической плотности (поглощения) фотоплёнки в зависимости от световой экспозиции (в люкс-секундах), в современных стандартах оптическая плотность заменена одной из электрических характеристик сенсора. В цифровых камерах чувствительность измеряется либо фотографированием белого листа по измерению экспозиции, необходимой для получения 18% уровня серого (значения 118 для 8-битных пикселей), либо по достижению насыщения (то есть достижение 100% уровня белого), либо по времени экспозиции, необходимому для получения определённого соотношения сигнал/шум (40:1 – «отличное качество» или 10:1 – «приемлемое качество»).
- *спектральная чувствительность матрицы* – определяет диапазон длин волн света, который может попасть на матрицу сквозь светофильтр, и отклик светочувствительных элементов на некий уровень освещённости. Зависит от материала сенсора и его конструкции (например, от того, насколько утоплены чувствительные элементы в глубину относительно поверхности кристалла).
- *баланс белого для цветных сенсоров* – может задаваться пользователем или определяться автоматически, определяется соотношением калибровочных коэффициентов, приводящих чувствительность сенсора по трём основным цветам к таковой для человеческого глаза при данных условиях освещённости и данном типе источника света. Обычно в

камерах есть предустановки для наиболее распространённых источников света (дневной свет, лампы накаливания, люминесцентные лампы), баланс белого для текущих условий съёмки можно откалибровать фотографированием белого листа и расчётом корректировочных коэффициентов, делающих его изображение также белым.

### **3. Последовательность выполнения работы и обработка экспериментальных данных**

1. Изучите схему микроскопа на рисунках 1.3 и 1.4 из описания лабораторной работы № 1.
2. Поместите образец (объект-микрометр ОМО) в центр стола на круглую вставку и зафиксируйте его при необходимости клипсой.
3. Включите микроскоп и проведите настройку освещения с помощью регулятора яркости.
4. Установите объектив  $\times 4$  и проведите фокусировку, вращая ручки грубой и точной фокусировки.
5. Проведите настройку и получите контрастное изображение, используя указания из последовательности выполнения лабораторной работы № 1.
6. При использовании фото/видео принадлежностей вытащите шток до упора. Световой пучок разделится между бинокулярным и тринокулярным выходами в соотношении 20% на 80%,.
7. Запустите программу Altami PhotoKit.
8. Вращая камеру, добейтесь того, чтобы шкала на ОМО была параллельно длинной стороне кадра.
9. Добившись четкого изображения, произведите фотографирование.
10. Поменяв объектив, повторите п. 9.
11. Используя любое программное обеспечение для работы с растровыми изображениями (например, Paint, GIMP, ImageJ), измерьте расстояние между любыми двумя соседними штрихами шкалы ОМО в пикселях и

рассчитайте коэффициент преобразования  $k = \frac{x_{мм}}{x_{пк}}$ . Зная размер кадра в пикселях, определите размер кадра в миллиметрах для разных объективов.

#### **4. Вопросы для подготовки к работе и самопроверки**

1. Области использования микрофотографий.
2. Принцип действия ПЗС-матрицы. Алгоритм чтения сигнала с отдельных ячеек. Биннинг.
3. Принцип действия матрицы типа КМОП. Поясните, как происходит выбор ячейки, с которой снимается сигнал.
4. Спектральная чувствительность матриц, получение цветных изображений. Баланс белого.
5. Основные характеристики полупроводниковых датчиков изображения.
6. Физические ограничения на минимальный размер фотографируемого объекта.

#### **5. Рекомендуемая литература**

##### Основная литература:

1. Игнатов А.Н. Оптоэлектроника и нанофотоника: учеб. пособие / А.Н. Игнатов. – Санкт-Петербург; Москва; Краснодар: Лань, 2011. – 538 с.
2. Захаров Н.П. Оптико-электронные узлы электронно-вычислительных средств, измерительных приборов и устройств автоматики: учеб. пособие / Н.П. Захаров, С.П. Тимошенко, Ю. А. Крупнов. – Москва: БИНОМ. Лаб. знаний, 2011. – 335 с.

