

## РЕЗОНАНСНЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТОЛЩИН ВАКУУМНО-ОСАЖДЕННЫХ ТОНКИХ ПЛЕНОК

А. В. Кузьмин, В. Е. Семененко, Н. Г. Стервоедов, А. С. Посухов

*Харьковский национальный университет им. В. Н. Каразина*  
4, пл. Свободы, Харьков, 61077, Украина  
E-mail: [kuzyavolley@mail.ru](mailto:kuzyavolley@mail.ru)

В данной работе рассмотрен метод измерения толщины нанесённой плёнки и скорости её напыления методом кварцевого датчика. Установлено, что при помощи резонансного метода может быть осуществлен непрерывный контроль толщин тонких пленок в диапазоне 10-100 нм. Определена структура пленок никеля и зависимость их толщин от резонансной частоты кварцевого кристалла. Ил. 6. Табл. 1. Библиогр.: 10 назв.

**Ключевые слова:** резонансный метод, тонкие пленки, диффузия, кварцевый измеритель толщины.

С момента открытия А. Ф. Иоффе эффекта резкого повышения пластичности кристаллов каменной соли и П. А. Ребиндером эффекта адсорбционного снижения прочности внимание исследователей привлечено к процессам, протекающим на поверхности твердого тела [1, 2].

Свойства тонких пленок существенно отличаются от аналогичных характеристик массивного образца, что обусловлено процессами, происходящими во время ее образования. Однако данные о свойствах, структуре, фазовом составе пленок, сформированных в различных условиях, неоднозначны и являются предметом многочисленных исследований [3, 4].

Одна из перспективных областей нанотехнологий – нанесение тонких пленок в вакууме (нанослоев) и модифицирование поверхности пленок с использованием термического нагрева, ионных пучков [5]. В настоящее время определены возможные области применения нанослоев. Это защитные покрытия на различных видах деталей с улучшенными триботехническими характеристиками, термо- и диффузионные барьеры, полупроводниковые датчики, макро- и нанокompозиты [6, 7]. Сверхтонкие (порядка нескольких нанометров), сверхтвердые пленки углерода (алмазоподобные покрытия, DLC, Та-С) предполагается использовать для защиты тонкого магнитного слоя жестких дисков компьютеров, толщина которого уменьшается по мере повышения емкости накопителей. При этом требования к поверхности увеличиваются, что обуславливает необходимость разработки различных методов получения и тщательного контроля толщины тонких пленок различного назначения [7, 8, 9]. Среди различных методов определения толщины тонких пленок (оптический, акустический, электросопротивления) наиболее эффективным является резонансный метод, позволяющий контролировать толщину пленки в процессе ее формирования.

Целью данной работы является изучение особенностей резонансного метода определения толщин тонких пленок Ni, получаемых в вакууме, отработка методики непрерывного контроля их толщины и структуры в процессе напыления.

**1. Постановка задачи.** Работа является составной частью проводимых исследований диффузионных процессов в гетерофазных материалах адсорбционным методом [10]. Согласно этой методике, если толщина образца велика, а нанесенный радиоактивный слой достаточно тонок (10-100 нм), то отношение активности до и после отжига определяется соотношением [7]

$$\frac{J}{J_0} = \exp(z^2) \operatorname{erf}(z), \quad (1)$$

$$z = \mu^2 Dt, \quad (2)$$

где  $D$  – коэффициент диффузии;  $\mu$  – коэффициент поглощения излучения материалом матрицы;  $t$  – время отжига.

Решение уравнений (1) и (2) позволяет определить величину  $z$  и соответственно коэффициент диффузии  $D$  при данной температуре. Важной особенностью методики является определение глубины диффузии изотопа ( $h$ ). При малых коэффициентах диффузии можно получить надежные результаты только в том случае, если толщина радиоактивного слоя намного меньше  $h$ . При  $h \sim 10$  мкм толщина радиоактивного слоя не должна превышать 0,5 мкм. При больших толщинах будут активно протекать эффекты самопоглощения. Следовательно, необходим тщательный контроль толщины напыленного радиоактивного слоя.

