



СОЮЗ СОВЕТСКИХ СОЦИАЛИСТИЧЕСКИХ РЕСПУБЛИК
ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ ПО ИЗОБРЕТЕНИЯМ И ОТКРЫТИЯМ ПРИ
ГОСУДАРСТВЕННОМ КОМИТЕТЕ СССР ПО НАУКЕ И ТЕХНИКЕ (ГОСКОМИЗОБРЕТЕНИЙ)

АВТОРСКОЕ СВИДЕТЕЛЬСТВО

№ 1753372

На основании полномочий, предоставленных Правительством СССР, Госкомизобретений выдал настоящее авторское свидетельство на изобретение:

«Способ определения дефектов пленки»

Автор (авторы): Бекман Игорь Николаевич и Дзелме Юрис Робертович
ЛАТВИЙСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ ИМ. П. СТУЧКИ

Заявка № 4853811. Приоритет изобретения 22 мая 1990 г.

Зарегистрировано в Государственном реестре изобретений СССР

8 апреля 1992 г.

Действие авторского свидетельства распространяется на всю территорию Союза ССР.

Председатель Комитета

Начальник отдела

(19) SU (11) 1753372 A1

(51) G 01 N 15/08

ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

(21) 4853811/25

(22) 22.05.90

(46) 07.08.92. Бюл. № 29

(71) Латвийский государственный университет им. П.Стучки

(72) **И.Н.Бекман и Ю.Р.Дзелме**

(56) Авторское свидетельство СССР №1453260, кл. G 01 N 15/08, 1986.

Авторское свидетельство СССР № 1354067, кл. G 01 N 15/08.

(54) СПОСОБ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ДЕФЕКТОВ ПЛЕНКИ

(57) Использование: изобретение относится к технике контроля пленочных материалов и может быть использовано в электронной промышленности. Сущность: способ заключается в протягивании исследуемой пленки через камеру измерения, состоящую из нескольких частей с заданными выбранными длинами частей и чувствительностью детекторов. Измеряют количество прошедшего через пленку газа, по которому судят о дефектах пленки.

3 з.п.ф-лы.

Изобретение относится к технике контроля качества пленочных материалов.

Известны способы определения сорбционных параметров, характеристик пористых материалов, проницаемости пористых материалов, основанных на массопереносе диффузанта, используемого в качестве зонда в исследуемом материале.

Эти способы не позволяют разделить дефекты различного типа в материале.

Наиболее близким по технической сущности к предлагаемому является способ измерения проницаемости газов и паров через мембраны, основанный на создании перепада давлений между двумя камерами, разделенными мембраной, и измерении потока газа или пара.

Способ не позволяет разделить дефекты разного типа в мембране.

Цель изобретения - расширение информативности путем обеспечения возможности разделения дефектов в исследуемой пленке.

Поставленная цель достигается тем, что исследуемую пленку протягивают через камеру измерения со средней скоростью, определяемой из условий

$$\frac{dD}{\ell^2} \ll v < \frac{Dg}{\ell^2} \quad (1)$$

где v - скорость протягивания пленки, м/с; d - длина камеры измерения, равная требуемой точности локализации дефектов пленки, м; D - коэффициент диффузии через материал пленки газа, используемого в качестве зонда, м²/с; D_g - коэффициент диффузии через дефектные места пленки газа, используемого в качестве зонда, м²/с; l - толщина пленки, м, поддерживают внутри камеры измерения постоянную концентрацию газа, используемого в качестве зонда, преимущественно гелия, с одной (входной) стороны пленки, измеряют количество прошедшего через пленку газа в начальной части камеры длиной

$$d_0 < \frac{v\ell^2}{Dg} \quad (2)$$

с другой (выходной) стороны пленки и в последующих (одной или нескольких) частях камеры длиной

$$d_1 > \frac{v\ell^2}{Dg} \quad (3)$$

каждая с выходной стороны пленки через интервалы времени

$$\Delta t \leq \frac{d}{v}, \quad (4)$$

причем чувствительность детектора и концентрацию зондового газа выбирают из условия

$$\frac{q}{c} < \frac{\Delta t D_g S}{\ell} \quad (5)$$

где q - чувствительность детектора, см³; C - концентрация газа с входной стороны в приповерхностном слое пленки, см³/см³; S - минимальная суммарная площадь дефектов на участке пленки длиной d , которую необходимо обнаружить, м².