##### Дополнительная литература:

1. Пантелеев В.Г. Компьютерная микроскопия / В.Г. Пантелеев, О.В. Егорова, Е.И. Клыкова. – Москва: Техносфера, 2005. – 303 с.
2. Егорова О.В. Техническая микроскопия. Практика работы с микроскопами для технических целей / О.В. Егорова. – 2-е изд., перераб. – Москва: Техносфера, 2007. – 357 с.

3. Заказнов Н.П. Теория оптических систем: учеб. пособие / Н.П. Заказнов, С.И. Кирюшин, В.И. Кузичев. – 4-е изд., стер. – Санкт-Петербург; Москва; Краснодар: Лань, 2008. – 446 с.
4. Брандон Д. Микроструктура материалов. Методы исследования и контроля: учеб. пособие / Д. Брандон, У. Каплан; пер. с англ. под ред. С.Л. Баженова; доп. О.В. Егоровой. – Москва: Техносфера, 2004. – 377 с.
5. Кларк Э.Р. Микроскопические методы исследования материалов / Э.Р. Кларк, К.Н. Эберхардт; пер. с англ. С.Л. Баженова – Москва: Техносфера, 2007. – 371 с.

Интернет-ресурсы:

1. <http://www.olympusmicro.com/> Olympus Microscopy Primer
2. <http://www.microscopyu.com/> Nikon Microscopy U

## Лабораторная работа №3

### **Изучение макро- и микроструктуры материалов**

Цель работы: ознакомление с методами подготовки образцов для макро- и микроскопического анализа, определение толщины эпитаксиального слоя и плотности дислокаций в монокристаллах кремния с помощью оптического микроскопа и метода шарового шлифа.

#### **1. Материально–техническое обеспечение работы**

Установка для изготовления сферического шлифа, электроплитка с закрытой спиралью, микроскоп настольный с окулярной шкалой и увеличением до  $\times 12$ , микроскоп МИМ-7, объект-микрометр (ОМО), вытяжной шкаф.

Фильтры бумажные, вата хлопчатобумажная, паста алмазная (с размером зерна менее 1 мкм).

Химическая посуда: керамические чашки на 10 – 25 мл, фторопластовый стакан на 40 мл, пипетка, пинцет.

Монокристаллические пластины кремния, а также кремниевые пластины с эпитаксиальным слоем,  $\text{CCl}_4$  (или бензол), вода дистиллированная, воск, 48%-ая плавиковая кислота  $\text{HF}$ , 69 %-ая азотная кислота  $\text{HNO}_3$ , 10%-ый водный раствор  $\text{CuSO}_4$ ,  $\text{Cr}_2\text{O}_3$ .

#### **2. Краткие сведения из теории**

Изучение структуры позволяет получить представление о его свойствах, а также о способах получения и воздействиях, которым он был подвергнут. Структура материала может быть охарактеризована на трёх уровнях: макроструктура определяется невооружённым глазом, микроструктура – с использованием оптического микроскопа, внутреннее строение – с помощью спектроскопических методов, рентгеноструктурного анализа и других методов исследования.

Определение макроструктуры (макроанализ) осуществляется для выявления в металле дендритного строения, усадочной рыхлости, газовых пузырей, трещин, пустот, плен, шлаковых включений, расположения волокон в поковках и штамповках, ликвации серы и фосфора, структурной неоднородности, качества сварного соединения и т.п.

Микроанализ проводят для определения формы и размера микрозёрен, их состава и ориентации, выявления микродефектов (пор, трещин, раковин, неметаллических включений). Кроме того, к микроанализу можно отнести определения толщины и свойств тонких слоёв, которые придают материалам защитно-декоративные свойства (например, коррозионную стойкость) или являются частью устройств (например, диэлектрические или эпитаксиальные слои).

Под внутренним строением материала подразумевают расположение в нём атомов, в том числе тип и параметры кристаллической решётки (для кристаллов), а также наличие дефектов (дислокаций, вакансий и т.д.).

Определение структуры материала может проводиться непосредственно на поверхности заготовки или детали, что подходит для макроанализа, но чаще вырезается образец (темплет), поверхность которого специально подготавливается с помощью шлифовки и травления, что позволяет выявить неоднородности структуры. Образец, подготовленный для макроанализа, называется макрошлифов, а для микроанализа – микрошлифом.

