

УДК 620.1.08: 537.533.2

Неразрушающий контроль изделий с прецизионными поверхностями на основе методов зондовой электрометрии

Non-destructive testing of the samples with precision surface on the base of probe electrometry technique

Воробей Р.И., Гусев О.К., Дубаневич А.В., Жарин А.Л., Пантелеев К.В.,
Свистун А.И., Тявловский А.К., Тявловский К.Л.

*Vorobey R.I., Gusev O.K., Dubanevich A.V., Zharin A.L., Pantsialeyeu K.U.,
Svistun A.I., Tyavlovsky A.K., Tyavlovsky K.L.*

В настоящей работе рассмотрены принципы контроля прецизионных поверхностей изделий из материалов различной физической природы (металлы, полупроводники, диэлектрики). На основе теоретического анализа и экспериментальных исследований предложено использование принципа многопараметрических измерений применительно к односигнальной измерительной модели. Такой принцип позволяет произвести контроль в условиях недостаточной информативности о свойствах изделия и реализуется на основе модифицированного алгоритма измерений, обеспечивающего автоматический выбор модели объекта контроля.

The principles of verification of precision surfaces of various physical nature such as metals, semiconductors and dielectrics examined in the present study. The usage of the multiparametrical measuring principle with regard to the single-signal measurement model is proposed and explained based on theoretical and experimental research. For precision surfaces, this principle based on modified algorithm of measurements ensuring the automatic model selection of the object under test. This leads to test products with the lack of information about their properties.

Введение. Область применения зондовых зарядочувствительных методов неразрушающего контроля непрерывно расширяется от ставших уже традиционными исследований процессов адсорбции, контроля качества полупроводников и полимеров, свойств тонких пленок, визуализации пространственного распределения поверхностного заряда и шероховатости поверхности до измерения биопотенциалов [1, 2]. В ряде случаев, такие изделия относят к изделиям с прецизионными поверхностями [3], для которых, например, допускаются дефекты с размерами менее длины волны оптического зондирующего излучения, концентрация загрязнений с плотностью один атом примеси на 10^6 атомов поверхности основного вещества и прочее. Прово-

дятся исследования по использованию измерений работы выхода электрона (РВЭ), в частности, по контактной разнице потенциалов (КРП) в трибологии, включая исследования процессов усталости трущейся поверхности, окисления, деформации, фазовых переходов, изменений химического состава поверхности и прочее [1, 4]. Однако, в рамках существующих моделей формирования измерительного сигнала КРП, абсолютные значения электростатического потенциала и РВЭ не могут применяться для контроля качества прецизионных изделий в полной мере из-за сложности разграничения факторов, приводящих к изменению электропотенциального рельефа поверхности, при этом классификация неоднородностей оказывается затруднительна.

Преодоление низкого уровня метрологического обеспечения технических измерений параметров объектов с неопределенными состояниями [5] может быть достигнуто построением и реализацией односигнальных адаптационных моделей электрофизических измерений, совместимых с базовыми методами измерений. При этом односигнальной адаптационной моделью измерений считается модель взаимодействия объекта технических измерений и средств измерений, включающая все априорно известные возможные метрологические состояния объекта контроля [6]. Информативность контроля может быть существенно повышена путем использования дополнительных зондирующих воздействий [3], таких как освещение оптическим излучением различных длин волн, заряджение поверхности в коронном разряде, импульсное магнитное воздействие и другое, поскольку анализ динамики изменения потенциального рельефа поверхности во время и после воздействия позволяет получить дополнительную информацию о природе и свойствах объекта контроля, определять тип, а в ряде случаев – и физические параметры наиболее распространенных дефектов [7].

Метод исследований. В качестве базового метода измерений электрического потенциала поверхности выбран метод вибрирующего конденсатора, традиционно известный как метод Кельвина-Зисмана [4], основанного на регистрации изменений РВЭ или распределения пространственного потенциала поверхности объекта контроля зондовым неразрушающим способом. Непосредственно регистрируемой величиной при этом является КРП между зондом и поверхностью.

Основу реализующей методики контроля установки составляет устройство 3-х координатного перемещения, позволяющее позицио-

нировать зарядочувствительный преобразователь, источник заряжения поверхности (генератор коронного разряда) и источники оптического излучения для измерения фото-ЭДС на требуемой точке поверхности образца. В процессе измерения параметров пространственного распределения электрического потенциала производится двухкоординатное механическое перемещение отсчетного электрода над рабочей стороной объекта контроля с поддержанием зазора между зондом и исследуемой поверхностью в районе 0,1...0,5 мм.

