

**НАЦІОНАЛЬНИЙ ТЕХНІЧНИЙ УНІВЕРСИТЕТ УКРАЇНИ
«КИЇВСЬКИЙ ПОЛІТЕХНІЧНИЙ ІНСТИТУТ
імені ІГОРЯ СІКОРСЬКОГО»**

Факультет електроніки

(повна назва інституту/факультету)

Кафедра мікроелектроніки

(повна назва кафедри)

«На правах рукопису»

УДК _____

«До захисту допущено»

В.о.завідувача кафедри

_____ **Анатолій ОРЛОВ**

(підпис)

(ім'я, ПРІЗВИЩЕ)

“ ____ ” _____ 20__ р.

Магістерська дисертація

на здобуття ступеня магістра

зі спеціальності 153 Мікро- та наносистемна техніка

(код і назва)

на тему: «Пробопідготовка зразків для металографічного контролю якості»

Виконав : студент 2 курсу, групи ДП-01мп

(шифр групи)

Абраїмов Олексій Валерійович

(прізвище, ім'я, по батькові)

(підпис)

Науковий керівник доц. к.т.н., Верцанова О.В.

(посада, науковий ступінь, вчене звання, прізвище та ініціали)

(підпис)

Консультант з нормоконтролю доц., к.ф.-м.н., с.н.с.

Георгій СВЄЧНИКОВ

(підпис)

Консультант з інформаційних питань доц., к.т.н. Діденко Ю.В.

(підпис)

Рецензент _____

(посада, науковий ступінь, вчене звання, прізвище та ініціали)

(підпис)

Засвідчую, що у цій магістерській дисертації немає запозичень з праць інших авторів без відповідних посилань.

Студент _____

(підпис)

Київ – 2021 року

**Національний технічний університет України
«Київський політехнічний інститут
імені Ігоря Сікорського»**

Інститут (факультет) Факультет електроніки _____
(повна назва)

Кафедра Мікроелектроніки _____
(повна назва)

Рівень вищої освіти – другий (магістерський)

Спеціальність 153 – Мікро- та наносистемна техніка _____
(код і назва)

ЗАТВЕРДЖУЮ
В.о. завідувача кафедри

_____ Анатолій ОРЛОВ
(підпис) (ім'я, ПРІЗВИЩЕ)

«__» _____ 20__ р.

ЗАВДАННЯ
на магістерську дисертацію студенту
Абраїмов Олексій Валерійович
(прізвище, ім'я, по батькові)

1. Тема дисертації Пробопідготовка зразків для металографічного контролю якості,
науковий керівник дисертації доц. к.т.н., Верцанова О.В. _____ ,
(прізвище, ім'я, по батькові, науковий ступінь, вчене звання)

затверджені наказом по університету від «__» _____ 20__ р. № _____

2. Термін подання студентом дисертації _____

3. Об'єкт дослідження багатошаровий керамічний конденсатор _____

4. Предмет дослідження визначення основних характеристик, необхідних для
металографічного аналізу та розробка методики пробопідготовки зразка. _____

5. Перелік завдань, які потрібно розробити 1. Пошук та ознайомлення з
літературними джерелами за темою магістерської дисертації. 2. Визначення
основних методів оптичної мікроскопії. 3. Вивчення методів пробопідготовки,
дослідження та контролю. 4. Розробка методики пробопідготовки багатошарового

конденсатору для подальшого металографічного аналізу. 5. Аналіз отриманих результатів та написання магістерської дисертації.

6. Орієнтовний перелік ілюстративного матеріалу оптичне зображення поперечного розрізу керамічного багатошарового конденсатору.

7. Орієнтовний перелік публікацій _____

8. Консультанти розділів дисертації*

Розділ	Прізвище, ініціали та посада консультанта	Підпис, дата	
		завдання видав	завдання прийняв

9. Дата видачі завдання 09.09.2021

Календарний план

№ з/п	Назва етапів виконання магістерської дисертації	Термін виконання етапів магістерської дисертації	Підпис керівника
1	Пошук та ознайомлення з літературними джерелами за темою магістерської дисертації	09.09.2021 – 20.09.2021	
2	Визначення основних методів оптичної мікроскопії.	21.09.2021 – 30.09.2021	
3	Вивчення методів пробопідготовки, дослідження та контролю.	01.10.2021 – 18.10.2021	
4	4. Розробка методики пробопідготовки багатошарового конденсатору для подальшого металографічного аналізу	19.10.2021 – 05.11.2021	
5	Аналіз отриманих результатів та написання магістерської дисертації	06.11.2021 – 30.11.2021	

Студент

_____ (підпис)

_____ (ім'я, ПРІЗВИЩЕ)

Науковий керівник дисертації

_____ (підпис)

_____ (ім'я, ПРІЗВИЩЕ)

РЕФЕРАТ

Магістерська дисертація викладена на 73 сторінках, вона містить 5 розділів, 15 ілюстрації, 22 таблиць та 29 джерела в переліку посилань.

Об'єктом дослідження є багат шаровий конденсатор. Предметом дослідження є визначення основних характеристик, необхідних для металографічного аналізу структури багат шарового конденсатору та визначення методу пробопідготовки.

Мета роботи – розробка методики пробопідготовки для отримання оптичного зображення багат шарового конденсатору.

В першому розділі описується поняття мікроскопії, її методи та принципи дії металографічного мікроскопа.

В другому розділі описані основні методи світлової мікроскопії, деякі методи порівнянні між собою, виведені позитивні та негативні сторони кожного з методів.

Третій розділ присвячений підготовці зразків для подальшого металографічного аналізу. Було розглянуто кожен з етапів пробопідготовки та розібрані проблеми, що можуть виникати на кожного з цих етапів.

В четвертому розділі описано процес отримання оптичного зображення керамічного багат шарового конденсатора. Розібрана методика підготовки такого зразка для металографічного контролю якості.

В п'ятому розділі описується розробка стартап проекту та оцінюється його рентабельність та конкурентоспроможність.

Ключові слова: металографічний аналіз, пробопідготовка, багат шаровий керамічний конденсатор.

ABSTRACT

The work is set out on 73 pages, it contains 5 chapters, 15 illustrations, 22 tables and 29 sources in the list of references.

The object of the work is a multilayer capacitor. The subject of the research is to determine the main characteristics required for metallographic analysis of the structure of the multilayer capacitor and to determine the method of sample preparation.

The purpose of the work is to develop a method of sample preparation to obtain an optical image of a multilayer capacitor.

The first section describes the concept of microscopy, its methods and the principle of operation of the metallographic microscope.

The second section describes the main methods of light microscopy, some methods are comparable, the positive and negative sides of each method.

The third section is devoted to the preparation of samples for further metallographic analysis. Each of the stages of sample preparation was considered and the problems that may arise at each of these stages were analyzed.

The fourth section describes the process of obtaining an optical image of a ceramic multilayer capacitor. The method of preparation of such a sample for metallographic quality control is analyzed.

The fifth section describes the development of a startup project and assesses its profitability and competitiveness.

Key words: metallographic analysis, sample preparation, multilayer ceramic capacitor.

ЗМІСТ

ПЕРЕЛІК УМОВНИХ ПОЗНАЧЕНЬ.....	7
ВСТУП.....	8
1.МІКРОСКОПІЯ ТА ЇЇ МЕТОДИ	10
1.1. Світлова та електронна мікроскопія.....	10
1.2. Принцип дії металографічного мікроскопа	11
2. МЕТОДИ СВІТЛОВОЇ МІКРОСКОПІЇ	15
2.1. Метод світлого поля та його різновиди.....	16
2.2. Метод темного поля і його різновиди	17
2.3. Метод фазового контрасту.....	19
2.4. Поляризаційна мікроскопія	21
2.5. Метод інтерференційного контрасту.....	23
2.6. Метод дослідження в світлі люмінесценції	25
3. ПІДГОТОВКА ЗРАЗКІВ ДЛЯ МЕТАЛОГРАФІЧНОГО АНАЛІЗУ	27
3.1. Металографічний аналіз.....	27
3.2. Етап пробопідготовки зразків	31
3.3. Металографічний контроль якості.....	42
4. ЕКСПЕРИМЕНТАЛЬНА ЧАСТИНА	45
5. РОЗРОБКА СТАРТАП ПРОЕКТУ	56
ВИСНОВКИ	69
ПЕРЕЛІК ДЖЕРЕЛ ПОСИЛАННЯ	71

ПЕРЕЛІК УМОВНИХ ПОЗНАЧЕНЬ

ІС – інтегральна схема;

λ – довжина хвилі світла;

A – числова апертура об'єктива;

n – показник заломлення речовини;

H – висота рельєфу;

ЗОР - змащувально-охолоджувальна рідина;

PG - вирівнювання поверхні;

FG - тонке шліфування.

ВСТУП

На сьогоднішній день виробництво електронних пристроїв прагне до портативності та мініатюризації. Комп'ютери, мобільні телефони, відео- та фотокамери вже не є такими великими та громіздкими, але вміщують набагато більше функцій. Мініатюризація компонентів стала можливою завдяки розвитку мікроелектроніки, яка в своїй основі містить інтегральні схеми (ІС). Сучасні ІС різко знизили потребу у окремих електронних компонентах. Переваги ІС перед провідними схемами полягають у значному зменшенні розміру та ваги, підвищенні надійності, нижчої вартості та поліпшенні характеристик схеми.

Але з зменшенням розміру електронних компонентів з'явилася проблема аналізу та тестування таких приладів. На допомогу цьому прийшли оптичні та електронні мікроскопи, що дозволяють забезпечити збільшення в 2-3 тисячі разів, дають можливість мікрокінозйомок і тривалого спостереження одного і того ж об'єкта, оцінку його структури та дефектів у ній. Нажаль, для правильного та результативного дослідження структури будь-якого зразка розміром в декілька мікрометрів недостатньо просто подивитись на неї через мікроскоп – необхідно застосувати найбільш відповідні методи світлової мікроскопії та, що найважливіше підготувати досліджуваний екземпляр. Саме для цього й розроблено спеціальні методи пробопідготовки зразку для подальшого металографічного аналізу, завдяки якому досліджують механічні, фізико-механічні, електричні та інші властивості макро- і мікроструктури металів. Однак і тут є проблема: на даному етапу розвитку сфери мікроелектроніки не існує універсальної методики пробопідготовки зразків, так як на вірогідність отримання якісного і чіткого зображення структури впливає велика кількість факторів. Основним завданням пробопідготовки є правильно підібрати обладнання, витратні матеріали для кожного з етапів пробопідготовки, послідовність та час перебування зразка на них, що грає

майже найважливішу роль. Результатом правильно розробленої методики буде отримане якісного зображення структури за якомога менший час.

Так як пробопідготовка є найважливішим етапом в металографічному аналізі, розробка та подальше вдосконалення методик підготовки зразків може не тільки прискорити процес виготовлення електронних компонентів, а й вирішити безліч проблем. Створення лінії тестування мікроелектронної продукції може суттєво знизити процент бракованих виробів. А можливість подальшого сервісного обслуговування продукції вирішить одразу 2 глобальні проблеми: знизить навантаження на виробництво, що дозволить виробникам ще більше концентруватись на виробництві нової вдосконаленої продукції; зробить продукт більш екологічним за рахунок того, що мікроелектронну продукцію можна буде використовувати повторно.

1.МІКРОСКОПІЯ ТА ЇЇ МЕТОДИ

1.1. Світлова та електронна мікроскопія

Мікроскопія – це сукупність методів застосування мікроскопів різної конструкції для дослідження будь-якого об'єкту. Мікроскопи, в свою чергу, поділяють на три основні групи: оптичні, електронні та сканувальні зондові [1].

Оптичні мікроскопи працюють за рахунок фокусування, дифракції і відбиття електромагнітних хвиль видимого діапазону на зразку. Різновидами оптичної мікроскопії є флуоресцентна, конфокальна, багатофотонна мікроскопія та ін.

Електронний мікроскоп схожий за принципом роботи, відмінність лиш в тому, що замість світлових хвиль використовуються потоки електронів із значно меншою довжиною хвилі, що дозволяє спостерігати об'єкти розміром навіть менше ніж 0,2 мікрометри. Розрізняють сканувальні та трансмісійні електронні мікроскопи. Сканувальний, або растровий електронний мікроскоп дає менше розділення (до 0,4 нанометра), але дозволяє створити тривимірне зображення поверхні досліджуваного об'єкту. Основною перевагою цих мікроскопів є широкий діапазон збільшення: від 10-кратного до 500 000 разів, що дозволяє створювати зображення як відносно великих, так і дуже дрібних об'єктів. Такі можливості досягаються за допомогою застосування точкового пучка електронів, який рухається по препараті, з наступним збиранням зображення поточною [1].

Сканувальні зондові мікроскопи використовують фізичний зонд, який рухається по поверхні зразка. В залежності від типу взаємодій зонду з поверхнею існує декілька десятків різновидів сканувальних зондових мікроскопів. Тунельний мікроскоп має роздільну здатність у десяті й соті частини нанометру, що дозволяє отримувати зображення окремих атомів у кристалічній ґратці твердого тіла. Його детектор визначає струми тунелювання, що виникають між зондом і атомами зразка. Атомний силовий

мікроскоп є вдосконаленням тунельного і здатен вимірювати значну кількість механічних і магнітних взаємодій, які здійснює зонд. Роздільна здатність атомно-силової мікроскопії також сягає розмірів окремих атомів.

Для вивчення мікрорізків використовуються різні методи досліджень і різні мікроскопи. Виділяють два напрямки мікроскопії: світлову і електронну. Кожне з них використовує свої методи, що відрізняються власними мінусами і плюсами. Світлова (або оптична) мікроскопія обмежена по розширенню та збільшенню одержуваної картини, але більш проста у використанні і не вимагає дорогого обладнання [2]. Електронна мікроскопія, в свою чергу, вимагає серйозних професійних знань і умінь, потребує складного та зазвичай дорогого обладнання, але зате забезпечує неперевершену деталізацію і найвище збільшення зображення [2]. Важливим моментом є те, що електронна мікроскопія не дозволяє спостерігати живі клітини, на відміну від світлової [2].

Щоб показати, наскільки велика різниця в дозволі, відзначимо, що метод світлової мікроскопії використовують для вивчення об'єктів розміром максимум до 400 нм, а метод електронної мікроскопії - до 1 нм ($1 \text{ нм} = 10^{-9} \text{ м} = 10^{-6} \text{ мм}$) [1]. Для аматорського або базового професійного рівня можливостей світлових методів цілком достатньо, а от серйозні дослідження проводяться вже за допомогою електронних.

1.2. Принцип дії металографічного мікроскопа

Метали, їх сплави і багато мінералів на відміну від біологічних об'єктів непрозорі для світла, тому зображення їх будови (структури) в світловому мікроскопі формується в результаті відображення і заломлення пучків світла, що йдуть від об'єкта через мікроскоп в око спостерігача. Для дослідження мікроструктури таких об'єктів зазвичай застосовують відображальний звернений мікроскоп, особливістю якого є те, що об'єктив виконує частину функцій освітлювача [5]. Назва «металографічний мікроскоп» - усталене, адже

за допомогою такого типу мікроскопу досліджують структури не тільки металів.