Место вырезки темплета зависит от вида изделия и задачи исследования. Поэтому образцы могут вырезаться как из одного, так и нескольких мест слитка, заготовки или детали в продольном и поперечном направлениях.

Шлифовка позволяет получить плоскую поверхность и существенно снизить её шероховатость, таким образом, снижая рассеяние света. Она осуществляется на шлифовальных машинах в несколько этапов с помощью абразивов – твёрдых мелкозернистых или порошкообразных веществ, представляющих собой микрочастицы алмаза, корунда, оксида кремния и др. Во время шлифовки неровности поверхности образца постепенно срезаются абразивными частицами. При переходе на новый этап необходимо

очищать образец от абразива, промывая водой, уменьшить размер частиц абразива и менять направление шлифовки на 90°.

Химическое травление – распространённый метод выявления микроструктуры материалов. Он основан на различной скорости растворения отдельных участков поверхности, отличающихся по химическому составу или физическому строению. Поверхность шлифа, покрытую травителем, можно рассматривать как гальванический элемент, состоящий из большого числа соединённых между собой микроскопических электродов. Структурные составляющие материала, обладающие меньшим потенциалом (границы зёрен и разных фаз и т.д.), становятся анодами и растворяются в травителе, вызывая потемнение шлифа в этих местах. Элементы с более высоким потенциалом являются катодами и при травлении остаются неизменными. После травления гладкая поверхность превращается в совокупность плоскостей и узких впадин между ними, характеризующих микроструктуру сплава.

*а) Метод сферического шлифа*

Метод сферического шлифа получил распространение для определения толщины эпитаксиальных слоёв. Эпитаксиальный слой – тонкая (до микрона) плёнка, которую выращивают на монокристаллической подложке из того же или другого материала часто с добавлением примесей, что позволяет изменять свойства выращиваемого слоя по сравнению с подложкой, в частности, проводимость.

Сферический шлиф создают посредством механического удаления поверхностного слоя абразивом, то есть шлифовки поверхности, с помощью шлифовального шара. В качестве абразива используется алмазная паста, либо оксид хрома. В результате должна образоваться сферическая лунка с глубиной больше, чем толщина эпитаксиального слоя (рисунок 3.1, а). Если при идентификации межфазных границ (границ раздела «плёнка – подложка») возникают сложности, то шлифы подвергают *декорированию* (рисунок 3.1, б).



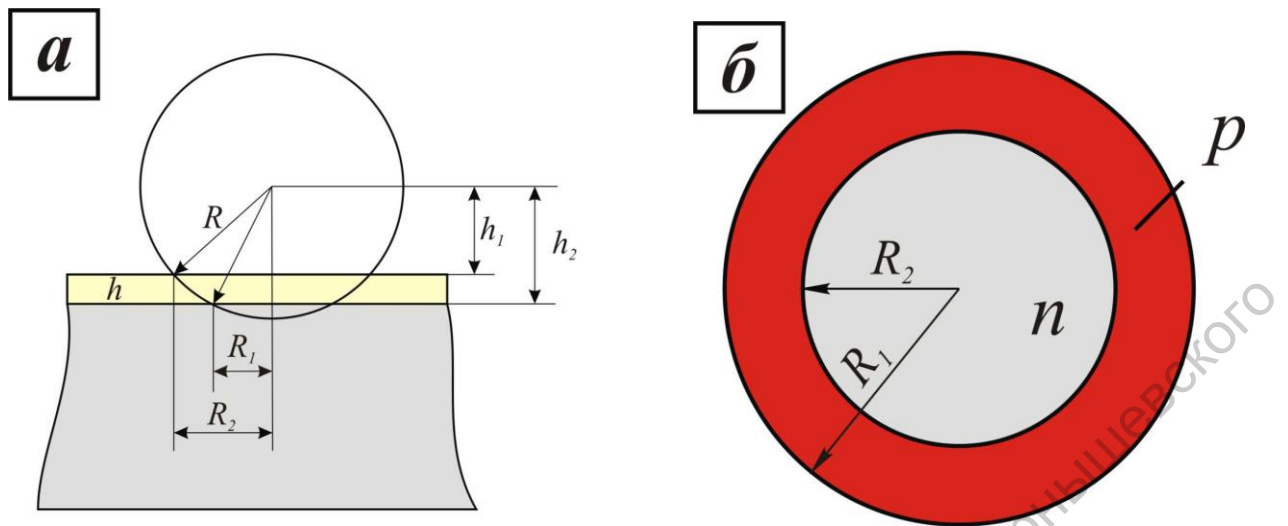


Рисунок 3.1 – Схематические изображения метода сферического шлифа для определения толщины эпитаксиального слоя (а) и выявленной границы  $p$ - $n$  перехода (б)