Алгоритм измерения параметров объектов с неопределенными состояниями. Применение принципа многопараметрических измерений к односигнальной измерительной модели [5] позволяет реализовать контроль изделий в условиях недостаточности информации о свойствах объекта контроля и, например, в случае контроля изделий с прецизионными поверхностями может быть реализован на основе модифицированного алгоритма измерений (рисунок 1), обеспечивающего автоматический выбор модели объекта контроля.

Предварительное измерение в выбранной точке поверхности изделия при одном из нескольких возможных факторов воздействия вызывает изменение состояния поверхности контролируемого изделия. В зависимости от реакции объекта контроля на тот или иной фактор подключается соответствующая модель поверхности, затем проводятся измерения для выбранной области поверхности изделия.

Так, при наличии фото-ЭДС на поверхности объекта после воздействия на него подсветки выбирается модель поверхности полупроводника. При контроле изделий на основе полупроводниковых материалов (интегральные схемы, сенсоры, солнечные элементы) могут использоваться классические модели формирования электрического потенциала поверхности [8]. В процессе измерений поверхностной фото-ЭДС возможно разделение составляющих контактной разности потенциалов (КРП) по ее световым изменениям.

Нанесение заряда на поверхность в коронном разряде дает возможность разделить изделия без диэлектрического покрытия и с покрытием, следовательно, выбрать соответствующую модель и получить дополнительную информацию о поверхностных состояниях объекта контроля. По параметрам стекания заряда можно определить качество диэлектрика структуры окисел-полупроводник, толщину и заряд диэлектрика, его целостность, а также время рекомбинации и генерации, длину диффузии неосновных носителей, определить концентрацию легирующей примеси и т.д. в приповерхностных областях полупроводника.

