

хімічної чистоти поверхні напівпровідника і стабілізації її електронного стану.

Таким чином, узагальнення одержаних нами експериментальних результатів показує, що історично відомий спосіб вимірювання КРП методом динамічного конденсатора (метод Кельвіна) може бути використаний і сьогодні як ефективний засіб контролю та стандартизації техпроцесів напівпровідникового та мікроелектронного виробництва. Розроблена на базі даного методу установка вимірювання поверхневого потенціалу дозволяє одержувати актуальну експрес-інформацію щодо контролю за діючими технологічними процесами, а також формувати банк експериментальних даних для розробки нових технологій міжопераційних і кінцевих обробок поверхні кремнію та інших напівпровідникових матеріалів.

1. Проблемы физики поверхности полупроводников / О. В. Снитко, Н. В. Саченко, В. Е. Примаченко / Под ред. О. В. Снитко. - К.: Наук. думка, 1981. - 332 с. 2. Киселев В. Ф., Крылов О. В. Адсорбционные процессы на поверхности полупроводников и диэлектриков. - М.: Наука, 1978. - 256 с. 3. Чистяков Ю. Д., Райнова Ю. П. Физико-химические основы технологии микроэлектроники. - М.: Металлургия, 1979. - 408 с. 4. Шуляковский А. Е., Сотни-

ков В. С., Иванов В. И. Процессы отмывки кремниевых подложек в производстве полупроводниковых приборов // Обзоры по электронной технике. - Сер. 2.: Полупроводниковые приборы. - 1984. - Вып. 2 (106) - 72 с. 5. Ржанов А. В. Электронные процессы на поверхности полупроводников. - М.: Наука. - 480 с. 6. Физико-химические методы обработки поверхности полупроводников / Б. Д. Луфт, В. А. Перевоицков, Л. Н. Возмилова / Под ред. Б. Д. Луфте. - М.: Радио и связь, 1982. - 136 с. 7. Баранский П. И., Клочков В. П., Потыкевич И. В. Полупроводниковая электроника. Свойства материалов: Справочник. - К.: Наук. думка, 1975. - 704 с. 8. Литовченко В. Г., Снитко О. В. Поверхностные свойства кремния // Физика твердого тела. - 1960. - Т. 2. - № 4. - С. 591-604. 9. Мазуркевич Я. С., Волощук А. Г., Билоголовка В. Т. Финишная очистка поверхности кремниевых пластин в азеотропных смесях // Тез. докл. II Всесоюз. конф.: Физ. основы надежности полупроводниковых приборов и микросхем. - Т. 1.- Кишенев, 1986. - С. 27. 10. Влияние подготовки поверхности кремния на качество термически выращенных слоев двуокиси кремния / В. Д. Алехин, Э. Т. Ажажа, Н. Л. Полякова, Л. А. Степанова // Электронная техника.- Сер.2: Полупроводниковые приборы. - 1975. - Вып. 10 (102). - С. 112-117.

УДК 681.2

ШЛЯХИ ПІДВИЩЕННЯ ТОЧНОСТІ ВИМІРЮВАННЯ ПОВЕРХНЕВОГО НАТЯГУ РІДИН МЕТОДОМ ЛЕЖАЧОЇ КРАПЛІ

© Горслов В. О., 2002

Івано-Франківський національний технічний університет нафти і газу

Розглянуто регресійні методи визначення поверхневого натягу рідин методом лежачої краплі. Показані різні шляхи підвищення точності визначення поверхневого натягу методом лежачої краплі з використанням сучасних засобів відеотехніки і обчислювальної техніки.

Історично сформувався два підходи до вирішення задачі визначення поверхневого натягу рідин σ на межі з оточуючим її газом методом лежачої краплі [1].