и по наличию зондового газа с выходной стороны пленки в начальной части камеры судят о наличии сквозных отверстий в пленке, а по наличию зондового газа в последующих частях камеры с выходной стороны - о наличии дефектных мест с увеличенной скоростью диффузии.

Кроме того, для проверки сплошности поверхностного покрытия пленки проводят преимущественно после нагревания пленки, измерение количества зондового газа с входной стороны пленки непосредственно после прохождения пленкой части камеры с зондовым газом.

Кроме того, внутри камеры измерения с входной стороны пленки поддерживают давление, превышающее давление с выходной стороны пленки.

Кроме того, используют в качестве зондового газа смесь нескольких газов с различными характеристиками взаимодействия с пленкой (диффузии, адсорбции).

В предлагаемом способе используется различие времени массопереноса через материал пленки, через дефектные места с измененной структурой и через трещины, дырки и другие нарушения сплошности пленки. Зная характерное время диффузии, через дефекты определенного типа в пленке

$$\tau_g = \frac{\ell^2}{D_g} \quad (6)$$

можно выбрать такое соотношение длины камеры измерения с выходной стороны и скорости передвижения пленки, что за время прохождения пленки массоперенос через дефекты успеваает осуществиться, т.е.

$$\frac{d}{v} > \tau_g \quad (7)$$

а массоперенос через материал пленки и через другие дефекты с меньшим коэффициентом диффузии еще пренебрежимо мал, т.е.

$$\frac{d_1}{v} \ll \frac{\ell^2}{D} \quad (8)$$

Используя участки камеры с различной длиной для измерения количества зондового газа с выходной стороны, можно определить наличие разного типа путей ускоренной диффузии в пленке, в том числе и такие, которые нельзя обнаружить рентгеновской дефектоскопией или другими методами, фиксирующими только отклонение плотности материала от средней, но не учитывающими изменения структуры материала.

Передвижение пленки можно совершать не только непрерывно, но и скачкообразно, через интервалы времени, определяемые соотношением (4). Выбирая чувствительность детектора и давление зондового газа, можно обеспечить необходимую точность измерений. Концентрация зондового газа в приповерхностном слое пленки при этом обычно просто связана с давлением газа

$$C = K P, \quad (9)$$

где P - давление зондового газа, Па; K - константа равновесия, $\text{см}^3/(\text{см}^3\text{Па})$.

Дефекты на поверхности пленки могут иметь повышенную способность сорбировать различные газы. Предлагаемый способ позволяет обнаружить дефекты с повышенной сорбцией с помощью анализа состава десорбируемого с входной стороны пленки зондового газа. Десорбция существенно ускоряется при повышении температуры, поэтому предлагается нагревать пленку.

40 например, с помощью света или СВЧ излучения после проведения сорбции.

В качестве зондового газа можно использовать гелий, так как он имеет сравнительно большой коэффициент диффузии в большинстве полимерных материалов, легко доступен, не требует специальных мер предостережения при работе, легко анализируется, например, с помощью катарометра. Для обнаружения дефектов на поверхности пленки к зондовому газу может быть добавлен газ, сильно сорбирующийся интересующим видом дефектов.

Пример.

Берут пленку полиэтилена толщиной 500 мкм и протягивают через камеру измерения длиной $d = 5$ см, содержащей He, со скоростью $v = 0.1$ см/с. Измерения с помощью катарометра проводят через интервалы времени $\Delta t = d/v = 50$ с. С одной стороны пленки в камере поддерживается постоянное парциальное давление He, равное одной атмосфере. С выходной стороны пленки, имеющей коэффициент диффузии для He $D = 10^{-8}$ $\text{см}^2/\text{с}$, гелий появляется, только продиффундировав через дефектные места с коэффициентом диффузии $D_g < 10^{-6}$ $\text{см}^2/\text{с}$ или через дырки, так как число Фурье F для диффузии через пленку