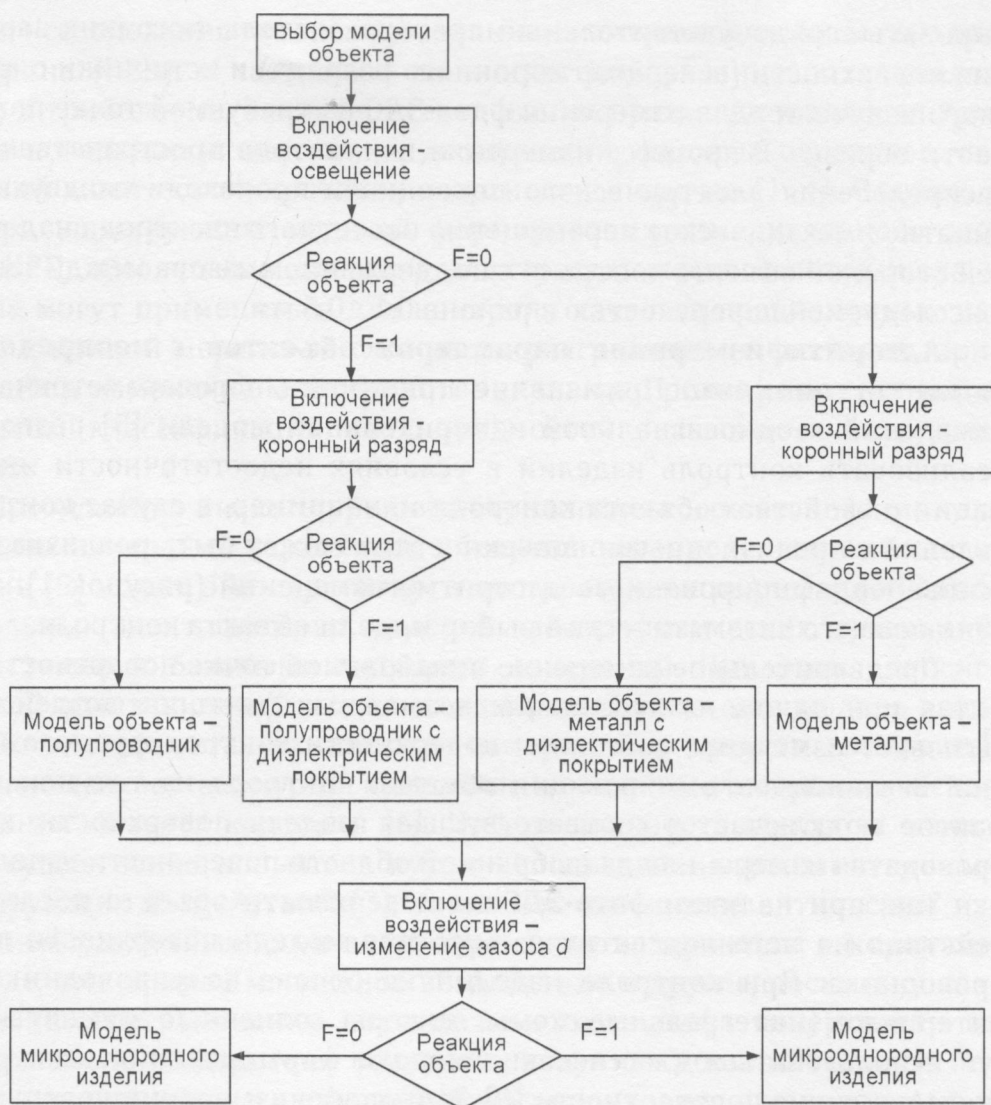
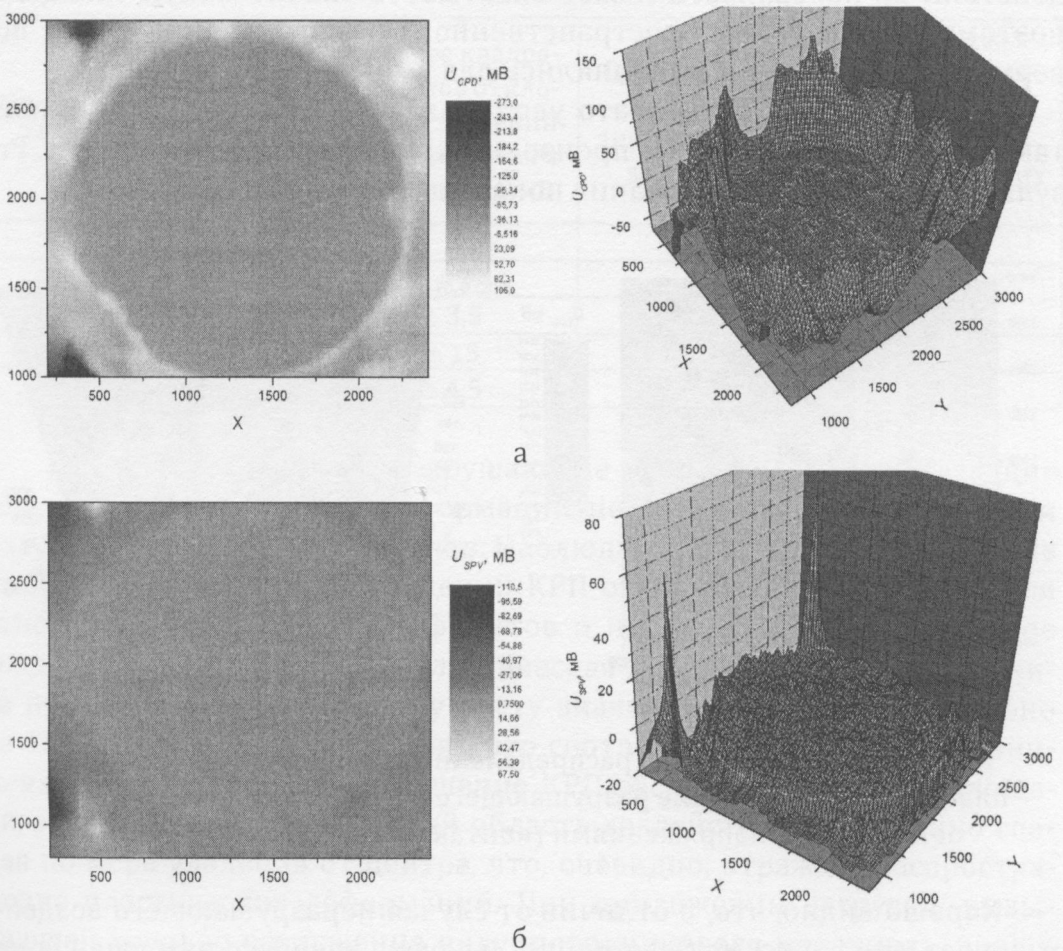


Рис. 1. Алгоритм выбора модели объекта измерения

В соответствии с алгоритмом выбора модели объекта измерения обеспечивает возможность измерения электрического потенциала поверхности различных типов объектов контроля в пределах одной процедуры измерения [5, 6].

Результаты исследований и их обсуждение. Для проверки применимости развиваемых в исследовании подходов к неразрушающему контролю прецизионных поверхностей методами зондовой электрометрии были выполнены экспериментальные исследования полупроводниковых, металлических и диэлектрических образцов при различных типах внешнего воздействия.

В первом случае для экспериментальных исследований использовались кремниевые полупроводниковые пластины марки ЭКС 0,01. Для анализа зависимости изменения распределения РВЭ образцы подвергались внешнему физическому воздействию путем механического давления на локальный участок поверхности образца. Усилие давления в эксперименте создавалось грузом и передавалось на поверхность полупроводниковой пластины через калиброванную опору – корундовый шарик с площадкой контакта $1 \times 10^{-7} \text{ м}^2$. Эксперимент осуществлялся в два этапа. На первом этапе образец подвергался неразрушающему воздействию (рисунок 2), на втором – разрушающему (рисунок 3).