Один із них характеризується мінімальним числом вимірюваних величин, які необхідно отримати із досліду. На реальному профілі меніска лежачої краплі визначаються координати двох точок [1] (або одна з відомим кутом нахилу дотичної) при відомих координатах вершини краплі – омболічної точки, через які проводиться теоретичний профіль, що характеризується радіусом кривизни в омболічній точці R_0 та капілярною сталою a^2 , значення якої підлягає визначенню. У цьому випадку інформація про

інші точки профілю не використовується.

Точність визначення поверхневого натягу при цьому визначається точністю визначення координат всіх вказаних точок. Цей підхід не використовує усіх резервів, якими володіє метод лежачої краплі. Якщо визначити координати значно більшої кількості точок поверхні, та ще й у різних її меридіанних січеннях, то шляхом мінімізації відхилень теоретичного профілю від реального можна суттєво зменшити вплив випадкових похибок, які будуть мати місце при визначенні координат точок. В цьому і полягає відмінність другого підходу визначення σ від першого. Звичайно, що при цьому зростає трудоемкість процедури визначення σ , але наявність як спеціаль-

них засобів відеотехніки для отримання координат відповідних точок профілю лежачої краплі, так і засобів обчислювальної техніки з відповідним програмним забезпеченням дозволить практично цього не відчувати.

Як у першому, так і у другому випадках шукає значення σ знаходиться шляхом ітераційної процедури.

При цьому підбір оптимального теоретичного профілю здійснюється шляхом розв'язку такої системи диференціальних рівнянь [2, 3]:

$$\begin{cases} \frac{d\varphi}{dl} = 2/R_0 - \frac{\sin\varphi}{x} + \frac{2}{a^2}z, \\ \frac{dx}{dl} = \cos\varphi, \\ \frac{dz}{dl} = \sin\varphi, \end{cases} \quad (1)$$

де φ – кут нахилу дотичної до профілю лежачої краплі у даній точці; l – довжина дуги профілю краплі від омболічної точки до розглядуваної; x, y – відповідно горизонтальна і вертикальна координати точки профілю; $a^2 = 2\sigma / \Delta\rho g$ – капілярна стала рідини; $\Delta\rho$ – різниця густин рідини і навколишнього газового середовища. Початковими умовами для розв'язку рівнянь системи (1) при $\varphi=0$ є такі: $x=y=0$, $R_1=R_2=R_0$, де R_1 і R_2 – радіуси кривизни поверхні в омболічній точці поверхні краплі т. O , що розглядається у взаємно-перпендикулярних перерізах, один із яких є меридіанним.

Досягнення оптимального теоретичного профілю реалізується шляхом відповідного підбору параметрів R_0 та a^2 , які забезпечують співпадання його із експериментальним профілем із заданою наперед похибкою. Підбирання значень параметрів R_0 та a^2 в процесі ітераційної процедури відбувається по чергові: наприклад, спочатку при фіксованому значенні a^2 змінюється R_0 з підгонкою теоретичного профілю до експериментальних точок у напрямку x , потім для знайденого R_0 змінюється a^2 з наближенням теоретичного профілю до експериментальних точок у напрямку z . Така процедура здійснюється до тих пір, поки R_0 та a^2 не перестануть змінюватися у межах заданої похибки, або функція мінімізації відхилення теоретичного профілю від практичного не прийме заданого мінімального значення.

Такі алгоритми оформлені у вигляді комп'ютерних програм. Необхідні початкові значення a^2 і R_0 згідно [2] знаходяться наступним чином. Першим визначають значення a^2 із таблиць

Башфорта і Адамса, котра входить у програму як її складова частина. Як оцінки координат екваторіальної точки x_e і z_e краплі беруть координату точки (із всього набору експериментальних даних), котра має найбільше значення x . Значення R_0 визначають як радіус кривизни у вершині еліпса із співвідношенні осей x_e/z_e . При усій своїй зовнішній простоті такий спосіб має такі недоліки: значний час, який необхідний на розрахунок і обробку значень таблиць Башфорт і Адамса із достатньою точністю, також значний розкид експериментальних даних координат всіх x_i і z_i , крім x_e , що, незважаючи на значну кількість цих даних, приводить до низької точності результатів визначення σ .