$$F = \frac{D\Delta t}{\ell^2} = 0,02 \ll 1,$$

а для диффузии через дефекты

$$F_g = \frac{D\Delta\tau}{\ell^2} = 0,2 > 1$$

Длина начальной части камеры измерения с выходной стороны пленки $d_o = 0,5$ см, поэтому через дефектные места с коэффициентом диффузии $D_g = 10^{-6}$ см²/с гелий не успевает пройти, так как число Фурье для начальной части

$$F_{go} = \frac{D_g d_o}{\ell^2 v} = 0,2 \ll 1.$$

Сигнал о появлении гелия в начальной части камеры измерения с выходной стороны пленки свидетельствует о наличии дырки или другого дефекта с коэффициентом диффузии для гелия

$$D_{g0} > \frac{\ell^2 v}{d_o}, \text{ см}^2/\text{с}$$

Используя детектор, регистрирующий гелий с чувствительностью $q = 10^{15}$ атом, и обеспечивая концентрацию гелия в пленке на входной стороне $C = 10^{19}$ ат/см . обнаруживают дефектные места с повышенным коэффициентом диффузии $D_g = 10^6$ см²/с с общей площадью, превышающей

$$S > \frac{q\ell}{C\Delta t D_g} = 0,3 \cdot 10^{-2}, \text{ см}^2$$

По сравнению с известным предлагаемый способ позволяет определить наличие нескольких типов дефектов пленки. Способ позволяет обнаружить в пленке дефекты структуры, не меняющие плотность, и поэтому не поддающиеся обнаружению с помощью рентгеновской дефектоскопии и других методов, основанных на измерении отклонений плотности от средней. Способ позволяет эффективно проверять качество металлического покрытия на полимерной пленке, а также разные другие многослойные пленочные изделия. Непрерывность процесса измерения позволяет легко использовать способ в качестве части непрерывного технологического процесса изготовления пленки.

Формула изобретения

1. Способ определения дефектов пленки, основанный на создании перепада концентраций между двумя камерами, разделенными пленкой, и измерении проникающего через пленку потока, отличающийся тем, что с целью расширения информативности путем обеспечения разделения дефектов, протягивают исследуемую пленку через камеры измерения со скоростью

$$\frac{dD}{\ell^2} \ll v < \frac{D_g}{\ell^2},$$

где d - длина камеры измерения, равная требуемой точности локализации дефектов пленки м; D_g - коэффициент диффузии через дефектные места пленки газа, используемого в качестве зонда, м²/с; D - коэффициент диффузии газа через пленку м²/с; ℓ - толщина пленки, м, поддерживают внутри камеры измерения постоянную концентрацию газа, используемого в качестве зонда, с входной стороны пленки, измеряют количество прошедшего через пленку газа в начальной части камеры длиной $d_o < v\ell^2/D_g$ с выходной стороны пленки и в последующих одной или нескольких частях камеры длиной $d_l > v\ell^2/D_g$ каждая с выходной стороны пленки через интервалы времени $\Delta t \leq d/v$, причем концентрацию зондового газа выбирают из условия

$$\frac{q}{C} < \Delta t D_g \frac{S}{\ell} < d D_g \frac{S}{v\ell} \approx \ell S$$

где S - минимальная суммарная площадь дефектов на участке пленки длиной d , которую необходимо обнаружить, м²; C - концентрация газа в приповерхностном слое пленки с входной стороны $C = KP$, где P - давление, Па; K - константа равновесия; q - чувствительность детектора газа, см³.

и по наличию зондового газа с выходной стороны пленки в начальной части камеры судят о наличии сквозных отверстий в пленке, а по наличию зондового газа в последующих частях камеры - о наличии дефектных мест с увеличенной скоростью диффузии.

2. Способ по п. 1.отличающийся тем, что с целью проверки сплошности поверхностного покрытия пленки, измерение количества выделившегося зондового газа с входной стороны пленки проводят после нагревания пленки непосредственно после прохождения пленкой части камеры с зондовым газом.
3. Способ по п.1.отличающийся тем, что в качестве зондового газа используют смесь нескольких газов с различными характеристиками взаимодействия с пленкой.
4. Способ по п.1.отличающийся тем, что внутри камеры измерения с входной стороны пленки поддерживают давление, превышающее давление с выходной стороны пленки.