а – пространственное распределение КРП

б – пространственное распределение поверхностной фото-ЭДС

Рис. 2. Состояние полупроводниковой пластины ЭКС 0,01 после неразрушающего воздействия (контактное давление 10 МПа)

Дополнительно выполнялось исследование пространственного распределения изгиба энергетических зон полупроводниковых объектов контроля. Последнее оценивалось по величине поверхностной фото-ЭДС, определяемой как разность КРП в темноте и при интенсивном освещении поверхности [9]. Для наглядности пространственное распределение КРП (рисунок 2-а) и поверхностной фото-ЭДС (рисунок 2-б) представлены как в виде «плоского» визуализированного изображения (карты распределения), так и в форме трехмерного графика.

Поскольку кремниевая пластина ЭКС 0,01 имеет монокристаллическую структуру, распространение деформаций при локальном воздействии на поверхность может охватывать значительную площадь, поэтому исследования пространственного распределения КРП и поверхностной фото-ЭДС выполнялись для всей площади образца.

Далее нагрузка ступенчато увеличивалась. При достижении контактного давления 100 МПа произошел хрупкий надлом пластины. Результаты данного исследования показаны на рисунке 3.

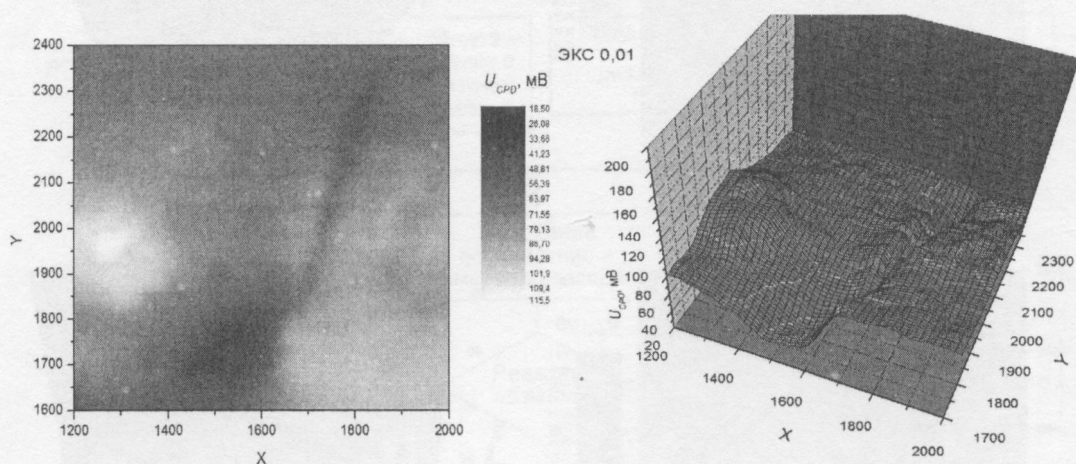


Рис. 3. Пространственное распределение КРП полупроводниковой пластины ЭКС 0,01 после разрушающего воздействия с локальными остаточными напряжениями (контактное давление 100 МПа)

Хорошо видно, что, в отличие от случая неразрушающего воздействия без пластических деформаций и случая хрупкого разрушения на визуализированном изображении потенциального рельефа, наблюдаются значительные неоднородности в окрестности точек воздействия, что указывает на наличие локализованных остаточных деформаций. Для всех полученных распределений КРП и поверхностной фото-ЭДС были определены основные статистические характеристики

распределения, а именно математическое ожидание потенциала поверхности и изгиба энергетических зон и средние квадратические отклонения. Результаты расчетов сведены в таблицу 1. Для случая разрушающего воздействия, приведшего к раскалыванию полупроводниковой пластины, средние значения потенциала рассчитывались отдельно для каждого осколка, поскольку их значения оказались существенно различными. Во всех остальных случаях статистические характеристики рассчитывались по области сканирования.

Табл. 1. Изменения электростатического потенциала поверхности кремниевой пластины после механического воздействия на поверхность

Давление, МПа	Среднее значение потенциала поверхности $U_{крп}$, мВ	Среднее квадратическое отклонение значений поверхностного потенциала, мВ	Среднее значение изгиба энергетических зон ΔE , мэВ	Среднее квадратическое отклонение значений изгиба энергетических зон, мВ
1	2	3	4	5
0	- 18	± 2	- 10	± 2
10	- 20	$\pm 3,5$	- 10	± 2
50	110	± 15	-	-
100	- 48 / - 80	$\pm 4,5$	- 5	± 2