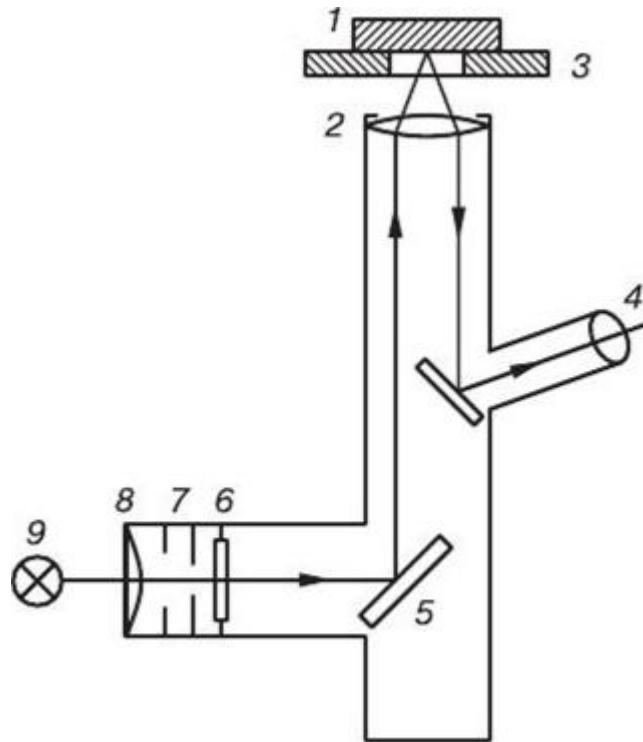


Рис. 1.1 – Структурна схема металографічного мікроскопа [6]

Світло від лампи 9 (рис. 1.1.) проходить через збиральну лінзу-колектор 8, апертурну і польову діафрагми 7 та світлофільтр 6, потім відбиваючись дзеркалом 5, через об'єтив 2 на об'єкт 1 [6]. При цьому об'єкт знаходиться над об'єктивом на предметному столі 3 та відбиває до фронтальної лінзи об'єктиву. При падінні пучка світла на поверхню об'єкта змінне електромагнітне поле світлової хвилі збуджує коливання електронів речовини, які, в свою чергу, випускають вторинні електромагнітні хвилі. Віддзеркалення і заломлення світла - результат інтерференції вторинних хвиль між собою і з первинної хвилею. Інтерференція когерентних хвиль - це посилення їх інтенсивності при накладенні збіжних по фазі і ослабленні (якщо хвилі знаходяться в протифазі), внаслідок чого виникають переміжні максимуми і мінімуми інтенсивності. У металів через металевий зв'язок, обумовлений електронним газом, вторинні хвилі, викликані коливаннями вільних електронів, дають сильну відбиту хвилю, що досягає 95% інтенсивності первинної хвилі.

Світлова, або оптична, мікроскопія - це один з основних методів дослідження часток, нерозпізнаних людським оком. Даний метод має широке поширення в медицині, фармакології, біології, металографії, криміналістиці та інших сферах [6].

Збільшення зображення в світловому мікроскопі забезпечується системою збірних лінз, розташованих в окулярі і об'єктиві. Але фізичні можливості оптичного мікроскопа обмежені хвильовою природою світла. Фізичні властивості світла - колір (довжина хвилі), яскравість (амплітуда хвилі), фаза, щільність і напрямок поширення хвилі змінюються в залежності від властивостей об'єкта [6]. Відмінності основних параметрів світла використовуються в сучасних мікроскопах для створення контрасту. Тобто, можна затвердити, що основними характеристиками будь-якого мікроскопа є роздільна здатність і контраст. Роздільна здатність це параметр, що вказує на мінімальну відстань, на якій знаходяться дві точки, які демонструються мікроскопом окремо. Дозвіл людського ока в режимі найкращого бачення дорівнює 0,2 мм [7]. Мікрочастинки, клітинні структури і дефекти поверхні мають розмір менше 100 мкм, тому для їх дослідження потрібне спеціальне обладнання. Для спостереження і вивчення подібних об'єктів і призначені мікроскопи різних типів. За допомогою мікроскопів визначають форму, розміри, будову та багато інших характеристик мікрооб'єктів. Оптичний мікроскоп дає можливість розрізняти структури з відстанню між елементами до 0,2 мкм [7].

Контраст зображення - це власно і є відмінність яскравості зображення і фону. Якщо ця різниця становить менше 3 - 4%, то його неможливо вловити ні оком, ні фотопластинкою, тоді зображення залишиться невидимим, навіть якщо мікроскоп дозволяє по своїм характеристикам побачити його деталі [7]. На контраст впливають не тільки властивості об'єкта, які змінюють світловий потік у порівнянні з фоном, а й здатність оптики зреагувати на відмінності у властивостях променю.

Спостережна система забезпечує збільшення розмірів об'єкта: корисне, марне і загальне. Спостережна система включає: об'єктиви, призму та окуляр монокулярної насадки. При використанні бінокулярної насадки до її складу входять призма і призменний блок.

Об'єктив служить для формування зворотного (перевернутого) дійсного зображення зразку. Це корисне збільшення, оскільки дозволяє побачити деталі, нерозрізнені неозброєним оком. Призма служить для зміни напрямку променів на 45 градусів, що полегшує роботу з мікроскопом [4]. Для розглядання отриманого зображення використовується окуляр, який дає пряме уявне збільшення, тобто використовується як лупа. Це марна («сліпе») збільшення, оскільки при використанні навіть найпотужніших окулярів не вдається побачити нові деталі зображення. Загальне оптичне збільшення мікроскопа дорівнює добутку збільшення об'єктива на збільшення окуляра.



Рис 1.2 – Приклад світлового мікроскопу та його компоненти [4]

Найбільш важливою частиною наглядової системи є об'єктив. До його найважливіших характеристик відносяться: корисне збільшення і роздільна здатність. Роздільна здатність а залежить від довжини хвилі світла і від апертури об'єктиву і обчислюється за формулою [4]:

$$\alpha = 0,61 \cdot \lambda / A, \quad (1)$$

де λ - довжина хвилі світла, $A = n \cdot \sin a$ - числова апертура об'єктива. В останній формулі: n - показник заломлення середовища, що знаходиться між зразком і фронтальною лінзою об'єктива, a - кут між оптичною віссю об'єктива і найбільш сильно відхиленим променем, що потрапляє в об'єктив [4].

Таким чином, чим менше довжина світла і чим більше апертура, тим вище роздільна здатність. Тому часто використовують сині світлофільтри для зменшення довжини хвилі світла. Для збільшення апертури між зразком і фронтальною лінзою об'єктива розміщують імерсійну середу: дистильовану воду ($n = 1,33$), гліцерин ($n = 1,45$) або імерсійне масло ($n = 1,51$). Зазвичай роздільну здатність (в мікрометрах) вказують для монохроматичного світла з довжиною хвилі 589 нм (жовто-оранжевий світло) [4].

2. МЕТОДИ СВІТЛОВОЇ МІКРОСКОПІЇ

Методи мікроскопії вибираються залежно від властивостей досліджуваних об'єктів, так як саме від досліджуваного об'єкта залежать головні світлові параметри, а щонайбільше контрастність зображення [7]. Методи світлової мікроскопії застосовують в наступних областях науки і промисловості:

- медицині та лабораторної діагностики;
- біології;
- металографії;

- мікроелектроніці;
- мінералогії, кристалографії;
- археології, геології;
- криміналістиці;
- харчової промисловості;
- ювелірній справі та ін.

2.1. Метод світлого поля та його різновиди

Метод світлого поля в прохідному світлі застосовується при вивченні прозорих зразків з присутніми в них частках, що можуть поглинати світло [9]. В основному такими зразками можуть бути частки зрізів тваринних або рослинних тканин, тонкі шліфи мінералів та інше. За відсутності зразку, луч світла з конденсора утворює рівномірно освітлене поле в області фокальної площини окуляра. Якщо в зразку є елемент, що поглинає світло, відбувається часткове поглинання і часткове розсіювання світла, падаючого на нього, що і є умовою появи зображення. Можливе застосування методу і при спостереженні непоглинаючих світло об'єктів за умови, що такий об'єкт розсіює світловий промінь з такою силою, щоб значна його частина ігнорувалась [9]. Цей метод є найпоширенішим видом мікроскопії у біології та медицині, використовується у шкільних мікроскопах.

Метод косого освітлення є подібним до попереднього методу. Відмінність цих двох методів полягає в тому, що в даному випадку світло від джерела на об'єкт надходить під великим кутом до напрямку спостереження. [9] Це робиться для того, щоб в деяких випадках виявити рельєфність об'єкту за рахунок утворення тіней від косого освітлення зразку. Утворення тіней від рельєфу зразка та збільшення ролі дифрагованих променів в такому методі дозволяє підвищити контрастність зображення. Тому косе освітлення застосовують в основному, якщо поверхня шліфа є доволі різкою, що запобігає утворенню тіней. Саме похиле освітлення досягається за рахунок косої світлової призми між об'єктом і напівпрозорою пластиною або за рахунок

зміщення відносно оптичної осі системи апертурними діафрагмами, обертання, що змінює площину падіння світла на об'єкт [6].

Метод світлого поля у відбитому світлі застосовується при дослідженні непрозорих відбиваючих світло об'єктів, наприклад шліфів металів або руд. Освітлення зразку (від освітлювача і напівпрозорого дзеркала) проводиться зверху, через об'єктив, який одночасно грає і роль конденсора [6]. У зображенні, створюваному в площині об'єктивом спільно з тубусною лінзою, структура зразку є видимою з-за відмінностей в здатності відражати її елементи; на світлому полі виділяються також неоднорідності, що розсіюють падаюче на них світло.

2.2. Метод темного поля і його різновиди

Темнопольна мікроскопія — метод отримання зображення в оптичних та електронних мікроскопах, при якому реєструється тільки світло, що розсіюється від досліджуваного зразка [6]. Як наслідок, зображення зразків виходить світлим на темному полі. Відсікання основного опорного пучка збільшує контрастність зображення, оскільки нема інтенсивного фону. Водночас, використання гірше сфокусованого розсіяного пучка зменшує роздільну здатність. Метод темного поля в прохідному світлі використовується для отримання зображень прозорих неабсорбуючих об'єктів, які не можуть бути видні, якщо застосувати метод світлого поля [10].

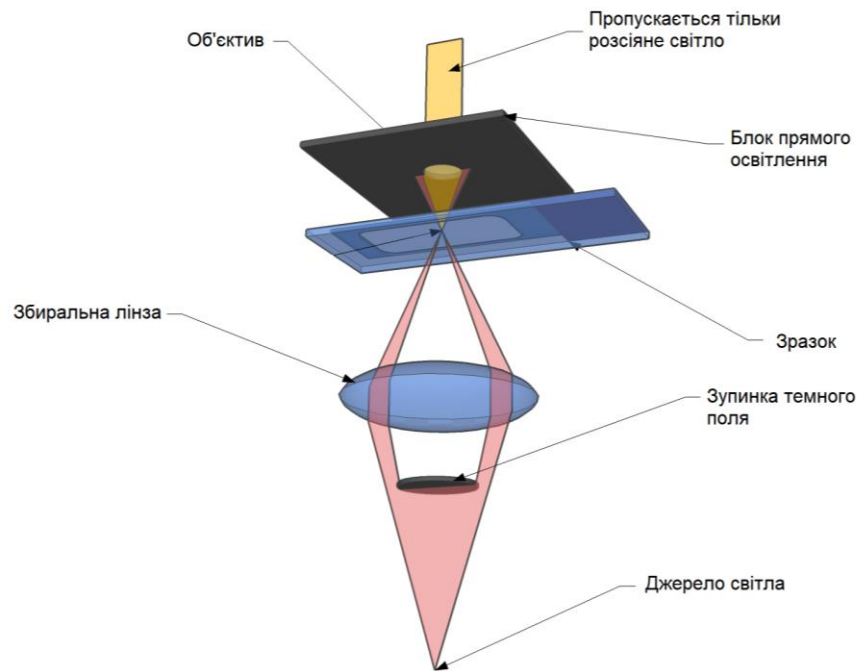


Рис 2.1 – Метод темного поля [10]

Світло від джерела і лінзи направляється на препарат конденсором спеціальної конструкції - так званим конденсором темного поля. Після виходу з конденсора основна частина променів світла, що не змінила свого напрямку при проходженні через лінзу, утворює пучок у вигляді порожнього конуса і не потрапляє в об'єктив, що знаходиться всередині цього конуса. Зображення в мікроскопі формується лише за рахунок невеликої кількості променів, що були розсіяні та попали в об'єктив. Така система створює косо освітлення об'єкта, при якому висвітлений пучок має набагато більшу апертуру, ніж в разі світлопольного освітлення. Метод темнопольного зображення є зворотним по відношенню до світлопольного, так як за допомогою такого методу можливо отримати висококонтрастні зображення, на яких чітко видно неметалічні включення, дефекти шліфу, зернисту структуру металу [6]. Однак доволі вагомим недоліком темнопольної мікроскопії є те, що отриманий розсіяний пучок надто слабкий, що вимагає сильних пучків, які в деяких ситуаціях можуть пошкодити зразок. Загалом, зображення, отримані у світлому й

темному полях часто не є простими негативами одне щодо іншого — на них видно різні деталі. Зазвичай обидва методи слід використовувати паралельно.

Темнопольна мікроскопія заснована на ефекті Тиндаля, за допомогою якого виявили частинки порошків в повітрі при висвітленні їх вузьким променем світла. Цей експеримент показує, що на темному фоні елементи структури зразку, показник заломлення яких відрізняється від середовища, виділяються світлими областями(рис. 2.2.):

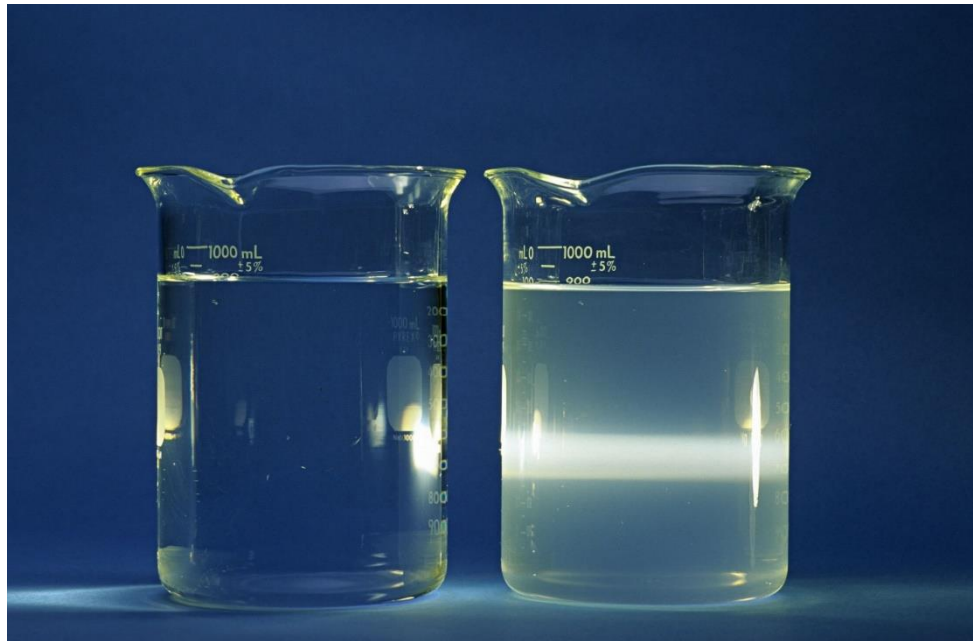


Рис 2.2 – Приклад ефекту Тиндаля [10]

Слід зазначити, що цей метод не дає інформації щодо прозорості, показника заломлення відносно оточуючого середовища, тому що у великих частках висвітлюються тільки краї лише світлі краї, розсіюючи світло [10].