Декорирование – это специальная процедура избирательного (селективного) осаждения какого-либо материала для придания большего контраста межфазным границам и границам, имеющим различие кристаллографических ориентаций, заряда на поверхности и т.п. Материал для декорирования подбирается таким, что бы скорость осаждения или сама способность осаждения сильно зависела от химической активности материалов плёнки и подложки или характера поверхности различных слоёв скола (шлифа). Кроме того, декорирование имеет смысл лишь в случае, когда селективно осаждаемый материал легко наблюдается с помощью микроскопа (оптического, электронного, атомно-силового и др.). Декорирование, в частности, используется для выявления слоёв с разной концентрацией носителей заряда или разным уровнем легирования. При этом разница в уровнях легирования для контрастного декорирования должна быть не менее порядка.

Так как размер шлифовального шара существенно (более чем в  $10^5$  раз) превышает толщину эпитаксиального слоя, то после декорирования на образцах с помощью оптического микроскопа могут отчётливо наблюдаться круг, соответствующий подложке, и кольцо, соответствующее эпитаксиальному слою. Измерив внутренний и наружный радиусы кольца, соответственно  $R_1$  и  $R_2$  (рисунок 3.1), можно рассчитать толщину эпитаксиального слоя  $h$  по формуле:

$$h = h_1 - h_2 = \sqrt{R^2 - R_1^2} - \sqrt{R^2 - R_2^2} . \quad (3.1)$$

При использовании формулы (3.1) возникают большие погрешности из-за нахождения разности близких по величине чисел. Этого можно избежать, разложив подкоренные выражения в ряд Тейлора и приведя к виду:

$$h = \frac{(R_1 - R_2)(R_1 + R_2)}{2R} . \quad (3.2)$$

Относительная погрешность определения толщины плёнок кремния методом шарового шлифа составляет не менее 20%.

### *б) Метод ямок (фигур) травления*

Для выявления структурных дефектов полупроводниковых материалов широко используется химическое травление. Оно приводит к увеличению неоднородности поверхности, выявлению дефектов структуры, границ двойников и доменов за счёт их растравливания из-за анизотропии свойств, то есть зависимости свойств от направления в кристалле. Грани кристаллов с разной ориентацией могут растворяться с разной скоростью. Такое избирательное травление монокристаллов может приводить к образованию фигур (ямок) травления, форма которых определяется структурой кристалла, ориентацией поверхности, видом дефектов и составом травителя, а количество ямок – плотностью дефектов (рисунок 3.2).

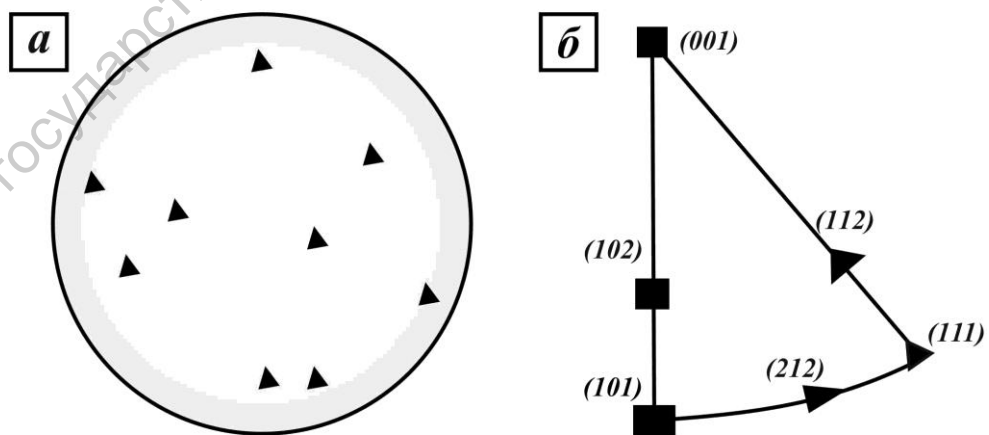


Рисунок 3.2 – Схематическое изображение ямок травления на монокристалле кремния на плоскости (111) (а) и стереографический треугольник для кубической сингонии с формами фигур травления с указанием плоскостей (б)