Можно видеть, что неразрушающие воздействия, не создающие остаточных пластических деформаций, не изменяют РВЭ поверхности полупроводниковых материалов. Наблюдаемые на рисунке 2-а резкие отклонения измеренных значений КРП от среднего для поверхности относятся на счет краевых эффектов и не характеризуют оказанное воздействие. В то же время, пластическая деформация полупроводника приводит к значительному росту значений КРП (приблизительно на 150 мВ в точке воздействия), что соответствует локальному понижению РВЭ на 150 мэВ. Повышение КРП распространяется на площади, значительно превышающей область воздействия, постепенно спадая по мере удаления от центра, что, очевидно, отражает распространение пластических деформаций. При приложении нагрузки, вызывающей хрупкое разрушение полупроводникового материала, происходит релаксация потенциала поверхности, причем его значения после релаксации в эксперименте оказались несколько ниже, чем до разрушения. Возможным объяснением данного эффекта является снятие при разрушении внутренних механических напряжений, изначально имевшихся в монокристалле. Существенного изменения при-

поверхностного изгиба энергетических зон во всех проведенных измерениях не отмечено, что указывает на распространение изменений на достаточно значительную (более Дебаевской длины экранирования) глубину полупроводникового материала, а не только на поверхностный слой.

Во втором эксперименте исследовались закономерности формирования параметров РВЭ и электростатического потенциала полупроводниковых материалов и структур после воздействия другого типа, а именно высокотемпературного отжига на воздухе, сопровождающегося окислением поверхности полупроводника и формированием термических напряжений. Основные количественные результаты данных исследований сведены в таблицу 2. Исследуемыми образцами являлись пластины со структурой кремний-диэлектрик диаметром 10 см той же марки ЭКС 0,01, что позволяет сопоставлять результаты этих исследований с данными таблицы 1.

Табл. 2. Изменения электростатического потенциала поверхности кремниевой пластины с диэлектрическим покрытием после технологических операций термической обработки

Идентификационный № пластины	Вид операции	Среднее значение потенциала поверхности $U_{крп}$, мВ	Среднее квадратичное отклонение значений поверхностного потенциала, мВ	Среднее значение изгиба энергетических зон ΔE , мэВ	Среднее квадратичное отклонение значений изгиба энергетических зон, мВ
1	2	3	4	5	6
10	(исходный кремний)	- 169,4	$\pm 4,5$	- 16,7	$\pm 1,7$
09	Отжиг 1200 °С, 6 ч.	- 158,7	$\pm 5,6$	- 19,6	$\pm 12,5$
08	LOCOS 1000 °С, 3...4 ч.	- 159,1	$\pm 7,4$	- 23,1	$\pm 3,1$
19	Эпитаксия	132,2	± 13	- 17,4	$\pm 1,8$
23	Эпитаксия	88,8	± 36	9,7	$\pm 2,5$

Из данных таблицы 2 видно, что операции термической обработки несколько повышают регистрируемые значения поверхностного потенциала, а также приводят к росту неоднородностей, в первую

очередь, за счет развития механических напряжений в структуре, вероятно, вследствие неоднородности температурного поля в процессе температурного воздействия. Неоднородность изгиба энергетических зон также возрастает, вероятно, за счет роста числа ловушек на границе раздела. Операция эпитаксии приводит к резкому изменению поверхностного потенциала за счет изменения химического состава поверхности. Вследствие этого данные результаты не могут быть напрямую использованы для анализа закономерностей формирования параметров РВЭ и электростатического потенциала полупроводниковых материалов и структур после воздействий, связанных с искажениями кристаллической решетки полупроводника. В то же время, однородность химического состава эпитаксиального слоя, оцениваемая по изгибу энергетических зон, оказывается выше, чем у поверхности термообработанных пластин со структурой кремний-диэлектрик.

В третьем случае в рамках экспериментальных исследований методика неразрушающего контроля была применена для исследования состояния и выявления дефектов прецизионных поверхностей после финишной обработки алмазным наноточением. Исследуемые образцы представляли собой рабочие зеркала для мощного лазера из алюминиево-магниевого сплава. Всего исследованию были подвергнуты два образца, прошедшие одинаковую обработку, но с разной степенью шероховатости поверхности: у одного образца качество обработки соответствовало зеркальной полировке, а у другого – матированной поверхности. В остальном физические свойства поверхности (микротвердость, коэффициент отражения, отклонение от плоскостности) оценивались как примерно одинаковые.

Результаты контроля образца с зеркальной полировкой (14 класс чистоты) приведены на рисунке 4. Математическое ожидание КРП поверхности составляет 296 мВ, а полуширина гистограммы распределения 12 мВ (рисунок 4-б). Таким образом, однородность электрофизических свойств поверхности и в целом качество ее обработки можно оценить как исключительно высокое.