2.3. Метод фазового контрасту

Фазово-контрастна мікроскопія — метод отримання зображення в оптичних мікроскопах, за яким зсув фази електромагнітної хвилі перетворюється в контраст інтенсивності [6]. Даний метод призначений для отримання зображень прозорих і безбарвних об'єктів, невидимих при спостереження за методом світлого поля. До таких належать, наприклад, живі

незабарвлені тварини тканини. Суть методу полягає в тому, що навіть при несуттєвих відмінностях в показниках заломлення різних елементів зразку світлова хвиля, що проходить через зразок, зазнає різних змін по фазі (набуває так званий «фазовий рельєф»), що перетворюються в зміни амплітуди світлової хвилі за допомогою спеціального оптичного пристрою [8]. Такі зміни вже можна помітити оком або зафіксувати на фоточутливому шарі. Якщо сказати простіше, в одержуваному видимому зображенні розподіл яскравості, тобто амплітуд, відтворює фазовий рельєф. Отримане таким чином зображення називається фазово-контрастним, приклади такого зображення наведені на рисунку 2.3:

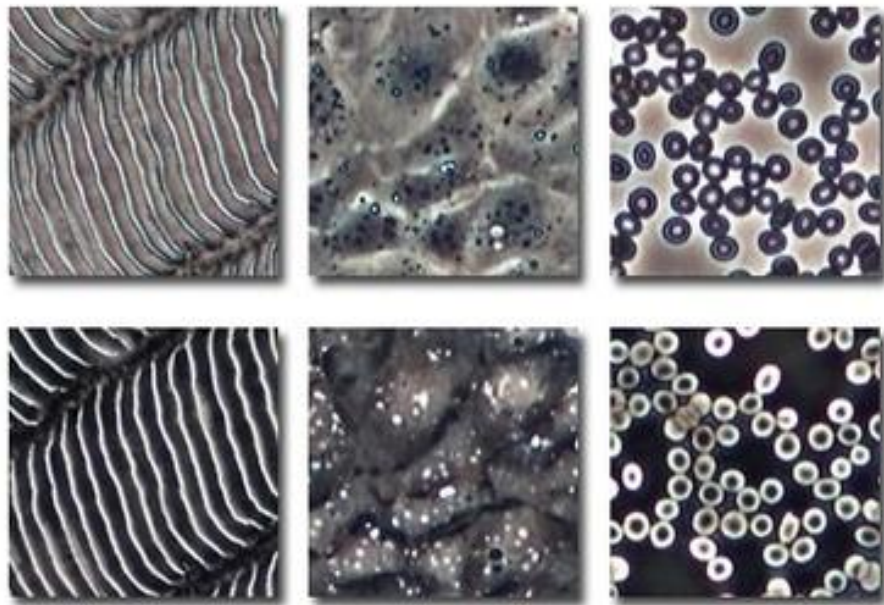


Рис 2.3 – Приклади фазово-контрастного зображення [7]

Фазово-контрастний пристрій може бути встановлено на будь-якому світловому мікроскопі. Нерівності поверхні шліфа створюють різницю фаз відбитих світлових променів, яка посилюється системою, що складається з кільцевої діафрагми 1, фазової пластинки 2 та джерела світла L (рис. 2.4) [6]. За конструктивних особливостей методу фазового контрасту світлові промені, що проходять через кільце, зсуваються за фазою щодо променів, дифрагованих поверхнею зразка та в результаті проходять через пластинку

вже за межами кільця. Крім цього, досягається оптимальний контраст та власно різкість отриманого зображення, так як кільце фазової пластинки поглинає значну частину світла [6]. Сполучення зображення апертурної діафрагми з кільцем фазової пластинки досягається введенням в систему оптичного мікроскопа лінзи Бертрана.

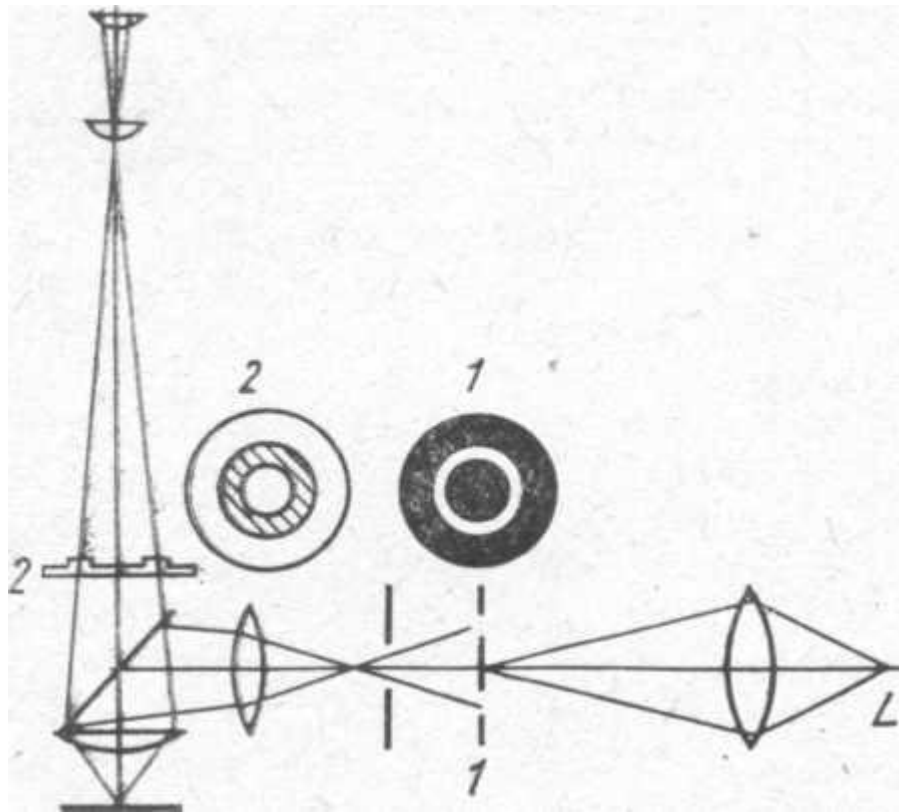


Рис 2.4 – Схематичне зображення методу фазового контрасту [6]

Фазово-контрастний метод дозволяє виявити різницю в рівнях рельєфу мікрошліфа до ~ 50 . Цей метод в загальному застосовують для дослідження меж гранул або двійників.

2.4. Поляризаційна мікроскопія

Поляризаційна мікроскопія - це метод спостереження в поляризованому світлі для мікроскопічного дослідження анізотропних зразків, або зразків, що включають у себе анізотропні елементи [11]. За допомогою поляризаційної мікроскопії досліджують зерна в шліфах металів, деякі мінерали, тканини тваринного і рослинного походження та інше. Сутність метода базується на

оптичних властивостях анізотропних речовин, які спроможні змінюватися або проявлятися по-різному в залежності від орієнтації об'єктів відносно напрямку дослідження. Поляризаційну мікроскопію доцільно використовувати в матеріалографічних дослідженнях, оскільки більшість металевих і неметалевих фаз є оптично анізотропними [11]. Для реалізації методу перед збиральною лінзою поміщають поляризатор (наприклад, призму Ніколя або поляроїд). Створюваний в поляризаторі плоскополяризоване світло після віддзеркалення від об'єкта проходить через аналізатор, розташований між об'єктивом і окуляром або над окуляром. Якщо об'єкт оптично ізотропний, то при відповідному взаємному положенні поляризатора і аналізатора («положення схрещення») можна домогтися повного поглинання світла. Однак якщо кристали однієї або різних фаз оптично анізотропні, то при схрещених полярофільтрів повного поглинання не відбувається і окремі кристали виявляються світлими, або виходить видиме контрастне зображення [6].

Структурні складові, які мають кубічну решітку, ізотропні, тому їх легко відрізнити від інших складових. За допомогою поляризованого світла на нетравлених зразках анізотропних матеріалів можна вивчати їх мікроструктуру і визначати розмір зерна. Найбільш часто металографічні дослідження в поляризованому світлі застосовують для ідентифікації неметалевих включень в сталях, так як ці включення мають характерний колір або змінюють колір при обертанні предметного столика мікроскопа [6]. Для полегшення ідентифікації є спеціальні таблиці.

Конструкція металографічного мікроскопа, пристосованого для дослідження в поляризованому світлі, передбачає включення і виключення полярофільтрів і обертання аналізатора в межах 0-90 °.

Для вивчення структури металів і природи неметалевих включень в поляризованому світлі потрібна висока якість поверхні шліфа, відсутність помітного рельєфу і слідів механічної обробки, що в свою чергу каже про необхідність якісної пробопідготовки зразку [11]. Спостереження можна

проводити у прохідному та відбитому світлі. Світло, що надходить від джерела, проходить через поляризатор, або декілька поляризаторів. Поляризація такого світла може змінюватися після віддзеркалення або проходження через зразок. Власне ці зміни поляризації знімаються за допомогою спеціального аналізатора або інших оптичних пристроїв.

2.5. Метод інтерференційного контрасту

Інтерференційна мікроскопія базується на явищі роздвоювання кожного променя, що входить в мікроскоп. В такому випадку один з променів проходить крізь досліджуваний зразок, на відміну від іншого. Промінь, що проходить через зразок, набуває різниці ходу, тобто змінюється за фазою. В окулярній частині мікроскопа ці обидва промені з'єднуються і інтерферують між собою [12]. Величина цього запізнювання вимірюється компенсатором.

Невеликі зміни мікрорельєфу поверхні можна виявити за допомогою інтерференційного мікроскопа або мікроінтерферометра. Останній прилад дозволяє, крім того, кількісно оцінювати досліджуваний рельєф, що особливо важливо для дослідження структурного механізму пластичної деформації. Використовують методи двопроменевий і багатопроменевої інтерферометрії. У першому випадку світло від джерела L розщеплюється напівпрозорою платівкою T на два пучка (рис. 2.5) [6]. Один пучок, відбитий від пластинки T , падає на досліджувану поверхню S_1 , а інший пучок, що пройшов через пластинку T , висвітлює еталонну оптично плоску поверхню дзеркала S_2 . Промені, відбиті від поверхонь S_1 і S_2 проходять через об'єктиви O_1 і O_2 і утворюють в площині S' накладаються одне на інше зображення поверхонь S_1 і S_2 [12].

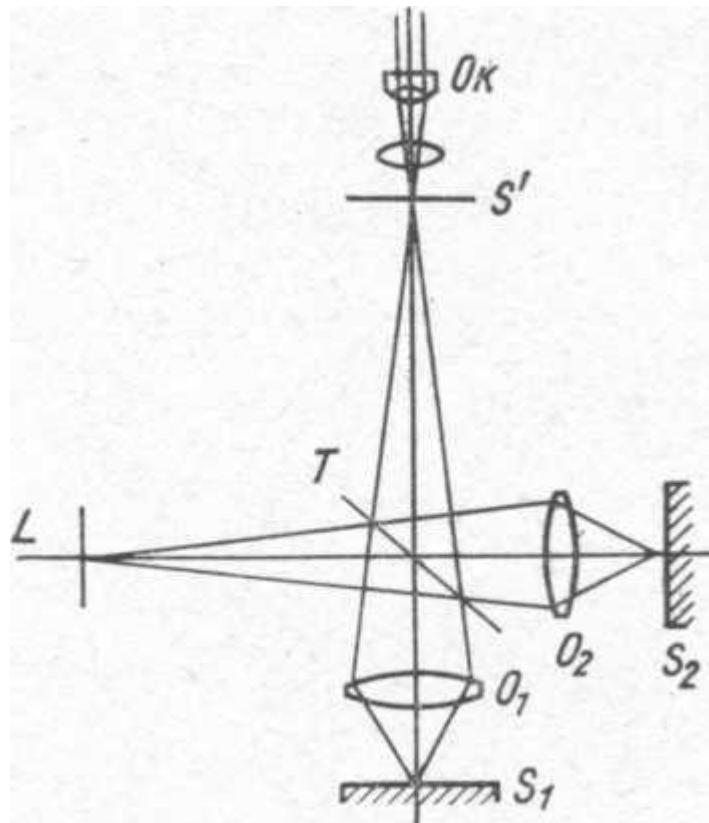


Рис 2.5 – Схематичне зображення методу інтерференційного контрасту [6]

При наявності різниці ходу двох пучків повинно виникати чергування максимумів і мінімумів освітленості. Отримана інтерференційна картина дозволяє оцінити глибину рельєфу з точністю до $1/20$ довжини хвилі.

При використанні *багатопроменевої інтерферометрії* зразок поміщають на еталонну поверхню ретельно відполірованою і посрібленою скляної пластинки. Якщо здійснити щільний контакт зразка і пластинки і висвітлити їх монохроматичним світловим пучком, то утворюються дуже тонкі інтерференційні смуги [6]. Чутливість і точність методу збільшуються в десятки разів і досягають $1/250$ довжини хвилі.

Необхідно враховувати, що застосування методів фазового і інтерференційного контрастів вимагає особливо ретельної підготовки мікросліфів. Шліфи повинні мати високоякісну гладку поліровану (рідше слабо протравлену) поверхню, на якій відсутні помітний рельєф і поверхнева

деформація [6]. Для видалення деформованого поверхневого шару, особливо в разі сплавів, що легко деформуються, після механічного полірування доцільно застосовувати остаточне слабе електролітичне полірування.

В останніх моделях металографічних мікроскопів замість описаних методів фазового і інтерференційного контрасту використовується система диференціального інтерференційного контрасту, що дозволяє отримувати кольорові об'ємні зображення структурних складових, які важко виявити звичайними методами, а також дослідити без травлення мікрошліф різних матеріалів [6]. Як можна помітити, метод інтерференційного та метод фазового контрасту засновані на інтерференції променів, що пройшли через зразок і минули його. Як і попередній, цей метод дає можливість спостерігати прозорі і безбарвні об'єкти, але їх зображення можуть бути і різнокольоровими. Метод інтерференційного контрасту часто застосовують спільно з іншими методами мікроскопії, зокрема із спостереженням в поляризованому світлі [6].

2.6. Метод дослідження в світлі люмінесценції

Люмінесцентна мікроскопія це метод дослідження за допомогою мікроскопа первинного чи вторинного люмінесцентного світіння об'єктів. Таке світіння формується через те, що об'єкти поглинають променисту енергію, що потрапляє з їхньої поверхні [13]. Довжина хвилі при люмінесценції більша, ніж у поглиненого світла. Для реалізації методу в оптичну систему мікроскопа вводяться два світофільтри, один з них розміщується перед конденсором. Він необхідний для того, щоб пропускати світлові хвилі від освітлювача лише проміні, довжини хвиль яких збуджують люмінесценцію об'єкта або додатково введених спеціальних барвників. Інший світофільтр встановлюють після об'єктиву, що дозволяє пропускати крізь нього тільки світло люмінесценції.

Метод можна реалізовувати з освітленням зразку через об'єktiv, який в такому разі є конденсором, та стандартним способом, через звичайний

конденсор знизу. Спостереження в першому випадку часто використовують в зв'язці з фазово-контрастним методом в прохідному світлі для дослідження в дефектоскопії, хімічному аналізі [6]. За допомогою люмінесцентної мікроскопії отримується інформація про склад і властивості досліджуваних зразків, яку можна отримати, знаючи інтенсивність і спектральний склад їх люмінесцентного випромінювання [8].

3. ПІДГОТОВКА ЗРАЗКІВ ДЛЯ МЕТАЛОГРАФІЧНОГО АНАЛІЗУ

3.1. Металографічний аналіз

Металографічні дослідження – це сукупність аналітичних заходів та експериментів, за допомогою яких вивчаються та аналізуються мікроструктури металів, досліджуються механічні, електричні та інші властивості структур металів, їх сплавів [14]. Хоч поняття «металографічний аналіз» та «металографічні дослідження» є синонімічними, але металографічний аналіз є одним з методів металографічного дослідження, а саме аналіз будови структури металів та сплавів за допомогою візуального спостереження при різному збільшенні. Тобто, можна ствердити, що металографічний аналіз – це комплекс саме оптичних досліджень металів та їх сплавів.