Одним из самых распространённых видов дефектов являются дислокации, образующиеся в результате обрыва атомных плоскостей. Чтобы получить наглядное представление о дислокациях, рассмотрим цилиндр, из которого вырезан коаксиальный цилиндр радиусом существенно меньше радиуса внешнего цилиндра (рисунок 3.3, *a*). Проведём плоский разрез, проходящий через ось цилиндров, сдвинем правый край разреза относительно задней стороны вдоль радиуса на расстояние  $b$  (для чего к ним надо приложить силу), склеим края разреза и снимем приложенную силу (рисунок 3.3, *б*). В результате в цилиндре возникнет такое же напряжённое состояние, как в кристалле с краевой дислокацией. Для создания винтовой дислокации сдвиг осуществляется по вертикале на расстояние  $s$  (рисунок 3.3, *в*).

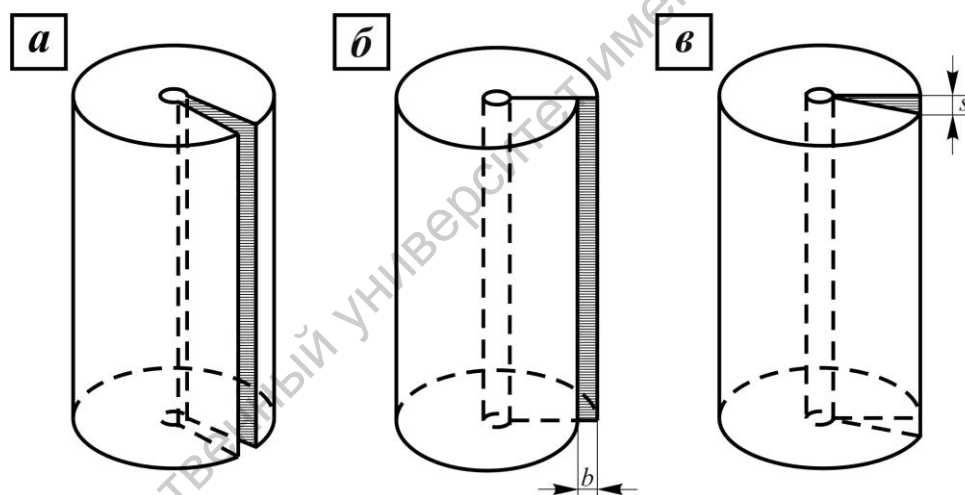


Рисунок 3.3 – Модель построения краевой и винтовой дислокаций в кристалле в приближении линейной теории упругости

### 3. Последовательность выполнения работы и обработка экспериментальных данных

Особые указания перед началом работы:

- пинцеты и подставку протереть ватным тампоном, смоченным четырёххлористым углеродом (четырёххлористый углерод хранить в плотно закрытой таре);
- работать в вытяжном шкафу в резиновых перчатках;
- брать пластинку пинцетом и только за край.

*а) Изготовление сферического шлифа*

Ознакомится с описанием работы и устройством установки.

Включить электроплитку с закрытой спиралью. Снять с установки держатель пластины, поместить его на электроплитку, дать прогреться до температуры плавления воска около 65°C.

Нанести на центр диска держателя воск. Дождавшись расплавления воска, наложить полупроводниковую пластинку в центр диска эпитаксиальным слоем (зеркальной стороной) наружу.

Снять держатель с пластиной с плитки пинцетом, охладить в течение 10 минут. Выключить плитку.

Перенести держатель с пластиной к установке шлифования. Закрепить его на установке таким образом, чтобы измеряемый участок структуры касался шара.

Закрепить прижимную пружину в положении, обеспечивающем прижим держателя с пластиной к шару, отрегулировать усилие его прижима к шару.