Для образца с большим параметром шероховатости (10 класс чистоты, рисунок 4-б) математическое ожидание КРП поверхности составило 290 мВ, а отклонения распределения значений КРП – 22 мВ. Таким образом, исследования показывают, что различия шероховатости поверхности прямо не сказываются на величине РВЭ. В то же время, более грубая (по показателю шероховатости) обработка дает меньшую однородность электрофизических свойств поверхности, что проявляется в увеличении полуширины гистограммы распределения значений КРП.

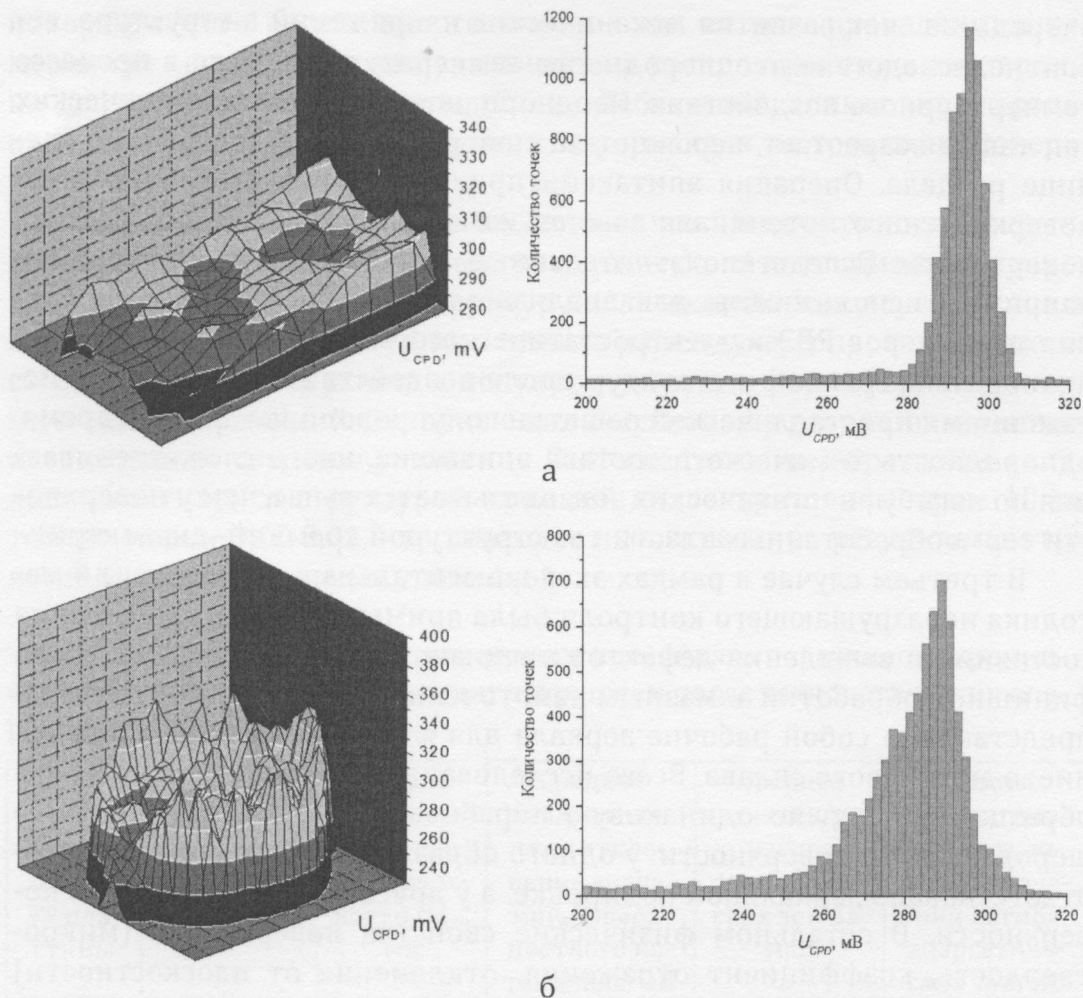


Рис. 4. Результаты контроля поверхности образца из алюминиево-магниевого сплава после алмазного точения:
 а – 14 класс чистоты; б – 10 класс чистоты

В четвертом случае методика неразрушающего контроля была опробована на непроводящих материалах с диэлектрическими свойствами. Высокоэнергетическое воздействие в случае диэлектриков характеризуется созданием на поверхности и в приповерхностных слоях материала электрических зарядов. Следует отметить, что механизмы статической электризации могут быть связаны как с непосредственным осаждением или внедрением в поверхность диэлектрика заряженных частиц при воздействии ионными пучками и/или электрическими разрядами, так и с процессами внутреннего трения при деформации диэлектрического материала либо, в случае контактной

обработки, с процессами установления и разрыва контакта обрабатываемого материала с инструментом [10, 11].