Металографічний аналіз включає в себе основні чотири етапи: пробовідбір, пробопідготовка, металографічний аналіз та статистичну обробку результатів такого аналізу [14]. Спільна похибка результатів металографічного дослідження дорівнює сумі похибок на кожному з етапів. Власне з-за цього до кожного етапу треба відноситись з необхідною серйозністю та підготовкою, адже при дослідженні макро- та мікроструктур необхідно отримувати результат з якомога меншою похибкою.

Виробництво компонентів з урахуванням мікросхем - дуже складний процес, у якому беруть участь різні спеціалізовані виробники, що від концепції нового компонента до кінцевого продукту частково збігається. Нижче описано основні етапи виробництва компонента на основі мікросхеми [15]:

1. Дизайн. Якщо виробник електронного обладнання вирішує створити новий продукт, йому потрібні мікроелектронні компоненти, які забезпечують необхідні функції та характеристики обладнання. Виробництво нового компонента включає дизайн мікросхеми, частиною якого є вибір дизайну

упаковки. Виробник може розробити компонент самостійно або передати його спеціалізованим розробникам чи виробникам мікросхем.

2. Створення прототипів. Зазвичай велика кількість прототипів виготовляється та тестується для перевірки того, що новий компонент має бажані властивості. На цьому етапі важливу роль відіграє металографія, тому що велика кількість поперечних перерізів необхідно обробити та оцінити металографічно. Ці металографічні дослідження можуть бути виконані виробником пристрою, виробником мікросхеми та/або виробниками упаковки.

3. Виробництво мікросхем. Залежно від конструкції мікросхем виробництво складає ливарних підприємствах чи фабриках з виробництва мікросхем. Основним матеріалом для чипів є пластина, вирізана з монокристалу (зазвичай кремнію).

4. Упаковка. Чіпи повинні бути з'єднані між собою та зібрані, щоб вони могли працювати. Дизайн та виготовлення цих між з'єднань називається упаковкою. Наприкінці виробничого процесу всі з'єднання з проводами, кульками припою, шарами, що проводять, покриваються пластиком або керамікою (рис. 3.1). Вафлі розрізаються на окремі кубики та упаковуються по-різному. Існують дві основні технології з'єднання: з'єднання проводів та матриця з кульковою решіткою. Для максимальної компактності може застосовуватися технологія flip-chip, яка є прямим з'єднанням між мікросхемою і друкованою платою. Виробничий процес та застосування мікроелектроніки [20]

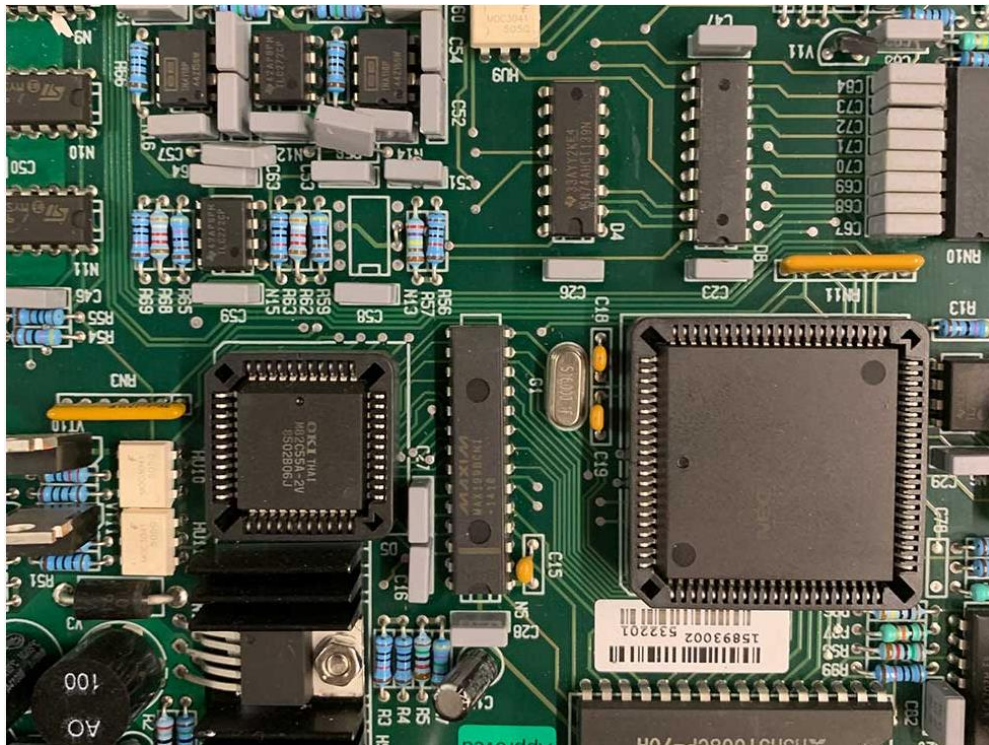


Рис 3.1 – Розташування компонентів на печатній платі [20]

5. Тестування. На цьому етапі виробничого процесу відбувається масовий контроль якості із термоциклюванням. Це останній тест для виявлення несправних компонентів [14].

6. Застосування. Мікроелектроніка застосовується у широкому спектрі продуктів, таких як зв'язок, обробка даних та споживчі товари. Наприклад, у машині може бути до 150 комп'ютерів. Однак мікроелектроніка все частіше використовується в нетрадиційних сферах застосування, і постійно додаються нові програми, включаючи автоматичне сканування продуктових магазинів у супермаркетах з використанням ультратонких гнучких чіпів на кожному продукті.

Компоненти виробляються серійно, тому контроль якості обмежується термоциклюванням виявлення несправних деталей [17]. Однак розробка, проектування та аналіз недоліків компонентів на основі мікросхем вимагають металографічних поперечних перерізів компоненту для вивчення мікропереходів, тріщин і порожнин, кульок припою, провідних шарів, з'єднань і т. д. [17]. Крім того, металографія використовується для вибіркової перевірки

виробництва на різних етапах. Оскільки ці компоненти дуже малі, потрібні спеціальні методи підготовки та обладнання для забезпечення точності, необхідної для підготовки та спостереження цих металографічних зразків.

Основним інструментом металографічного аналізу є металографічний мікроскоп (рис 1.1). Наразі існує багато спеціалізованого обладнання, що орієнтовані на певні виробничі умови. Окрім того, наразі широке розповсюдження отримали напівавтоматичні системи металографічного аналізу зображень, що включають в себе цифрову камеру та програмне забезпечення [17].

Аналіз мікроструктури металів та сплавів є невід'ємною частиною металургійної експертизи. Він дозволяє дати відповіді на безліч питань, що стосуються виявлення у металі внутрішніх дефектів, неприпустимих структурних складових, слідів термообробки та пластичної деформації, а також наявності або відсутності поверхневих шарів [18]. Інформація з усіх перелічених чинників формує загальну картину якості досліджуваного матеріалу.

Окрім комплексу заходів пробопідготовки для оптичних досліджень, що включає в себе пробовідбір, запресування, шліфування та травлення, необхідною процедурою металографічного дослідження є обов'язкове розпізнавання структури. Вибір правильного методу пробовідбору та пробопідготовки забезпечує отримання необхідних та надійних результатів всього дослідження. Похибки, що допущені на стадіях пробовідбору та пробопідготовки, не піддаються усуненню на подальших етапах аналізу [16]. Помилки та неточності на цієї стадії аналітичної процедури можуть вагомо погіршити якість аналізу, а в деяких випадках і взагалі зробити подальший аналіз марним.

При пробовідборі проби твердого металу структура металу може бути неоднорідною. З-за цього пробовідбор здійснюють в найбільш характерних зонах такого металу. В свою чергу пробовідбір для металографії здійснюють вогневим (автогеном) або холодним (на металоріжучих станках) методами

[19]. Під час пробовідбору необхідно дотримуватись певних правил, щоб зберегти зразки від нагрівання і наклепу, що може привести до змінення структури та деяких властивостей зразка.[11]

3.2. Етап пробопідготовки зразків

Пробопідготовка є одним із перших етапів для проведення металографії та вкрай важлива у металографії. Якісне проведення пробопідготовки в результаті позитивно вплине на кінцеві результати. Від якості обладнання та витратних матеріалів для пробопідготовки залежить багато чого, наприклад, повторюваність вимірювань властивостей матеріалів від проби до проби [18].

Пробопідготовка — це сукупність дій над зразком, що вивчається, для переведення його у форму, найбільш підходящу для подальшого дослідження. Основне завдання пробопідготовки – підготовка речовини, матеріалів, компонентів аналізу для певного виду дослідження [18]. Пробопідготовка допомагає підвищити точність результатів, розширити досліджуваний діапазон значень, підвищити безпеку дослідження, прискорити тест, поліпшити відтворюваність і знизити похибку результатів. Методи підготовки розроблені для найкращої відтворюваності результатів підготовки. Для цього, в першу чергу, потрібна висока якість використовуваних витратних матеріалів. Іншим фактором є контроль параметрів процесу підготовки [24]:

- швидкість та напрямок обертання
- зусилля на зразок
- кількість та тип абразиву
- час підготовки

Усі ці фактори мають визначальне значення для результатів підготовки. Багато з них можуть регулюватися і контролюватися автоматично.

Пробопідготовку розділяють на два етапи. Перша стадія – це отримання представницької проби відповідного до умов розміру, маси та складу. Іншими словами, цей етап передбачає вирізку зразка необхідного складу. Та друга стадія – це приведення проби в відповідний стан, що необхідний для аналізу

(цей етап включає в себе шліфування, полірування, травлення та інше). Далі вже йде дослідження поверхні мікрошліфу до та після травлення.

Найбільш поширеним та доступним методом дослідження мікроструктури є оптична мікроскопія, що дозволяє використовувати збільшення до 1000 разів [16]. Даний метод дослідження вимагає спеціальної підготовки зразка – виготовлення мікрошліфа, який полягає у:

- одержуванні дзеркальної поверхні шляхом послідовних етапів шліфування та полірування від паперу з грубим зерном до велюрової тканини з частинками полірувальної суспензії розміром 0,5 мкм;
- виявленні мікроструктури шляхом хімічного чи електролітичного травлення.

Залежно від розмірів зразка для проведення матеріалографічних досліджень може знадобитися додатковий його поділ на більш дрібні частини. Для полегшення та прискорення подальшої підготовки потрібна максимально плоска та мінімально деформована поверхня. Найбільш підходящий метод – це абразивне мокре відрізання, у якому відбувається мінімальне пошкодження матеріалу [20]. При абразивному мокрому відрізання використовуються відрізні кола, що складаються з абразиву та сполучної складової. Залежно від матеріалу, що відрізається, можуть знадобитися кола різного складу. Твердість та пластичність матеріалу впливають на вибір відрізного кола. Кераміка та спечені карбіди ріжуться алмазами в металевій або бакелітовій зв'язці. Для різання чорних металів зазвичай використовується оксид алюмінію (Al_2O_3) у бакелітовій зв'язці [20]. Для твердіших чорних металів використовуються круги з кубічного нітриду бору (CBN). Кольорові метали, в свою чергу, ріжуться карбідом кремнію (SiC) у бакелітовій зв'язці. Охолоджуюча рідина омиває коло, щоб уникнути пошкодження зразка через перегрівання і змиває абразив з поверхні, що розрізається.

Режим різання характеризують три основні параметри: довжина дуги контакту, швидкість подачі, швидкість обертання відрізного кола [16].

Довжина дуги контакту - це довжина дуги, за якою відрізне коло стосується зразка. Від довжини контактної дуги залежить зусилля різання. Чим більше дуга контакту, тим більший опір зустрічає відрізне коло і тим більше навантаження на верстат. Тому різання необхідно проводити так, щоб довжина контакту була найменшою.

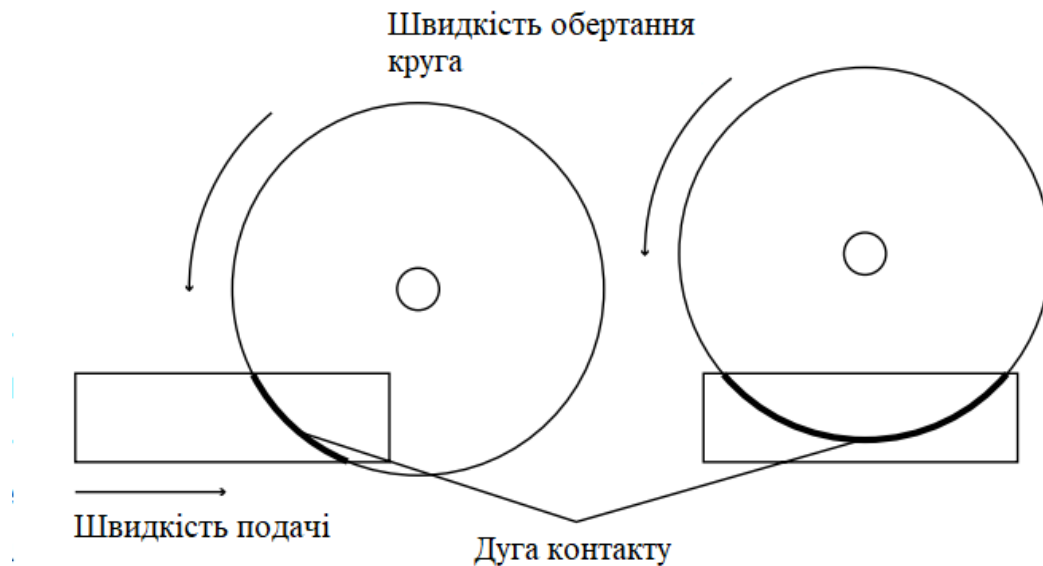


Рис 3.2 – Основні параметри процесу різання [16]

Швидкістю подачі називається величина переміщення відрізаного кола або зразка, що обробляється в одиницю часу, зазвичай задається в мм/с. Від цього показника навантаження на двигун залежить ще більшою мірою, ніж від довжини контактної дуги. Крім того, при дуже високій швидкості подачі відрізне коло може зруйнуватися. Швидкість подачі визначається твердістю та пластичністю матеріалу зразка, залежить від типу відрізного диска та підбирається індивідуально для кожного конкретного випадку [16].

Швидкістю обертання відрізного кола визначається швидкість переміщення ріжучих частинок (абразиву) щодо зразка. Швидкість переміщення ріжучих частинок залежить від діаметра відрізного диска. Так, у разі витраченого відрізного диска його діаметр зменшується в міру зносу, що тягне за собою

зменшення швидкості переміщення ріжучих частинок, а отже зменшується і об'єм матеріалу, що видаляється.

Крім описаних вище параметрів процесу відрізання, є ще два не менш важливі – це охолодження та змащення зразка та відрізного кола в процесі відрізання. Для цього застосовується спеціальна змащувально-охолоджувальна рідина (ЗОР), яка забезпечує ефективне охолодження та мастило під час відрізання. Охолодження необхідно для відведення тепла із зони різання для запобігання сильному окисленню поверхні та структурних змін у матеріалі зразка внаслідок нагрівання до високої температури [20]. Мастило необхідне для зниження тертя і, як наслідок, зменшення теплоти, що виділяється при різанні. Крім того, завдяки утворенню на поверхнях контактуючих тонких плівок, що запобігають явищу адгезії і схоплювання абразивних частинок з поверхнею зразка, мастило запобігає «засолюванню» відрізного кола, збільшує його термін служби і підвищує якість різку. Також ЗОР вимиває стружку та продукти зносу кола із зони різання, що запобігає їх впровадженню у поверхню зразка. Правильний вибір відрізного кола полягає не тільки у вирішенні питання якості підготовки, це також найкращий спосіб заощадити час та витратні матеріали. Коректний вибір відрізного кола для практичного застосування дозволяє отримати якісну поверхню, що вимагає меншої кількості додаткових етапів підготовки. Отже, можна обробляти зразки за менший час і за менших витрат.