Нанести небольшое количество алмазной пасты на участок шара, касающейся пластины.

Включить в сеть 220 В установку шлифования. Провести шлифование в течение 10 – 15 минут, периодически удаляя загрязнённую пасту в чашку и нанося новую (время шлифования зависит от силы прижима и эффективности обновления абразива).

Выключить установку шлифования. Отвести держатель в сторону от шара, протереть шар и место шлифа на пластине ватой, смоченной  $CCl_4$ . Лунка от шара должна быть правильной формы, с чёткими краями, без глубоких царапин. Если шлиф неудовлетворительный, шлифовку повторить.

Включить электроплитку с закрытой спиралью и дать ей прогреться.

Снять со шлифовальной установки держатель с пластиной. Разогреть подставку с пластинкой на плите до размягчения воска. Отделить пинцетом пластину от держателя, уложить ее на фильтр, дать остыть до комнатной температуры.

Выключить электроплитку.

Установить держатель без пластины в шлифовальную установку.

Ватой, смоченной в  $\text{CCl}_4$ , снять с обратной стороны пластины крупные слои воска, при необходимости процедуру протирки повторить.

Поместить протертую пластинку в стакан (или керамическую чашечку) с  $\text{CCl}_4$  (или с бензолом) для окончательного обезжиривания. Выдержать в растворителе 10 – 15 мин, после чего достать, положив на фильтр, протереть сухим ватным тампоном.

#### *b) Декорирование шлифа*

**Работу по декорированию шлифа проводить в защитной спецодежде, в резиновых перчатках, очках, в вытяжном шкафу с соблюдением всех мер безопасности при работе с сильными кислотами. Убедиться в наличии нейтрализующих растворов и аптечки на рабочем месте, а также воды в системе водоснабжения.**

С помощью пипетки нанести на шлиф одну каплю травителя для кремния  $\text{HF} : \text{HNO}_3 : \text{H}_2\text{O}$  (1 : 4 : 5), выдержать до появления заметной границы между центром и краем шлифа. Можно воспользоваться микроскопом предварительно полностью смыть травитель в проточной водой и насухо протерев образец.

Промыть шлиф проточной водой и высушить фильтром. Поместить пластину на сухом фильтре под включённую настольную лампу (рекомендуется использовать лампу накаливания мощностью 75 – 100 Вт, и размещать образец на расстоянии 20 – 30 см от лампы).

С помощью пипетки нанести на шлиф одну каплю свежего раствора для меднения ( $\text{CuSO}_4 : \text{HF} = 1 : 1$ ) и выдержать его при освещении до высаживания слоя меди красного цвета. По мере подсыхания добавлять раствор в лунку по капле. Время осаждения может составлять 10–20 минут.

Добившись необходимого слоя осаждённой меди (осевший металл должен выделить две области шлифа: подложку и слой), шлиф промыть проточной водой и осторожно высушить фильтром.

В результате высаживания меди должна наблюдаться картина представленная на рисунок 3.1, б. На ней должны быть отчетливо видны границы *n* и *p* областей.

Примечание: Если медь не высаживается или высаживается очень медленно, можно применить электрохимическое осаждение меди при освещении.

Для этого:

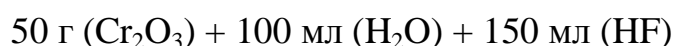
- положительный электрод (чистую медную проволоку диаметром 0,2-0,5 мм) ввести в каплю раствора для меднения, нанесённого в лунку;
- отрицательный электрод (любой проводник) прижать к *n*-области эпитаксиальной структуры (можно положить подложку на фольгу, электрически соединённой с «-» батареи);
- к электродам подключают батарею напряжением 1,2 – 3,6 В.

*с) Расчёт толщины эпитаксиального слоя*

Пользуясь шкалой окуляра микроскопа, измерить радиусы внутренней и наружной окружностей  $R_1$  и  $R_2$ . Рассчитать искомую толщину эпитаксиального слоя по формуле (3.2).