За будь-якого із розглянутих вище підходів при проведенні обчислень зручно переходити до такої системи координат, у якій за нуль координат приймається вертикальна і горизонтальна координати вершини краплі \bar{z}_0 та \bar{x}_0 (рис. 1) [1]. Це викликано тим, що при використанні як джерела зображення відеокамери її нуль координат знаходиться у верхньому лівому кутку, у той час як для проведення обчислень зручно, щоб початок відліку був у вершині лежачої краплі. Тому ордината і абсциса точки профілю краплі у системі координат x, z пов'язується із системою координат \bar{x}, \bar{z} наступним чином:

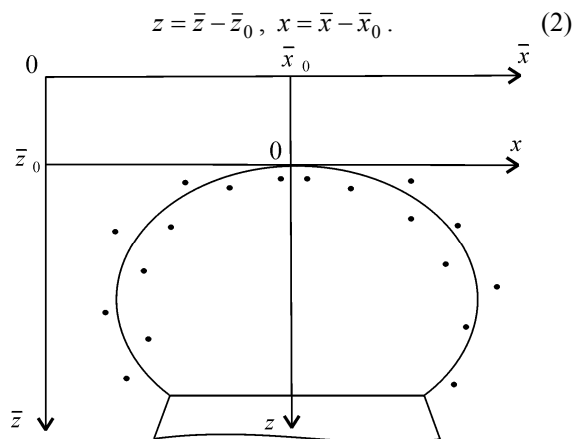


Рис. 1. Теоретичний профіль меніска і експериментальні точки у системі координат \bar{x}, \bar{z}

Даний прийом дозволяє обійти проблему точної фіксації вершини краплі, від якої ведуть відлік координат точок профілю.

Важливе значення має функція, що використовується для побудови оптимального теоретичного профілю лежачої краплі, яка наведена у [1], а саме:

$$E_{x,z} = \frac{1}{2} \sum_{i=1}^N \left\{ \left[x \pm (\bar{x}_0 - \bar{x}_i)^2 \right] + \left[z + (\bar{z}_0 - \bar{z}_i)^2 \right] \right\}, \quad (3)$$

де \bar{x}_i і \bar{z}_i – координати i -ї експериментальної точки у цій системі координат.

Знак “плюс” перед доданками $(\bar{x}_0 - \bar{x}_i)$ у виразі (3) відповідає точкам з $\bar{x}_i > \bar{x}_0$, а “мінус” – точкам з $\bar{x}_i < \bar{x}_0$. Вибір нової системи координат, не прив’язаної до вершини краплі, знімає проблему точного встановлення положення вершини краплі. У [2] цей прийом здійснювався тільки по відношенню до ординати. Неважко помітити із рис. 1, що значення функції $E_{x,z}$ формується шляхом сумування нормальних відстаней між експериментальними точками і теоретичним профілем.

Суть комбінованого методу, який дозволяє підвищити точність визначення a^2 у порівнянні із вищеписаними підходами, полягає у наступному. Вимірюють діаметр торця ножового капіляра, на якому повинна бути сформована лежача крапля, формують краплю, вимірюють висоту краплі і її екваторіальний діаметр.

Діаметр капіляра d_k вимірюють із використанням вимірювального мікроскопа. Похибка вимірювання d_k повинна бути не більшою 1-2 мкм. Це дасть можливість масштабувати інші розміри зображення краплі, що отримується за допомогою відеокамери, тому точність визначення усіх інших геометричних розмірів лежачої краплі буде базуватися на точності попереднього визначення d_k .