Для дослідження структури та/або дефектів зразку методами світлової мікроскопії необхідно ретельної підготувати мікрошліфи. Основою механічної підготовки зразків є видалення матеріалу з досліджуваної поверхні за допомогою абразивних частинок. Залежно від рівня деформацій, що вносяться, можна виділити три види зняття матеріалу з поверхні зразка: притирання, шліфування, полірування.

У процесі притирання абразивні частинки у вигляді суспензії подаються на тверду поверхню. Абразивні частинки не притискаються до поверхні і не зафіксовані, внаслідок чого вони вільно переміщуються в різних напрямках і

«виривають» з поверхні зразка невеликі обсяги матеріалу, завдаючи при цьому значні деформації. Це відбувається тому, що незафіксована абразивна частка не здатна зрізати матеріал [20]. Тому швидкість зняття матеріалу в процесі притирання (кількість матеріалу, віддаленого за одиницю часу) дуже мала, і при підготовці м'яких матеріалів абразивні частинки часто впроваджуються в поверхню зразка. Деформація досліджуваної поверхні та впровадження в неї абразивних частинок є вкрай не бажаними під час підготовки металографічних зразків. З описаних вище причин притирання застосовується тільки для підготовки дуже твердих, крихких матеріалів, таких як кераміка та мінералогічні зразки.

На рис 3.3 Можна побачити процес притирки, та основні три положення абразивних частинок: 1 – частинка потрапляє під поверхню зразка, 2 – частка перевертається і «видирає» матеріал з поверхні зразка, наносячи при цьому значну деформацію, 3 – частка переміщається далі без контакту з поверхнею зразка [20].

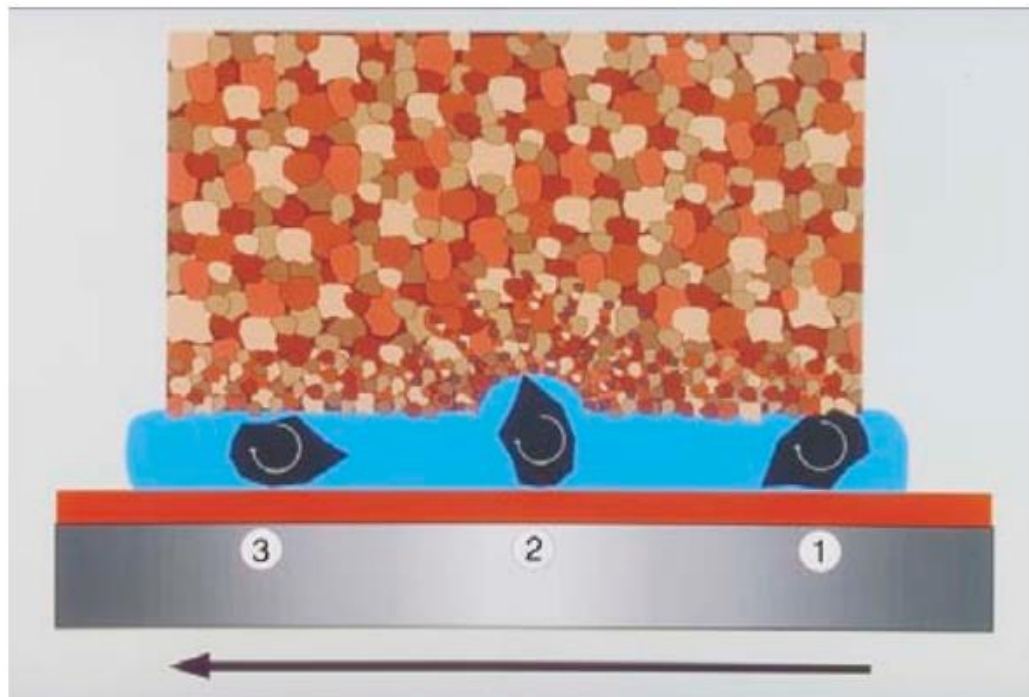


Рис. 3.3 – Процес притирання [20]

Для дослідження в світловому мікроскопі зразки (або шліфи) піддають обробці спочатку шліфуванням в тій же послідовності, як і макрошліфов, потім якість поверхні доводять до дзеркального блиску (полірований стан) або механічним поліруванням суспензіями (рідиною, зазвичай водою, з твердими частинками абразивів розміром від 1 мкм і менше), або електрохімічним поліруванням [16]. Шліфування, в свою чергу, є процесом зняття матеріалу за допомогою зафіксованих до зразку абразивних частинок в певному положенні. Ці частинки здатні виробляти зріз матеріалу з повіркою.

Щоб отримати рівну поверхню, необхідно при зміні абразиву змінювати і напрям руху зразків на 90° . Абразивні частинки мають бути орієнтовані таким чином, щоб забезпечити оптимальний зріз матеріалу

Шліфування слід продовжувати аж до зникнення рисок від попередньої операції. За результатами шліфування шорсткість поверхні повинна бути менше 0,08 мкм [16].

До того ж, основні умови процесу шліфування включають в себе такі параметри: зусилля (з яким зразок притискається до абразивних частинок, має бути достатнім для того, щоб абразивні частинки могли зробити зріз матеріалу; фіксація абразивних частинок щодо зразку. Положення зафіксованих абразивних часток можна спостерігати на рис 3.4 Три положення зафіксованої абразивної частинки: 1 – частка потрапляє під поверхню зразка [20].

Частка зафіксована по осі X, по осі Y має місце певне переміщення. Процес зрізання починається з моменту попадання частки під поверхню зразка. 2 - частка пройшла половину шляху, зріз збільшується. 3 – частка виходить з-під зразка, залишаючи подряпину на його поверхні з відносно малою деформацією [20].

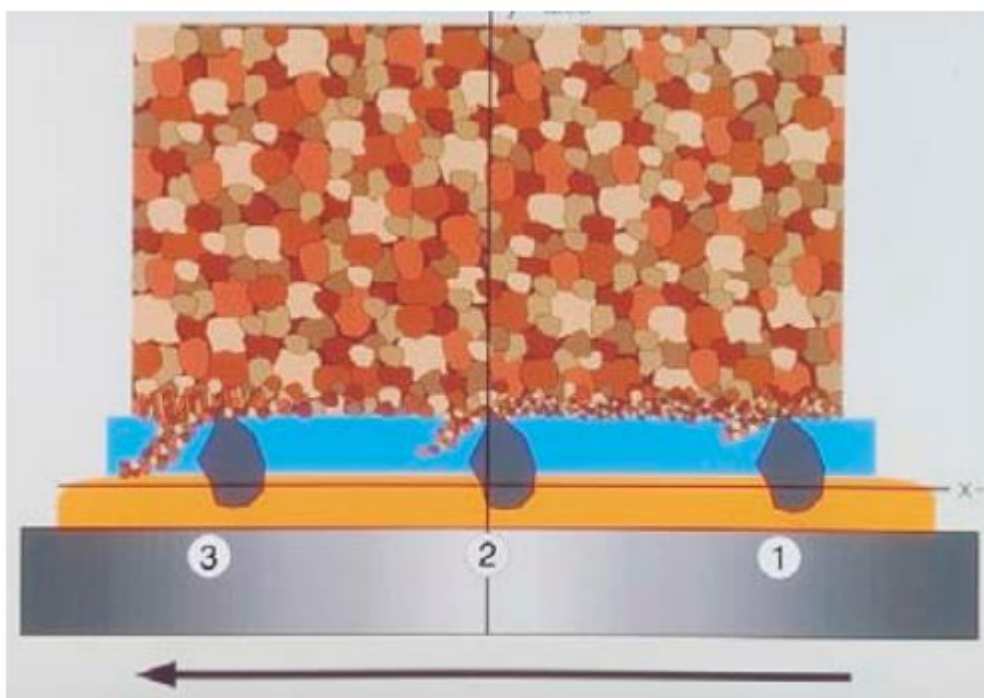


Рис 3.4 – Процес шліфування [20]

Полірування здійснюється з метою отримання дзеркальної поверхні зразка. Полірування може бути механічним, електрохімічним і хіміко-механічним. Механічне шліфування здійснюється за допомогою верстата з обертовим кругом, який покритий полірувальним матеріалом [16]. На даний матеріал наносять абразивні частинки. Хіміко-механічна поліровка здійснюється за допомогою абразивних частинок і хімічних елементів. Електрохімічне полірування проводиться у ванні з електролітом. Для згладжування поверхні використовується струм.

При механічній шліфовці та поліруванні відбувається пластична деформація поверхні зразка. Залежно від того, яка твердість матеріалу, глибина деформації поверхні може доходити до 25 мкм. Після шліфування й полірування оброблений зразок опускають у воду, потім в спирт, після чого сушать за допомогою фільтрувального паперу. Полірована поверхня хоча і має дзеркальний блиск, але неідеальна, їй властива певна шорсткість, адже елементи її рельєфу - виступи і западини по висоті або глибині H набагато

менше середньої довжини хвилі світла ($\lambda \ll X$). Рельєф такої поверхні в мікроскоп не видний, так як виникає дзеркальне відображення.

Тому, оцінка мікроструктури неможлива без попереднього виявлення. Для цього використовують спеціально підібрані реактиви, склад яких залежить від:

- складу металу;
- типу структури, що виявляється (ферит, бейніт, мартенсит, карбіди, неметалеві включення);
- задач подальшого металографічного аналізу (розмір зерна, об'ємна частка фаз та ін.)

Шліфуванням не тільки забираються пошкодження та деформації з поверхні матеріалу, а й наносяться нові невеликі деформації. Завдання шліфування – вирівняти поверхню з мінімумом ушкоджень, які можна прибрати в процесі полірування за гранично малий час [20]. Шліфування поділяється на дві стадії:

- Вирівнювання поверхні PG (Plane Grinding)
- Тонке шліфування FG (Fine Grinding)

Першим кроком шліфування забезпечується досягнення однакового стану поверхні всіх зразків, незалежно від їх початкового стану попередньої обробки. Крім того, коли кілька зразків готуються одночасно але в одному кріпленні, необхідно, щоб оброблювана поверхня всіх зразків лежала в одній площині. Для досягнення максимального рівня зняття матеріалу доцільно використання абразиву з великим розміром частинок.

Результатом тонкого шліфування, тобто другого етапу, є поверхня з тим мінімумом деформацій, які можуть бути прибрані в процесі полірування. Високий рівень зняття матеріалу досягається за допомогою абразивних частинок розміром 15, 9 або 6 мкм.

Дзеркальна відполірована поверхня шліфу дозволить оцінити лише присутність у зразку неметалевих включень, пір або мікротріщин і, в окремих випадках, шар іншого металу на поверхні. Для виявлення самої

мікроструктури металу поверхню шліфа трують, тобто обробляють спеціальними реактивами. Наприклад, для зразків із конструкційних сталей основним травником є 3-х процентний розчин азотної кислоти у спирті [20]. Для нержавіючих сталей потрібно готувати складніші розчини різних кислот. А ось ванадієві сплави тріються в розчині щавлевої кислоти, причому тільки електролітичним способом. Виявлення мікроструктури при травленні засноване на тому, що різні фази протравлюються неоднаково і фарбуються по-різному. В результаті травлення мікрошліфів чистих металів можна виявити форму і розміри окремих зерен. Мікроаналіз дозволяє встановити величину, форму і орієнтування зерен, окремі фази і структурні складові, зміна внутрішньої будови металів і сплавів в залежності від умов їх отримання і обробки.

Кристалічна структура деяких металів не потребує додаткової хімічної обробки, тому що добре проявляється у поляризованому світлі (рис 3.5). Для інших матеріалів у металографії зазвичай застосовують хімічне або електролітичне травлення, яке робить більш виразною структурне компонування металографічного шліфу.

Полірування включає останні кроки процесу підготовки. Використовуються частинки невеликого розміру та сукна з високою пружністю, полірування може зняти всі деформації та подряпини від тонкого шліфування, але існує ризик створення поліруванням завалу краю або рельєфу поверхні, оскільки сукно має певну пружність [16]. Ці дефекти усуваються шляхом максимального зменшення часу полірування.

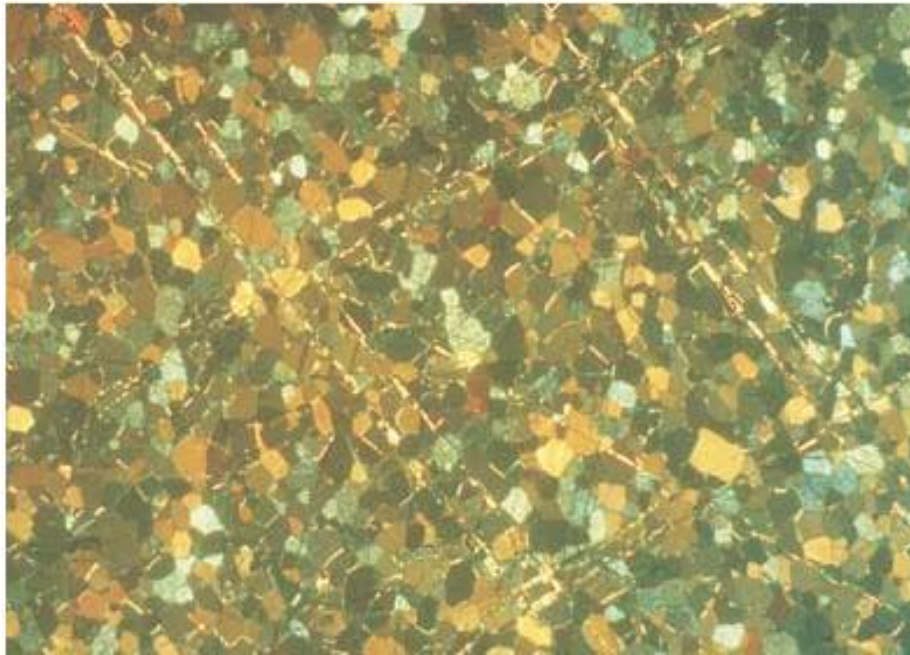


Рис 3.5 – Прямолінійні лінії деформації, що перериваються [20]

Щоб виявити структуру, створюють рельєф або фарбують в різні кольори структурні складові, що досягається хімічним травленням. Для розгляду мікрошліфів при дослідженні мікроструктури металів застосовують спеціальні мікроскопи, в яких промінь від джерела світла, відбиваючись від шліфа, проходить через об'єктив і окуляр, даючи відповідне збільшення [16].

Для виявлення будови полірованої поверхні шліфа піддають легкому травленню в різних розчинах кислот або лугів, в воді або спирті. Травлення створює рельєф, обумовлений різними зернами і структурними складовими зразка. При травленні кислота впливає на межі зерна, тому що є місця з дефектним будовою, які в травленому шліфі стануть заглибленнями; світло, падаюче на них, розсіюється і в поле зору мікроскопа вони будуть здаватися темними, а тіло зерна - світлим. Межі зерен через особливості будови і скупчення на них домішок розчиняються при травленні сильніше, ніж тіло зерен, і канавки травлення по межах зерен, що розсіюють світло, проявляються під мікроскопом у вигляді сітки [25].

Рельєф, наприклад виступ на кордоні між двома зернами, може утворитися через різну їх розчинність в травнику, так як на поверхню шліфа

зерна виходять різними кристалографічними площинами, з різною щільністю укладання іонів. Висота такого уступу $H \gg X$, тому перехід від зерна до зерна виглядає як похилий майданчик, що відбиває світло в сторону від оптичної осі мікроскопа, і кордон зерна видається темною каймою по контуру зерен. Різні кристалографічні площини відбивають світло з різною інтенсивністю, тому в зображенні структури одні зерна світлі, інші - темні.