*д) Получение фигур травления*

Для выявления дефектов упаковки используется травитель следующего состава:



Травление производят следующим образом:

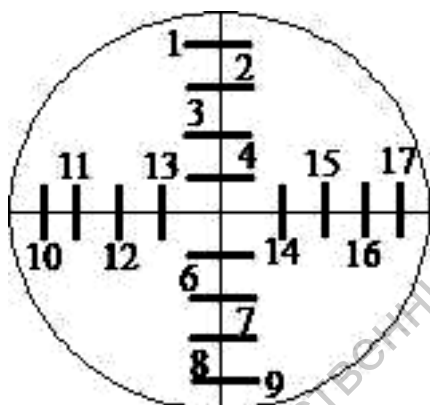
- наливают во фторопластовую посуду 40 мл травителя;
- опускают в чашку с травителем пластину так, чтобы вся поверхность была покрыта травителем;

- травление пластины проводят в течение 20 секунд при комнатной температуре;
- по истечении времени травления пластину извлекают пинцетом с фторопластовым наконечником из травителя;
- пластину тщательно промывают водой и высушивают фильтровальной бумагой.

*е) Определение плотности дефектов упаковки и дислокации*

Плотность дислокаций и дефектов упаковки определяется путем визуального наблюдения в микроскопе МИМ-7 пластины кремния, подвергнутой селективному травлению, и подсчёта числа фигур травления.

Просмотр поверхности пластин ведётся с помощью металлографического микроскопа МИМ-7. Подсчёт количества дефектов



осуществляется по всему полю зрения. Ограничить поле зрения диаграммы до минимума, считать её почти кругом. Определить диаметр поля зрения  $D$  с помощью объектомикрометра (ОМО). Рассчитать площадь поля зрения по формуле:

$$S = \frac{\pi D^2}{4}. \quad (3.3)$$

Исследуются 17 участков пластины, лежащих на двух взаимно перпендикулярных линиях, проходящих через центр пластины, при этом точки на этих линиях должны находиться на одинаковом расстоянии от центра пластины. Крайние точки измерения должны отстоять на 4 мм от края образца. Плотность дислокаций рассчитывается как среднее арифметическое из 17 измерений отнесённое к площади поля зрения микроскопа.

В качестве *дефектов упаковки* следует считать одинаковые по размерам фигуры травления:

- для ориентации  $[111]$  – в виде чётко очерченных тёмных треугольников, прямых отрезков и V-образных линий;
- для ориентации  $[100]$  – в виде равносторонних четырёхугольников (квадратов), недостроенных четырёхугольников.

В качестве *дислокаций* следует считать одинаковые по размерам фигуры травления:

- для ориентации  $[111]$  – тёмные трёхгранные пирамиды с вершиной в центре (линии скольжения, представляющие ряд тёмных треугольников, расположенных в направлении  $[110]$ , входят в общий подсчёт средней плотности дислокаций по пластине);
- для ориентации  $[100]$  – тёмные вытянутые четырёхугольные, либо округлые фигуры травления.

#### **4. Вопросы для подготовки к работе и самопроверки**

1. Описание структуры материалов. Её влияние на свойства материалов.
2. Этапы подготовки шлифов к микроскопическому исследованию.
3. Метод сферического шлифа для измерения толщины слоёв.
4. Что такое дислокации в кристаллах? Виды дислокаций.
5. Каким образом можно определить плотность дислокаций в материале?
6. Чем определяется геометрия ямок травления?



## 5. Рекомендуемая литература

### Основная литература:

1. Технология, конструкции и методы моделирования кремниевых интегральных микросхем: учеб. пособие : в 2 т. / под общ. ред. Ю. А. Чаплыгина. – Ч. 1: Технологические процессы изготовления кремниевых интегральных схем и их моделирование / М.А. Королёв, Т.Ю. Крупкина, М.А. Ревелева. – Москва: БИНОМ. Лаб. знаний, 2010. – 396 с.

### Дополнительная литература:

1. Технология производства полупроводниковых приборов: учеб. пособие / А.И. Курносков, В.В. Юдин. – Москва: Высш. шк., 1974. – 400 с.
2. Брандон Д. Микроструктура материалов. Методы исследования и контроля: учеб. пособие / Д. Брандон, У. Каплан; пер. с англ. под ред. С.Л. Баженова; доп. О.В. Егоровой. – Москва: Техносфера, 2004. – 377 с.