Для розв’язку системи диференціальних рівнянь (1) задаються реально можливими значеннями a^2 і R_0 виходячи із того, що $R_0 \approx 2d_k$, а значення a^2 може змінюватися в діапазоні від 5 до 20 мм². Нехай $a^2 \approx 15$ мм², а $R_0 \approx 3$ мм. Після цього розраховують за допомогою системи рівнянь координати точок теоретичного профілю лежачої краплі і порівнюють екваторіальний діаметр теоретичного профілю із екваторіальним діаметром реального профілю. Шляхом зміни значення R_0 мінімізують розходження між ними. Після цього, змінюючи значення a^2 , досягають проходження теоретичного профілю краплі через точку, яка відповідає діаметру капіляра d_k . Звичайно, що при цьому збільшується розходження між теоретичним і експериментальним екваторіальним діаметрами. Подальшою почерговою зміною значень R_0 і a^2 досягають такого теоретичного профілю краплі, який із похибкою не більше 1 мкм буде проходити через точку, що відповідає діаметру d_k і мінімальним відхиленням від експериментально виміряних висоти краплі і її екваторіального діаметра.

На рис. 2 процедуру отримання оптимальних значень R_0 і a^2 для спрощення показано шляхом виконання трьох послідовних наближень (ітерацій).

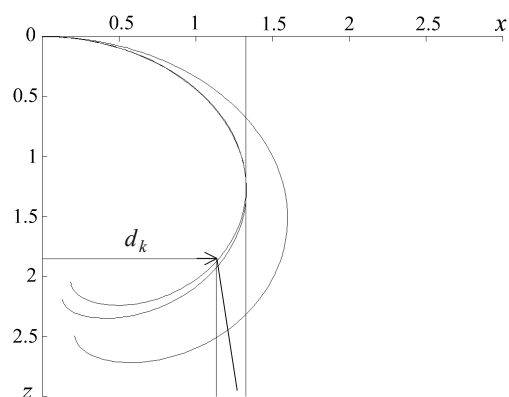


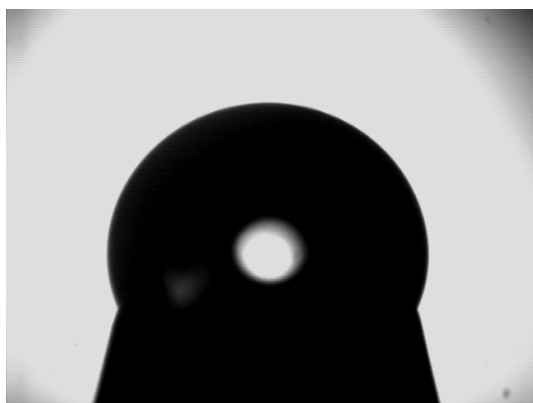
Рис. 2. Процедура наближення теоретичного профілю лежачої краплі до реального профілю

З метою експериментальної перевірки запропонованого комбінованого методу визначення поверхневого натягу методом лежачої краплі був використаний ножовий металічний капіляр, діаметр торця вихідного отвору якого $d_k = 1,25$ мм, який був виміряний за допомогою мікроскопа МБС-10 з ціною поділки 0,014 мм. Досліджуваною рідиною була дистильована вода ($\sigma = 72,25$ мН/м; $\rho = 1000$ кг/м³, $t = 20$ °С). Реєстрація висот і екваторіальних діаметрів краплі в процесі її утворення здійснювалася за допомогою відеокамери із роздільною здатністю 640x480 піксел. На рис. 3а показано положення краплі на 1-й стадії її утворення (поз. 1 табл. 1), на рис. 3б – положення краплі на 2-й стадії (поз. 5 табл. 1).