Зерна з різною кристалографічним орієнтуванням неоднаково відображають і поглинають різні частини спектра білого світла. Якщо поглинається короткохвильова складова, то в відображених променях буде більше довгохвильових променів, зерно в мікроскопі буде виглядати більш червоним, ніж сусіднє, яке більше поглинає довгі хвилі, а відображає короткі, і буде за кольором більш синім [24]. Можливі інші різноманітні способи виявлення структурних складових в мікроскопі: осадження забарвлених продуктів травлення різної щільності для різних кристалографічних площин, виборче окислення структурних складових, створення спеціальних покриттів, що поляризують світло, і т.п.

Якщо якісь елементи рельєфу об'єкта, наприклад частинки, співмірні за розмірами з довжиною хвилі світла ($H \sim X$), то на них відбувається дифракція - обгортання перешкоди, тобто відхилення світла від первинного напрямку. В результаті кожна точка або частка обмежена гуртком розсіювання через дифракцію. Розсіяні об'єктом світлові промені інтерферують і утворюють дифракційні максимуми і мінімуми інтенсивності. Якщо дві такі частинки знаходяться поруч, їх кола розсіювання перекриваються і дві частинки видно як одна. Найменша відстань, на якому такі дві частинки будуть видні окремо, залежить від довжини хвилі світла X , що йде від об'єкта дослідження в об'єктив, коефіцієнта заломлення середовища n між об'єктивом і об'єктом і синуса половини кута α (кут, під яким з даної точки зразка видно краї фронтальної лінзи об'єктива) [6]:

$$\delta = \frac{\lambda}{2n \cdot \sin \frac{\alpha}{2}} = \frac{\lambda}{2A}, \quad (2)$$

де $A = n \cdot \sin \frac{\alpha}{2}$ – числова апертура об'єктиву.

У кращих об'єктивів $\alpha / 2 \sim 12^\circ$ і $\sin \alpha / 2 \sim 0,95$. Найчастіше застосовують сухі об'єктиви, що працюють в повітряному середовищі ($n = 1$). Для збільшення апертури A використовують імерсійні об'єктиви: простір між об'єктом і об'єктивом заповнюють прозорою рідиною з великим показником заломлення. Зазвичай використовують краплю кедрової олії ($n = 1,516$) або гліцерину ($n = 1,47$) [6].

3.3. Металографічний контроль якості

Структура, отримана в результаті ідеальної підготовки, що не має дефектів, називається істинною структурою. В ідеальному випадку, ми зацікавлені в аналізі поверхні зразка, яка відображає справжню структуру матеріалу. На практиці наші вимоги полягають у відсутності на поверхні зразка наступних дефектів [14]:

- деформації;
- подряпин;
- вибоїн;
- впровадження сторонніх частинок;
- змащування;
- рельєфу поверхні або завалу краю;
- термічних ушкоджень.

Тим не менш, при механічній підготовці не завжди можливо уникнути всіх зазначених дефектів. Тією чи іншою мірою деякі з них будуть присутні на поверхні зразка, але вони не будуть помітні при дослідженні на оптичних мікроскопах. Ці мінімальні ушкодження не впливають на результати досліджень.

Як тільки структуру виявлено, можна приступати безпосередньо до інтерпретації мікроструктури та її кількісної оцінки. Для цього на мікроскопі підбирається необхідне збільшення, освітлення, додаткові оптичні призми або фільтри.

Оцінка мікроструктури проводиться відповідно до затверджених стандартів і може здійснюватися як у ручному, так і автоматичному режимі за допомогою аналізатора зображень.

Розмір зерен металевих матеріалів лежить у діапазоні від 1 до 1000 мкм. Тому при металографічних дослідженнях застосовують різні типи обладнання, що має відповідну роздільну здатність:

- світлові оптичні мікроскопи з різними типами підсвічування;
- прозорі електронні мікроскопи;
- скануючі електронні мікроскопи;
- установки рентгенівської дифракції.

Оптичні мікроскопи, що застосовуються в металографії, мають роздільну здатність не більше 0,2 мкм, при цьому вивчення зразків, як правило, проводиться при збільшенні в діапазоні $50\div 1000\times$ [27]. Для підвищення контрастності зображення мікроскопи в металографії оснащуються оптичними пристроями, що дозволяють вивчати об'єкт у відбитому світлі (за методом світлих або темних полів) і підсвічуванням поляризованими променями. У разі неможливості отримання належних результатів за допомогою оптичного обладнання металографії застосовують електронні мікроскопи [14]. До таких досліджень вдаються набагато рідше, оскільки цей вид металографічного аналізу значно дорожчий і займає більше часу. Крім того, ці пристрої мають низку технічних обмежень. У використовуваних у металографії скануючих електронних мікроскопів при збільшеннях менше, ніж $500\times$, чіткість зображень стає нижчою, ніж у світлових. А що просвічують, як правило, не призначені для використання на збільшеннях менше $2000\times$. Установки рентгенівської дифракції застосовуються в металографії рідше,

тому що є вузькоспеціалізованими і призначені для визначення частки різних фракцій, що мають різні кристалічні структури.

Кількісна металографія застосовується для оцінки геометричних параметрів та просторового розташування кристалічних елементів та домішок з використанням різних видів математичного моделювання [28]. Це можуть бути як прості методи інтерполяції, що ґрунтуються на вимірі товщини шару або видимих лінійних розмірів частинок, так і побудова стереометричних моделей. В останньому випадку в металографії використовують стереологічні методи, які дозволяють отримувати кількісну інформацію про тривимірний об'єкт шляхом обробки даних, отриманих на підставі геометричних характеристик двовимірних зрізів.

Розрізняють макроскопічний та мікроскопічний методи вивчення будови металів. Макроскопічний метод - дослідження будови металів і зварних з'єднань неозброєним оком або із застосуванням лупи, що дає збільшення в 5-30 разів [14]. Макроаналіз дає можливість виявляти раковини, шлакові включення, порушення суцільності металу, тріщини та інші дефекти будови металу, хімічну та структурну неоднорідність.

Мікроскопічний аналіз металів полягає у дослідженні їхньої структури за допомогою оптичного або електронного мікроскопів, на спеціально підготовлених зразках. Методами мікроаналізу визначають форму та розміри кристалічних зерен, виявляють зміни внутрішньої будови сплаву під впливом термічної обробки або механічного впливу на сплав, мікротріщини та багато іншого [29].

Оскільки всі метали непрозорі, їх будову можна досліджувати на зламах чи спеціально підготовлених шліфах. Дослідження будови методом фактографії за зламами часто застосовують при аналізі причин руйнування деталей машин, апаратів та елементів сталевих конструкцій [25]. Макроструктурний метод використовується для орієнтовного визначення глибини загартованої зони інструментальних сталей, глибини цементованого шару тощо.

4. ЕКСПЕРИМЕНТАЛЬНА ЧАСТИНА

Електронні та мікроелектронні пристрої являють собою складні матеріальні композиції. Візуалізація та аналіз різних мікроструктур матеріалів, шаруватих структур та меж розділу необхідні для оцінки якості продукції. Розміри окремих елементів варіюються від часток мікрона (мікрометра) до кількох сантиметрів. Через щільне пакування різних матеріалів у невеликому обсязі аналіз мікроструктури стикається з проблемою одночасного відображення різних матеріалів, які мають дуже різні властивості. Таким чином, підготовка зразків для дослідження мікроструктури включає одночасну обробку твердих, часто тендітних матеріалів та м'яких матеріалів, що демонструють пластичну деформацію. Кожен окремий етап підготовки від різання, шліфування до фінального полірування має значення. Помилки, що допущені на перших етапах підготовки, можуть бути виправлені тільки на наступних етапах, але з дуже великими труднощами або взагалі не виправлені. Для кожного кроку важливими факторами є швидкість видалення матеріалу і шар деформації, що залишається. Параметри полірування, що використовуються (поверхня шліфування, тип абразиву, розмір зерна, мастило) повинні ретельно вибиратися на основі фізичних властивостей. Тому задача розробки методики підготовки зразків є вкрай важливою та актуальною.

Розробка методики полягає в виборі етапів, матеріалів та режимів пробопідготовки. Загальні правила підготовки твердих матеріалів полягають у тому, що м'які та середньотверді матеріали повинні бути плоско відшліфовані з використанням паперу SiC, тоді як для твердих матеріалів потрібні шліфувальні алмазні диски на полімерній або металевій зв'язці. Якщо для шліфування твердих матеріалів використовується тільки шліфувальний папір, заокруглення кромek та формування рельєфу починається на ранній стадії, плоске шліфування слід виконувати з використанням абразивного матеріалу, що найбільш підходить для матеріалу зразка. Слід вибирати найдрібніший

розмір зерна, який все ж таки дозволить відшліфувати зразок до рівної та гладкої поверхні за прийнятний час. Швидкість знімання при використанні SiC-паперу для мокрого шліфування м'яких матеріалів значна, але цей шліфувальний папір викликає високий ступінь деформації поверхні. У випадках, коли використовується папір з карбіду кремнію, робиться спроба досягти хорошого результату приготування, наприклад, шляхом тривалого полірування. Однак навіть якщо була отримана поверхня без подряпин і, мабуть, добре відполірована, це часто відбувається за рахунок утримання кромки та площинності зразка. Завдання завжди полягає в тому, щоб приготувати плоский зразок із високим ступенем утримання кромки.

Мною були протестовані різні матеріали, етапи та режими для підготовки поперечного зрізу багатошарового конденсатора. Але вже на першому етапі різання я зіткнувся із проблемою - це невеликі геометричні розміри зразків. Крихітні та складні ІС становлять найбільші проблеми з точки зору підготовки. У процесі підготовки необхідно враховувати тривимірний аспект, а на досягнення репрезентативного результату потрібен час, точність і терпіння. Нижче наведено деякі з труднощів, що виникли під час підготовки:

Різання: сколювання та розтріскування пластин, скла.

Запресування: механічна деформація та термічне пошкодження.

Шліфування: руйнування крихких компонентів, таких як скловолокно або кераміка.

Полірування: мастило м'яких металевих шарів. Виникання рельєфу через різницю у твердості матеріалів деталі. Частинки карбіду кремнію та алмазу, що залишилися у припої.

Завданням мого експерименту є розробка методики пробопідготовки для отримання оптичного зображення багатошарового конденсатору (multilayer capacitor).

У багатошарового конденсатора, як і в інших мікроелектронних компонентах, упаковані разом різні матеріали з різними властивостями: скло, кераміка, метали і полімери (рис. 4.1). Різні комбінації цих матеріалів вимагають

підготовки, яка виявить індивідуальні характеристики цих матеріалів, але не призведе до появи будь-яких артефактів, таких як змащування металу та полімерів або пошкодження скла або кераміки.

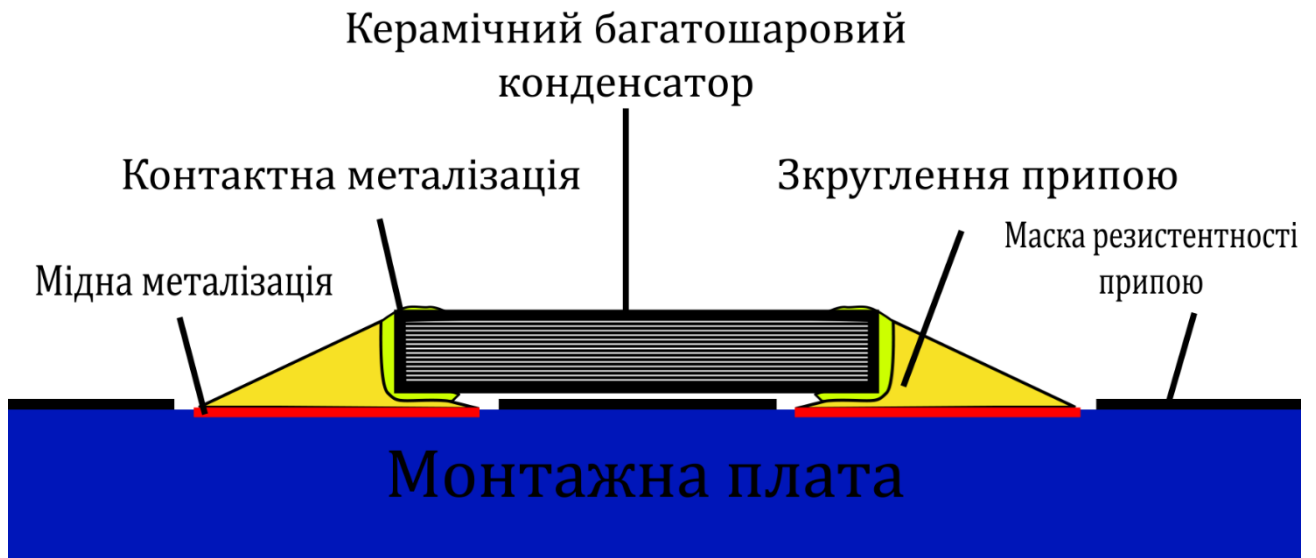


Рис. 4.1 – Склад керамічного багатошарового конденсатора

Це особливо важливо, оскільки дослідження мікроелектроніки включає різні типи оцінок, в яких артефакти, внесені препаратом, можуть призвести до помилкових висновків. Виконуються деякі з таких перевірок: розмір та розподіл дефектів, таких як порожнечі, включення та тріщини (рис. 4.2.); склеювання та адгезія матеріалів та їх поверхонь розділу; розміри та форма різних деталей у корпусі: товщина шару, дроту, меніск припою; пористість та тріщини в кераміці.

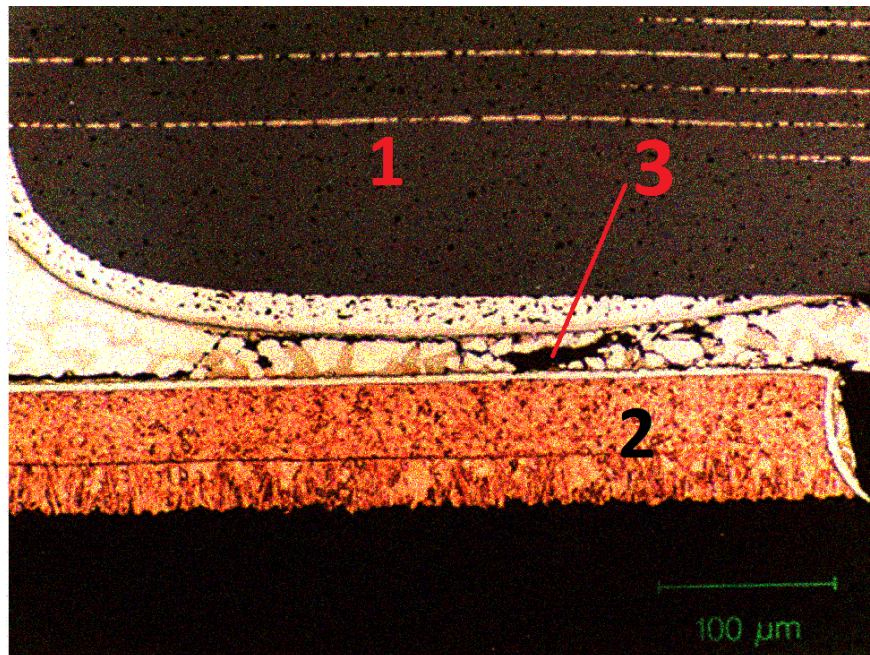


Рис. 4.2 – Багатошаровий конденсатор (1), припаяний до мідної металізації друкованої плати (2); втомна тріщина (3), що безперервно поширюється через припій

Гнучкі тріщини в керамічних конденсаторах виникають при надмірному вигині друкованої плати. Після того, як гнучка тріщина зініціюється, вона має тенденцію поширюватися під кутом 45 градусів від краю наконечника до межі діелектрика. Створення тріщини між сусідніми електродами створює можливість для внутрішнього росту дендритів (електрохімічної міграції), що призводить до збільшення струму витоку і, врешті, електричного замикання. Згинання друкованої плати електропроводки може відбуватися протягом усього життєвого циклу продукту, включаючи демонтаж, вставлення роз'єму, кріплення гвинтами або стійкою, тестування в ланцюзі та при будь-якому використанні користувачем.