В качестве экспериментальных образцов использовался коммерческий полимерный композит Exceed 1018. Высокоэнергетическое воздействие имитировалось электризацией трением. Исследования выполнялись в два этапа (рисунок 5).

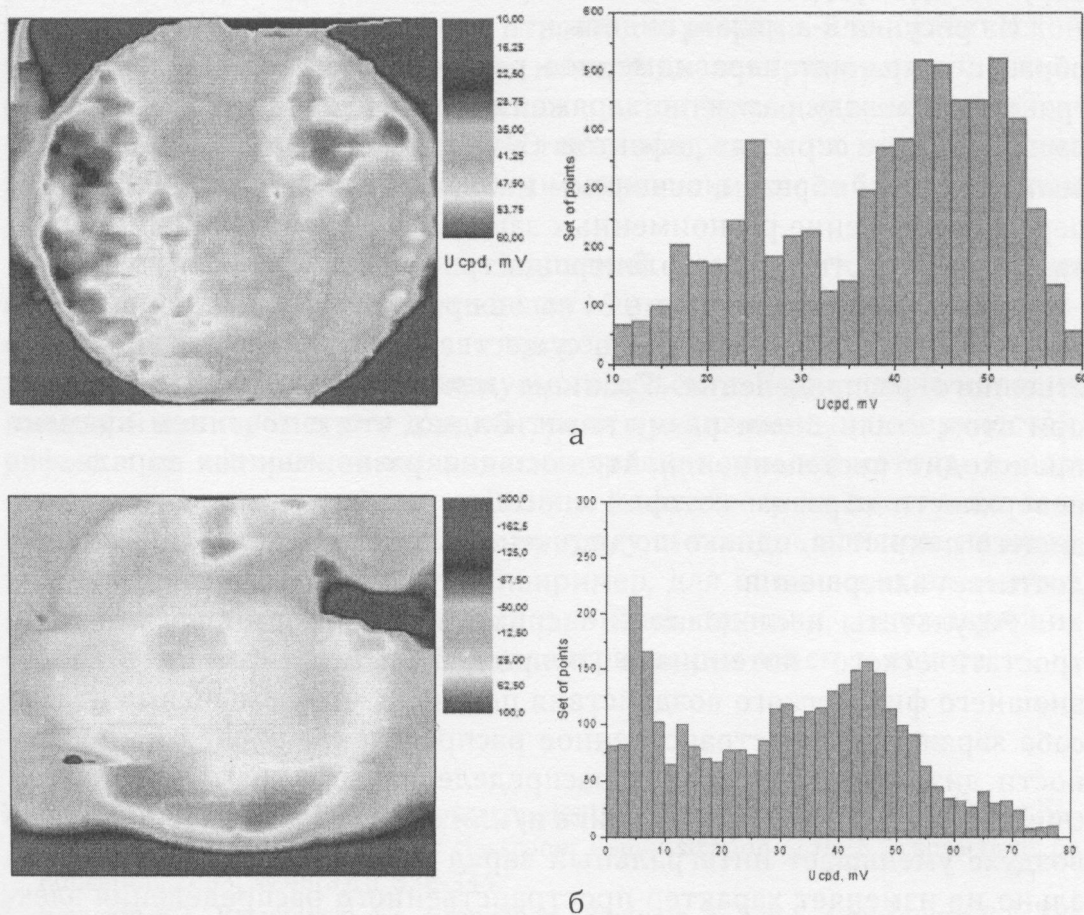


Рис. 5. Распределение электростатического потенциала поверхности материала Exceed 1018: а – при нейтрализации в течение 1 ч, б – при нейтрализации в течение 24 часов

На первом этапе (рисунок 5-а) образцы погружались в изопропиловый спирт (ExxonMobil IPA, РБ) и выдерживались в нем в течение 24 часов, далее образцы нормализовались в течение 1 часа в комнатных условиях. Для обеспечения условий стекания электрического заряда на поверхность образца, контактирующую с заземленным предмет-

ным столиком, наносилось электропроводящее покрытие (электропроводящий клей «Контактол», производства Keller, РФ). По завершению процедуры подготовки образцов к эксперименту осуществлялось сканирование их электрофизических свойств.

На втором этапе (рисунок 5-б) процедура подготовки образцов повторялась, однако образцы нормализовались в комнатных условиях окружающей среды в течение 24 часов.

Из рисунка 5-а можно видеть, что после нормализации на воздухе образец сохраняет неравномерное распределение заряда с резкими границами между различно заряженными областями, отражающими распределение скрытых дефектов. Суммарный заряд поверхности невелик и, таким образом, основным наблюдаемым эффектом является перераспределение разноименных зарядов между отдельными участками поверхности в целом электронейтрального диэлектрика.