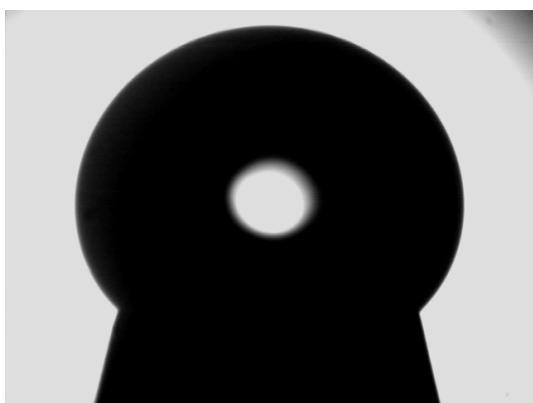
Розрахунок теоретичних профілів лежачих крапель для кожної із п’яти позицій табл. 1 здійснювався шляхом розв’язку системи диференціальних рівнянь (1) методом Рунге-Кутта 4-го порядку. При цьому допустимі відхилення теоретичних екваторіального діаметра краплі і її висоти від виміряного експериментально становив 0,01 мм, а відхилення між діаметром торця d_k і профілем краплі по осі x не перевищував 0,005 мм. Отримані при цьому результати розрахунку поверхневого натягу σ на основі визначених значень a^2 для кожної із п’яти позицій лежачої краплі вказані у табл. 1. Кількість ітерацій при цьому змінювалася від 85 до 98.

Таблиця 1 – Результати вимірювань і обчислення значення σ методом лежачої краплі.

№ поз.	Екватор. діаметр, мм	Висота, мм	σ , мН/м
1	1,21	1,55	71,5
2	1,24	1,62	71,3
3	1,26	1,69	71,1
4	1,33	1,86	70,5
5	1,35	1,91	71,5



а)



б)

Рис. 3. Стадії утворення краплі

Як видно із табл. 1 отримані запропонованим методом значення σ є меншими за 72,25 мН/м. Це, можливо, викликано адсорбцією на поверхню утвореної лежачої краплі різних компонентів із навколишнього повітря, низькою точністю вимірювання висоти, екваторіального діаметра лежачої краплі, а також діаметра торця вихідного отвору ножового капіляра.

Розглянемо ще одну із модифікацій методу лежачої краплі, яка може бути реалізована шляхом використання відповідної відеотехніки і обчислювальної техніки.

Нехай параметром, який слугуватиме для ідентифікації краплі, виступатиме її меридіанна площа S . Безумовно, сама по собі вона не є визначальною характеристикою, що однозначно виділяє краплю з

множини інших. Тому, щоб виключити неоднозначність, введемо ще один параметр, наприклад, висоту краплі при відомому значенні d_k .

На основі розрахункових даних, які можуть бути отримані шляхом спільного розв'язку системи рівнянь (1) і рівняння

$$\frac{dS}{dl} = 2xdz, \quad (4)$$

складається таблиця, що описує залежність капілярної сталої досліджуваних рідин від площі меридіанного перерізу лежачої краплі та її висоти (табл. 2).

Таблиця 2 – Результати розрахунку значень $a^2 = f(S, z)$.

$S \backslash z$	S_1	S_2	S_3	S_j	S_n
z_1	a^2_{11}	a^2_{12}	a^2_{13}	a^2_{1j}	a^2_{1n}
z_2	a^2_{21}	a^2_{22}	a^2_{23}	a^2_{2j}	a^2_{2n}
z_i	a^2_{i1}	a^2_{i2}	a^2_{i3}	a^2_{ij}	a^2_{in}
z_m	a^2_{m1}	a^2_{m2}	a^2_{m3}	a^2_{mj}	a^2_{mn}

На основі вимірених значень S і z , а також даних табл. 2 необхідно визначити область таких значень a^2 , які приблизно відповідають табличним значенням S і z . Після цього з метою більш точного визначення значення a^2 його розраховують шляхом ітераційного розв'язку рівнянь (1) і (4) до тих пір, поки розраховані і теоретичні значення S і z не будуть співпадати із заданою точністю. При цьому точність отримання значення a^2 буде також залежати від точності засобів для вимірювання висоти краплі і її меридіальної площі.

1. Межфазная тензиометрия / А. И. Русанов, В. А. Прохоров. - СПб.: Химия, 1994. - 400 с. 2. Butler J. N., Bloom B. H. // Surface Sci. - 1996. - Vol. 4. - № 1. - P. 1-17. 3. Іващенко Ю. М., Єрьоменко В. Н. Основи прецизійного вимірювання поверхневої енергії розплавів металів за методом лежачої краплі. - К.: Наукова думка, 1972.