Як зазначалось раніше, більшість металографічних досліджень мікроелектроніки проводиться на поперечних перерізах, однак для деяких спеціальних досліджень можуть бути потрібні паралельні розділи, для яких також справедлива переважна більшість рекомендацій. Як згадувалося, однією з основних цілей поперечного перерізу мікроелектронного компонента є виявлення дефектів конкретної цільової області в компоненті. При видаленні

матеріалу під час різання та шліфуванні слід виявляти особливу обережність. Для обох етапів доступно кілька методів: ручні, напівавтоматичні та автоматичні. Ступінь автоматизації збільшує ймовірність отримання зразка необхідної якості.

Розберемо етапи пробопідготовки та виділимо деякі особливості. Почнемо з різання. Залежно від розміру або крихкості компонента або складання перед різкою може знадобитися установка деталей або компонентів разом, щоб уникнути механічних пошкоджень. У будь-якому випадку розріз повинен розташовуватися досить далеко від області, що буде аналізуватись, щоб уникнути прямого пошкодження. Матеріал, що залишився, після розрізання можна акуратно відшліфувати. Як показав експеримент, чим ретельніше виконується цей початковий етап, тим менша ймовірність появи тріщин у кераміці, сколах та склі, а також відшарування шарів або плям припою.

Запресування. Через їх композиційну і тендітну природу мікроелектронні компоненти не підходять для монтажу гарячим стиском і тому завжди запресовується в холодному стані. Смоли для холодної заливки, які розвиваються при високих температурах затвердіння, не рекомендуються, так як тепло може вплинути на припій і полімери, а висока усадка смол, що швидко твердіє, може призвести до розтріскування кремнієвих пластин. Способи кріплення можуть розрізнятися залежно від аналітичного методу, що використовується.

Для аналізу в оптичному мікроскопі використовуються прозорі епоксидні смоли (EpoFix, Specifix-20). Якщо необхідно заповнити порожнечі та отвори, рекомендується вакуумне просочення. Змішування флуоресцентного барвника (EpoDye) з епоксидною смолою дає чудовий контраст порожнечі і тріщин при використанні довгого синього та короткого помаранчевого фільтрів в оптичному мікроскопі. Для маленьких перехідних отворів рекомендується використовувати прозору смолу з низькою в'язкістю, яка легко проникає в отвори.

Шліфування та полірування. Для досягнення відмінної рівності я використовував тонке шліфування алмазом на жорсткому диску (MD Largo) замість шліфування на фользі/папері з карбіду кремнію. Подальше алмазне полірування на шовковій тканині дуже добре зберігає рівність зразку. У разі попадання абразивних частинок у м'який метал, алмазне полірування необхідно продовжувати, поки частинки не будуть видалені зі зразку. Остаточне полірування колоїдним кремнеземом (OP-U NonDry) має бути коротким, щоб уникнути виникнення рельєфу.

Швидкість видалення матеріалу залежить від наступних факторів: співвідношення алмазних зерен до розчинника, ступеня зносу шліфувального паперу чи полірувальної тканини та чистоти використовуваного сукна. В процесі експерименту виявилось, що незважаючи на все інше, тип використовуваного мастила також вагомо впливає на якість пробопідготовки зразку. Змащення на спиртовій основі збільшують швидкість видалення, але також призводять до більшої глибини деформації. З мастилами на масляній основі швидкість видалення та глибина деформації нижчі, тому було прийнято рішення, що доцільно використовувати мастило на спиртовій основі для грубого полірування і мастило, що містить масло, для останніх етапів полірування. На якість шліфування також суттєво впливає кількість використовуваного абразиву. Полірувальні тканини повинні бути ретельно чистими і не повинні бути занадто вологими від нанесеного абразиву або мастила.

В процесі експерименту я перебрав кілька матеріалів пробопідготовки, намагався скоротити час перебування зразка на кожному з етапів. Так як кераміка за своєю природою є крихким матеріалом, який може тріснути під час металографічної пробопідготовки, якщо з ним не поводитися належним чином, більшість зразків були не придатні для подальшого розгляду вже після першого етапу. Поєднання крихкої кераміки, м'якого припою, слідів міді та підкладки зі скловолокна створює реальну проблему для підготовки зразка поперечного перерізу, щоб усі матеріали добре збереглися та відполірувались.

В результаті експериментальних досліджень мною була розроблена методика шліфування та полірування зразку кремнієвого багатошарового конденсатора на напівавтоматичному станку LaboPol виробництва Struers (Данія) (рис 4.3.)



Рис 4.3 – Struers LaboPol-5 [22]

Це напівавтоматичний станок зі змінною швидкістю обертання 50-500 об/хв, що контролюється електронною сервосистемою, яка зберігає обрану швидкість постійної, незалежно від навантаження. Верстати LaboPol ідеальні для невеликих матеріалографічних лабораторій, так як його можна бути використано для усіх видів матеріалографічних задач підготовки: шліфування, притирки, полірування зі всіма типами відхідних матеріалів [22]. З обертачем LaboForce-3 верстат LaboPol стає гнучкою напівавтоматичною системою підготовки. Сила притиску на кожен зразок може бути встановлена між 5 і 40 Н. Швидкість 200/240 об/хв забезпечує короткий час підготовки. Обертач зразків має можливість установки від 1 до 3 зразків та обладнаний установкою для подачі мастила.

У таблиці 1 наведено розроблений метод підготовки зразку діаметром 30 мм.

Табл 4.1. Метод підготовки для кремнієвого багатошарового конденсатору діаметром 30 мм.

Шліфування					
Крок			Тонке шліфування		
1	Тип диску		MD-Largo		
2	Абразив	Тип	Алмазний		
		Розмір	9 мкм		
3	Суспензія		DiaPro Allegro/Largo 9		
4	Обертів за хвилину		150		
5	Навантаження , Н		30		
6	Час процесу		4 хв		
Полірування					
Крок			Алмазне полірування №1	Алмазне полірування №2	Остаточне полірування
1	Тип диску		MD-Dac	MD-Nap	MD-Chem
2	Абразив	Тип	Алмазний	Алмазний	Кремнезем
		Розмір	3 мкм	1 мкм	0.04 мкм
3	Суспензія		DiaPro Dac	DiaPro Nap R	OP-U /OP-S
4	Обертів за хвилину		150	150	150
5	Навантаження , Н		20	20	15
6	Час процесу		3 хв	1 хв	0.5 хв

Для виявлення найбільш результативної методики пропобідготовки багатошарового конденсатору, я запобіг спочатку ручній підготовці зразка. Для ручної підготовки некапсульованих пластин та упаковок абразивні плівки

з розміром зерна від 30 до 0,05 мкм встановлюються на скляну пластину, а зразок, закріплений на штативі, вручну шліфується і полірується. Після того, як кілька зразків були відшліфовані вручну (приблизно на 50 мкм перед мішенню) зразки виймаються з штативу і переносять на напівавтоматичну машину для тонкого шліфування та алмазного полірування.

Розроблена методика базується на вірному підборі матеріалів пробопідготовки з урахуванням необхідності зменшення кількості часу, що зразок перебуває на кожному з етапів підготовки. Для досягнення необхідного результату на етапі шліфування було обрано MD-Largo, 250 mm, це вільний від обслуговування диск для однокрокового тонкого шліфування матеріалів з рівнем твердості HV 40-150, використовуючи алмази. Такий диск ідеально підходить для в'язких матеріалів, таких як кольорові метали, нержавіючої сталі, а також для крихких матеріалів, як кераміка. При цьому зрозуміло, що я використовував алмазний абразив діаметром 9 мкм, що дозволило отримати рівню поверхню. В якості суспензії було використано DiaPro Allegro/Largo 9 мкм, це стабільна алмазна суспензія на водній основі, що містить суміш високопродуктивних алмазів і охолоджуючого мастила. Вибір саме такої суспензії дозволило зменшити час шліфування майже на 20%. Однак слід зауважити, що досягання саме такого результату можливе лише за умови комбінації даної суспензії з обраним шліфувальним диском.

На першому кроці полірування проводилось за 3 хвилини при 150 обертах на хвилину за навантаженням в 20 Н. На цьому етапі були прибрані залишки матеріалу, що не прибралися шліфуванням. За поліруюче сукно обрано диск з атласної ацетатної тканини MD-Dac з алмазним абразивом в 3 мкм. В якості суспензії було використано DiaPro Dac 3 мкм, це також стабільна алмазна суспензія на водній основі з сумішшю високопродуктивних алмазів та охолоджуючого мастила.

Для проміжного полірування було обрано диск з короткого синтетичного ворсу MD-Nap з алмазним абразивом 1 мкм, та спеціалізовану під такий диск суспензію DiaPro Nap R. Фінальна поліровка продовжувалась лише 1 хвилину

та була призначена для остаточного видалення дрібних деформацій та змощених шарів. Остаточне полірування використовується для усунення розмиття поверхні зразка. Так як, для кожного наступного етапу полірування розмір зерна абразиву повинен зменшуватися, щоб запобігти появі рельєфу, я обрав диск з пористого неопрену (каучуку) MD-Chem, який призначений саме для остаточного полірування, в комбінації з колоїдним кремнеземом та суспензією OP-U 0,04 мкм. Остаточне полірування проводилось 30 секунд.

Для подальшого металографічного аналізу отриманої структури можна використовувати будь-який з методів спостереження та дослідження структури мікроелектронних компонентів, так як багатошаровий конденсатор містить в собі різні матеріали, тобто кожен з них по-різному відбиває світло, за рахунок чого при спостереженні в оптичному мікроскопі досягається необхідний контраст зображення. Отже додатково проводити травлення зразка для виявлення структури непотрібно. Але, якщо структуру все ж таки трохи погано видно, для додаткового посилення контрасту зразку рекомендується використовувати метод темного поля: для виявлення тріщин в кераміці; методи диференційного і інтерференційного контрасту і поляризованого світла: для збільшення контрасту або кольору конкретних структур матеріалу.

Результатом проведеного експерименту є отримання якісного оптичного зображення структури керамічного багатошарового конденсатору (рис. 4.2.) за допомогою мікроскопа Olympus серії BX. На отриманому зображенні чітко видно усі шари структури: сам конденсатор, контакту металізацію, припій та мідну металізацію монтажної плати. Подряпин структура не має, так як усі подібні дефекти були усунені на етапі полірування, але як можна бачити в шарі припою утворилась гнучка тріщина, що безперервно розширюється. Також трохи лівіше ініціюється ще одна гнучка тріщина поменше. Форма і морфологія таких дефектів притаманні тріщинам, що утворилися внаслідок вигину друкованих плат.

На сучасних виробництвах зараз використовуються системи автоматичного контрольованого видалення матеріалу, наприклад Struers

TargetSystem. Для таких систем необхідне вирівнювання та вимірювання зразка перед початком процесу підготовки. Поперечні та паралельні перерізи змонтованих та незмонтованих зразків можна шліфувати та полірувати до видимих та прихованих цілей. Система лазерних вимірювань забезпечує точність ± 5 мкм, а швидкість знімання автоматично перераховується прямо у процесі підготовки [20]. Вирівнювання та вимірювання можуть бути записані на відео для зразків з видимою мішенню або бути виявленими на основі рентгенівських променів для зразків із прихованою мішенню.

Після вимірювань TargetSystem попередньо розраховує кількість матеріалу, що видаляється, і автоматично зупиняє етап плоского шліфування приблизно в 35 мкм до кінцевої поверхні мішені. На етапі тонкого шліфування зразок зменшується приблизно до 15 мкм перед мішенню, а на двох етапах полірування матеріал, що залишився, видаляється до попередньо заданої цільової площини зразка. Загальний процес підготовки в автоматичній системі, включаючи нарізування, займає 45-60 хвилин.

5. РОЗРОБКА СТАРТАП ПРОЕКТУ

5.1. Опис ідеї стартап-проекту

Табл 5.1 - Опис ідеї стартапу

Зміст ідеї	Напрямки застосування	Вигоди для користувача
Впровадження лінії тестування та подальшого сервісного обслуговування мікроелектронних компонентів та ІС	1. Обслуговування ліній великих виробників	Прискорення та зниження навантаження на виробництва
	2. Довгострокове сервісне обслуговування	Зниження навантаження на виробництво, зниження затрат на виготовлення

Табл.5.2 - Визначення сильних, слабких та нейтральних характеристик ідеї проекту

№ п/п	Техніко-економічні характеристики ідеї	(Потенційні) товари/концепції конкурентів		W (слабка	N (нейтральна	S (сильна сторона)
		Мій проект	Конкурент 1			
1	Економічні	500 у.о.	1000 у.о.			+
2	Призначення (технічні)	Серійне виробництво	Серійне виробництво		+	
3	Надійності	Довгострокове сервісне обслуговування	Не має			+
4	Технологічні	Можливість оптимізації витрат на виробництві	Не має			+
5	Ергономічні	-	-			
6	Органолептичні	-	-			
7	Естетичні	-	-			
8	Транспортабельність	-	-			
9	Екологічність	Прагне до екологічності	Не має			+
10	Безпеки	Безпечно	Безпечно		+	

5.2. Технологічний аудит ідеї проекту

Табл 5.3 – Технологічна здійсненність ідеї проекту

п/п	Ідея проекту	Технології її реалізації	Наявність технології	Доступність технології
1	Підбір методики пробопідготовки для металографічного аналізу	Методика визначення основних параметрів пробопідготовки для металографії	Наявна	Доступно
Обрана технологія реалізації ідеї проекту: розробка методики пробопідготовки для мікроелектроніки				

5.3. Аналіз ринкових можливостей запуску стартап-проекту

Табл. 5.4 – Попередня характеристика потенційного ринку стартап-проекту.

п/п	Показники стану ринку (найменування)	Характеристика
1	Кількість головних гравців, од	
2	Загальний обсяг продажу, ум.од/рік	
3	Динаміка ринку (якісна оцінка)	Збільшується
4	Наявність обмежень для входу (вказати характер обмежень)	Зростання виробництва
5	Специфічні вимоги до стандартизації та сертифікації	Не потребується
6	Середня норма рентабельності в галузі (або по ринку), %	

Табл. 5.5 – Характеристика потенційних клієнтів стартап-проекту

№ п/п	Потреба, що формує ринок	Цільова аудиторія (цільові сегменти ринку)	Відмінності у поведінці різних потенційних цільових груп клієнтів	Вимоги споживачів до товару
1	Зменшення кількості непридатних компонентів	Компанії, що виробляють	-	Наявність відповідного обладнання
2	Прагнення до екологічності	Компанії, що виробляють	-	-

Табл. 5.6 – Фактори загроз

№ п/п	Фактор	Зміст загрози	Можлива реакція компанії
1	Наявність кваліфікованих кадрів для покращення продукту	Необхідність в висококваліфікованих спеціалістів в сфері металографії	Науково- дослідницькі інститути

Табл. 5.7 – Фактори можливостей

№ п/п	Фактор	Зміст можливості	Можлива реакція компанії
1	Конкуренція	Доопрацювання політики стандартів виготовлення	Покращення та модернізація продукту
2	Попит	Додаткова увага до виробництва	Покращення та модернізація продукту

Табл. 5.8 – Ступеневий аналіз конкуренції на ринку.