Нейтрализация в течение 24 часов привела к уменьшению общего уровня заряда, но не изменила существенно характер его пространственного распределения. Границы между дефектными областями при этом стали более размытыми. Видно, что с течением времени происходит постепенная нейтрализация разноименных зарядов на поверхности образца, которой способствует наличие электропроводящего покрытия, однако по истечении 24 часов данный процесс не достигает завершения.

Результаты исследований закономерности формирования электростатического потенциала непроводящих поверхностей после внешнего физического воздействия показали, что независимо от способа заряжения, пространственное распределение заряда на поверхности диэлектрика отражает распределение его скрытых дефектов. Очистка поверхности диэлектрика и/или его длительная выдержка на воздухе уменьшает интегральный заряд поверхности, но принципиально не изменяет характер пространственного распределения электростатического потенциала.

Заключение. Из-за различий физических свойств приповерхностных слоев изделий с прецизионными поверхностями, или даже их отдельных частей, такие изделия должны рассматриваться как объекты в неопределенном состоянии. Процедура измерения свойств поверхности таких объектов должна строиться на основе алгоритма односигнальных многопараметрических измерений. Данный алгоритм может быть реализован на основе полунатурной схемы измерения, когда часть информации об объекте контроля заменяется его моделью. Соответствие объекта контроля одной из моделей может быть

определено на основании вида зависимости измерительного сигнала от избранного внешнего фактора.

В качестве внешних факторов неразрушающего воздействия на образец могут использоваться освещение, заряджение поверхности коронным разрядом, нагрев образца. При этом проявление эффекта поверхностной фото-ЭДС указывает на необходимость использования модели полупроводниковой поверхности, изменение поверхностного потенциала под воздействием коронного разряда или статической электризации – на использование модели диэлектрика или поверхности проводника с диэлектрическим покрытием, изменение поверхностного потенциала под воздействием нагрева – на использование модели поверхности с химическими загрязнениями либо встроенным зарядом.

Результаты настоящих исследований могут быть использованы при уточнении модели соответствующих поверхностей, совершенствовании методик контроля, а также введении новых факторов воздействия на поверхность исследуемого объекта. Применение методик зондовой электрометрии для контроля прецизионных поверхностей, дефекты на которых не выявляются традиционными методами, позволяет не только определять наличие дефектов и их пространственную локализацию, но также и их природу, и степень влияния на параметры формируемых структур, например, для оптических элементов лазерных систем, приборов электронной техники, использующих управление состоянием прибора электрическим полем, и другое.

ЛИТЕРАТУРА

1. Klein U., Vollmann W., Paulo A. Contact potential differences measurement: Short history and experimental setup for classroom demonstration. – IEEE Transactions on Education, 2003, № 46(3), p. 338-344.
2. Baytekin H.T., Patashinski A.Z., Branicki M., Baytekin B., Soh S., Grzybowski B.A. The mosaic of Surface Charge in Contact Electrification. – Science, 2011, v. 333, p. 308–312.
3. Моррисон С. Химическая физика поверхности твердого тела.– М.: Мир, 1980. – 488 с.
4. Жарин А.Л. Метод контактной разности потенциалов и его применение в трибологии. – Мн.: Бестпринт, 1996. – 240 с.
5. Воробей Р.И., Гусев О.К., Жарин А.Л., Свистун А.И., Тявловский А.К., Тявловский К.Л. Методология и средства измерений параметров объектов с неопределенными состояниями. – Минск: БНТУ, 2010. – 586 с.
6. Гусев О.К., Тявловский А.К., Тявловский К.Л., Воробей Р.И., Свистун А.И., Ананчиков И.А. Многопараметрические измерения электрического потенциала

- поверхности с использованием адаптивной односигнальной модели. – Метрология и приборостроение, 2008, № 2, с. 27-32.
7. Markus J. Buehler. Atomistic modelling of materials failure. – New York: Springer, 2008. – 492 p.
 8. Федоров В.К., Сергеев Н.П., Кондрашин А.А. Контроль и испытания в проектировании и производстве радиоэлектронных средств. – Москва: Техносфера, 2005. – 504 с.
 9. Shuji, H. Surface state bands on silicon as electron systems in reduced dimensions at atomic scales. – Journal of Physics: Condensed Matter, 2000, v. 12, № 35, p. 463-495.
 10. Белый В.А., Свириденко А.И., Петроковец В.Г. Савкин М.И. Трение полимеров. / Под общ. ред. Д.Н. Гаркунова. – М.: Наука, 1972. – 202 с.
 11. Davies D.K. Charge generation of dielectric surfaces. – Journal of Physics D: Applied Physics, 1969, №2, p. 1533-1537.

Статья поступила в редакцию 15.03.16

2