Особливості конкурентного середовища	В чому проявляється дана характеристика	Вплив на діяльність підприємства (можливі дії компанії, щоб бути конкурентоспроможною)
1. Вказати тип конкуренції - олігополія	Існує невелика кількість конкуруючих фірм, деякі з них виробляють значну долю продукції	Впровадження нових технологій, що прискорюють виробництво
2. За рівнем конкурентної боротьби - міжнародний	Місцезнаходження компанії не має значення	Розробка веб-сайту компанії
3. За галузевою ознакою - внутрішньогалузева	Всі компанії діють в одній галузі, виробляють і реалізують однакові товари	Можливість запропонувати більше при тих же затратах та ціні на продукт

Табл. 5.8 - Продовження таблиці

4. Конкуренція за видами товарів: - товарно-видова	Конкуренція між товарами одного виду	Покращувати якість продукту та надавати додаткові послуги
5. За характером конкурентних переваг - цінова	Передбачає надання якіснішого продукту	Виробляти якісніший продукт та пропонувати додаткові послуги
6. За інтенсивністю - марочна	Роль торгової марки не має значення	Реклама послуг

Табл.5.9. Аналіз конкуренції в галузі за М. Портером.

Складові аналізу	Прямі конкуренти	Потенційні конкуренти	Постачальники	Клієнти	Товари-замінники
	Немає	THIXOMET	Struers	Компанії-виробники	Немає
Висновки		Інтенсивність низка, конкурент давно на ринку,	Умови на ринку зав'язані на постачальнику	Унікальний товар/послуга	Обмежень немає

Табл. 5.10 – Обґрунтування факторів конкурентоспроможності.

№ п/п	Фактор конкурентоспроможності	Обґрунтування (наведення чинників, що роблять фактор для порівняння конкурентних проектів значущим)
1	Ступінь покращення характеристики	Конкуренти мають розробляти нові методи пробопідготовки
2	Якість розробки	Необхідність в висококваліфікованих кадрах
3	Наявність наукових ресурсів	Для покращення якості продукції та технологічного шляху потрібні наукові ресурси
4	Економічний	Ціна на послуги та товар не повинні бути вище середньоринкової

Табл. 5.11 – Порівняльний аналіз сильних та слабких сторін проекту

№ п/п	Фактор конкурентоспроможності	Бали 1-20	Рейтинг товарів-конкурентів у порівнянні з						
			-3	-2	-1	0	+1	+2	+3
1	Якість розробки	16							
2	Наявність наукових ресурсів	10							
3	Економічний (ціна товару/послуги)	16							

Табл. 5.12 – Альтернативи ринкового впровадження стартап-проекту

№ п/п	Альтернатива (орієнтовний комплекс заходів) ринкової поведінки)	Ймовірність отримання ресурсів	Строки реалізації
1	Пошук необхідних ресурсів (матеріальних, наукових)	50%	1 рік
2	Налагодження процесу розробки	50%	1 рік
3	Спроможність до сервісного обслуговування	50%	1 рік

Обрано альтернативу №1

Табл. 5.13 – Вибір цільових груп потенційних споживачів

№ п/п	Опис профілю цільової групи потенційних клієнтів	Готовність споживачів сприйняти продукт	Орієнтовний попит в межах цільової групи (сегменту)	Інтенсивність конкуренції в сегменті	Простота входу у сегмент
1	Приватні підприємства	Готові	Високий	Середня	Складна
2	Вищі наукові заклади	Готові	Високий	Висока	Складна
Обрано цільову групу №1					

Табл. 5.14 – Визначення базової стратегії розвитку.

№ п/п	Обрана альтернатива розвитку проекту	Стратегія охоплення ринку	Ключові конкурентоспроможні позиції відповідно до обраної альтернативи	Базова стратегія розвитку
1	1	За рахунок низьких цін та якісного продукту	Витрати на обладнання, рекламу продукту	Стратегія диференціації

Табл. 5.15 – Визначення базової стратегії конкурентної поведінки

№ п/п	Чи є проект «першопроходьцем» на ринку?	Чи буде компанія шукати нових споживачів, або забирати існуючих у конкурентів?	Чи буде компанія копіювати основні характеристики товару конкурента, і які?	Стратегія конкурентної поведінки
1	Ні	Будемо працювати з конкурентами та шукати нових споживачів	Ні	Стратегія наслідування лідеру

Табл. 5.16 – Визначення стратегії позиціонування.

№ п/п	Вимоги до товару цільової аудиторії	Базова стратегія розвитку	Ключові конкурентоспроможні позиції власного стартаппроекту	Вибір асоціацій, які мають сформувати комплексну позицію власного проекту (три ключових)
1	Точність та швидкість розробки товару	Стратегія диференціації	Покращення методів пробопідготовки	Оптимальне співвідношення ціна/якість

5.5 Розроблення маркетингової програми стартап-проекту

Табл. 5.17 – Визначення ключових переваг концепції потенційного товару.

№ п/п	Потреба	Вигода, яку пропонує товар	Ключові переваги перед конкурентами (існуючі або такі, що потрібно створити)
1	Тестування продукту перед запуском до виробництва	Зменшення кількості непригідних зразків	Збільшення кількості якісної продукції та зменшення навантаження на виробництво

Табл. 5.17 – Продовження таблиці

2	Сервісне обслуговування товару	Ремонтопридатність товару	Товар більше екологічний, тому що передбачає повторне використання
---	--------------------------------------	------------------------------	---

Табл. 5.18 – Опис трьох рівнів моделі товару

Рівні товару	Сутність та складові
1.Товар за здумом	Методи пробопідготовки зразків для металографічного аналізу
2.Товар у реальному виконанні	Властивості/характеристики
	Якість: висока
	Пакування: -
	Марка: -
3.Товар із підкріпленням	До продажу: -
	Після продажу: сервісне обслуговування
За рахунок чого потенційний товар буде захищено від копіювання: патент	

Табл. 5.19 – Визначення меж встановлення ціни.

№ п/п	Рівень цін на товари- замінники	Рівень цін на товари- аналоги	Рівень доходів цільової групи споживачів	Верхня та нижня межі встановлення ціни на товар/послугу
1	-	500-1000 у.о.	50000 у.о. і вище	500-700 у.о.

Табл. 5.20 – Формування системи збуту

№ п/п	Специфіка закупівельної поведінки цільових клієнтів	Функції збуту, які має виконувати постачальник товару	Глибина каналу збуту	Оптимальна система збуту
1	Заказ послуг/товару на сайті	Розробка та застосування методів пробопідготовки зразків	Канал збуту нульового рівня	Система збуту - традиційна

Табл. 5.21 – Концепція маркетингових комунікацій.

№ п/п	Специфіка поведінки цільових клієнтів	Канали комунікації, якими користуються цільові клієнти	Ключові позиції, обрані для позиціювання	Завдання рекламного повідомлення	Концепція рекламного звернення
1	Спонукають до прийняття рішення	Сайт, реклама	-Дешевизна - Екологічність	Залучити клієнта	Демонстрація отриманих результатів

Висновки до розділу

Як показав проведений вище аналіз, виведення даного продукту на ринок є конкурентоспроможним та рентабельним. Рентабельність цього проекту виражається у доволі низькому рівні конкуренції, за рахунок додаткових послуг, при умові зростанні попиту на продукцію.

Головними показниками конкурентоспроможності даного проекту на ринку є його прагнення до екологічності, прискоренню та зменшенню навантаження на виробництві. Для найвигіднішої реалізації проекту доцільно обрати стратегію диференціації, так як впроваджена додаткова послуга, що є доволі унікальною на даному ринку.

ВИСНОВКИ

Пробопідготовка є найважливішим етапом в металографічному аналізі будь-якого мікроелектронного елементу. За рахунок якісно проведеної підготовки суттєво збільшується шанс отримання інформації щодо дефектів та вразливих областей досліджуваної структури. Обробка отриманих даних дозволяє не тільки зрозуміти причину несправності ІС, а й дасть розуміння того як не допустити таких дефектів у подальшому виробництві.

В даній роботі мною було розроблено методику пробопідготовки багат шарового керамічного конденсатора для отримання чіткого зображення структури, що необхідно при подальшому металографічному аналізі. Для кількох зразків обиралися різні шліфувальні та полірувальні диски, комбінації абразиву та суспензій, кількість обертів на хвилину за різним навантаженням та час перебування зразку на кожному з етапів пробопідготовки. Усі матеріали підбиралися не тільки по параметрам придатності до конкретного зразку, а й зі спробою здешевити процес не втрачаючи якості. Методика була розроблена з урахуванням усунення помилок, що були допущені на попередніх зразках. Кожен з етапів проводився з метою отримати зразок, в якому кожна з похибок, допущених на попередніх етапах була б усунута на наступних.

В результаті експерименту мною отримано чітке оптичне зображення поперечного розрізу багат шарового кремнієвого конденсатора. Так як досліджувана структура містить в собі різні матеріали, тобто кожен з них по-різному відбиває світло, за рахунок чого при спостереганні в оптичному мікроскопі досягається необхідний контраст зображення, це каже про непотрібність додатково проводити травлення структури. На отриманому зображенні чітко видно усі шари структури: сам керамічний конденсатор, контактну металізацію, припій та мідну металізацію монтажної плати. Подряпин структура не має, так як усі подібні дефекти були усунені на етапі полірування, але мною були замічені в шарі припою тріщину, що вже безперервно розширюється, а також одну гнучку тріщину. Форма і морфологія

таких дефектів притаманні тріщинам, що утворилися внаслідок вигину друкованих плат. За результатами огляду отриманого зображення можна заявити, що результуючий зразок повністю відповідає вимогам, що необхідні для наступного металографічного аналізу.

Для подальшого покращення методики необхідно провести більше експериментів з матеріалами інших виробників, та можливо іншим обладнанням, але слід зазначити, що отриманих даних достатньо, щоб використовувати розроблену методику на виробництві.

ПЕРЕЛІК ДЖЕРЕЛ ПОСИЛАННЯ

1. Welford, W. T. Advanced Light Microscopy. Vol. 1. Principles and Basic Properties / W.T. Welford // Journal of Modern Optics. – 1989. – Vol.36, №11. – P 1546-1547.
2. Welford, W. T. Advanced Light Microscopy. Vol. 2. Principles and Basic Properties / W.T. Welford, C.J. Sheppard // Journal of Modern Optics. – 1990. – Vol. 37, №7. – P. 1277-1278.
3. Bradbury, S. Introduction to light microscopy / S. Bradbury, B. Bracegirdle, S. Bradbury, B. Bracegirdle – Oxford: Bios Scientific Publishers; 1998. – 136 p. – ISBN: 1-85996-121-5.
4. Гуров О. М. Патент на корисну модель № 118556 "Спосіб фотофіксації об'єктів медико-криміналістичних досліджень" / О. М. Гуров, Є. Ю. Місюра, В. В. Сапелкін. №201702475. Заявлено 17.03.2017; Опубл. 10.08.2017. Бюл. № 15. – 2017. – С. 2.
5. Василевский, А.М. Оптическая электроника / А.М. Василевский, М.А. Кропоткин, В.В. Тихонов - Энергоатомиздат. Ленингр. отд-ние, 1990. – 176 с.
6. Антонюк, В.С. Методи та засоби мікроскопії / В.С. Антонюк, Г.С. Тимчик, Ю.Ю. Бондаренко. – К.: НТУУ "КПІ", 2013. – 336 с. – ISBN 978-966-622-554-5
7. Lacey, A.J. Light microscopy in biology: a practical approach / A.J. Lacey // OUP Oxford. – 1999. – 447 p.
8. Herman, B. Optical microscopy: emerging methods and applications / B. Herman, J. Lemasters, - Elsevier, 2012. – 433 p.
9. Levoy, M. Light field microscopy / M. Levoy, R. Ng, A. Adams, M. Footer, M. Horowitz // In ACM SIGGRAPH, Papers. – 2006. – P. 924-934.
10. Harutyunyan, H. Nonlinear dark-field microscopy / H. Harutyunyan S. Palomba, J. Renger, R. Quidant, L. Novotny. - Nano letters, 2010. - 135 p.

11. Inoué, S. Polarization microscopy / S. Inoué // Current protocols in cell biology. – 2002. – P. 4-9.
12. de Groot, P. Principles of interference microscopy for the measurement of surface topography / P. de Groot. - Advances in Optics and Photonics, 2015. – 65 p.
13. Lichtman, J.W. Fluorescence microscopy / J.W. Lichtman, J.A. Conchello // Nature methods. – 2005. – P. 910-919.
14. Брандон, Д. Микроструктура материалов. Методы исследования и контроля / Д. Брандон, У. Каплан. - М.: Техносфера, 2004. - 384 с. – ISBN: 5-94836-018-0.
15. Богомолова, Н.А. Практическая металлография: учеб. для сред. проф.-техн. училищ. М.: Высш. шк, 1987. – 272 с.
16. Карпов, Ю.А Методы пробоотбора и пробоподготовки / Ю.А. Карпов, А.П. Савостин. - М.: БИНОМ “Лаборатория знаний”, 2003. – 143 с.
17. Холявко, В.В. Фізичні властивості та методи дослідження матеріалів: Навчальний посібник для студентів / В.В. Холявко, І.А. Владимирський., О.О. Жабинська. – К.: Центр учбової літератури. – 2016. – 156 с. – ISBN 978-617-673-517-5.
18. Анчевский, И. Металлографический анализ многослойных печатных плат / И. Анчевский, А. Медведев // Технологии в электронной промышленности. – 2005. – С. 35-38.
19. Анчевский, И. Целевая металлографическая подготовка к исследованиям электронных и микроэлектронных компонентов / И. Анчевский // Технологии в электронной промышленности. – 2005. – с. 80-83
20. Struers. Методические указания и теория подготовки материалографических образцов. – 2012. – 116 с.
Режим доступа до ресурсу:
<https://www.melytec.ru/production/preparation/notification/metalogguide>

21. Struers. ViaSampling System. – 2015. – 6 p.
Режим доступу до ресурсу:
<https://manualzz.com/doc/34436460/viasampling-system>
22. Struers. LaboPol. – 2012. – 10 p.
Режим доступу до ресурсу: <https://www.struers.com/-/media/Library/Instruction-Manuals/English/Grinding-and-polishing/LaboPol-1-2-4-5-6-15207001-EN-Revision-0.pdf?dmc=1&ts=20211015T0338096269&lm=20201208T122258Z>
23. Struers. Consumable's catalog. – 2012. - 60 p.
Режим доступу до ресурсу:
<https://www.melytec.ru/production/preparation/notification/>
24. Reiter, K. Special aspects of the metallographic preparation of electronic and microelectronic devices / K. Retier, M. Reiter, T. Ahrens // Struct. Mag. – 2002. – P. 12-20.
25. George, F. Metallography principles and practice / F. George, V. Voort. - ASM international. – 2007. – 773 p. - ISBN-13: 978-0-87170-672-0.
26. Moskal, G. Metallographic preparation of the conventional and new TBC layers / G. Moskal, B. Witala, A. Rozmysłowska // Archives of materials Science and Engineering. – 2009. – P. 53-60.
27. Логвиненко, В.А. Анализ объектов. Пробоотбор и пробоподготовка / В.А. Логвиненко, В.П. Фадеева. – 2015. – 17 с.
28. Romberg, J. Metallographic preparation of aluminium-titanium composites / J. Romberg, J. Freudenberger, J. Scharnweber, U. Gaitzsch, T. Marr, A. Eschke, U. Kühn, C. Oertel, I. Okulov, R. Petters, W. Skrotzki // Practical Metallography. – 2013. – Vol. 15, №11. – P. 739-753.
29. McCall, J. Metallographic specimen preparation: optical and electron microscopy / J. McCall. – Springer Science & Business Media, 2012. – 355 p.