Как известно, для повышения стабильности частоты генерируемых колебаний частотоподающий контур автогенератора должен иметь высокую добротность [10]. Реализуемый в данной работе кварцевый резонатор, добротность которого достигает значения  $10^6$  и более, является наибо-

лее эффективным способом стабилизации частоты автогенератора (кварцевая стабилизация).

Резонансный метод позволяет отслеживать: текущую толщину плёнки, скорость напыления, абсолютную частоту датчика, послойное изменение частоты, время напыления слоя, позволяет многократно работать с образцом, не повреждая его.

**2. Методика эксперимента.** Эксперимент по напылению никелевых пленок проводился на исследовательской установке ВП-1, предназначенной для напыления тонких пленок в вакууме для дальнейшего исследования пара-

метров диффузии в различных материалах. Структурная схема установки представлена на рис. 1. (1 - вакуумная камера, 2 - форвакуумный насос 2НВР-5Д, 3 - диффузионный насос М-500, 4 - вакуумные затворы, 5 - силовой трансформатор, 6 - нагревательный элемент, 7 - тигель с напыляемым никелем, 8 - подложка для образцов, 9 - исследуемые образцы, 10 - водяное охлаждение камеры и кварцевого резонатора, 11 - контроль толщины напыляемого изотопа (КИТ – 2МК), 12 - кварц.

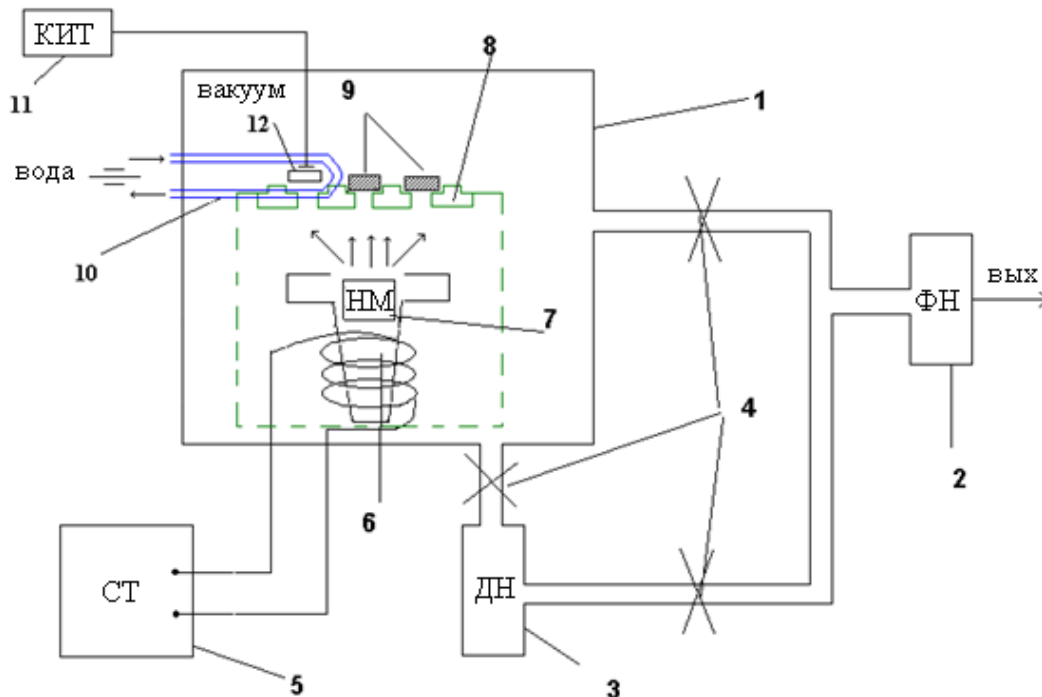


Рис. 1. Структурная схема установки ВП-1

На подложку 8 помещались образцы 9 круглой и полукруглой формы из Мо либо Та. Под образцами расположен тигель с образцом (Ni) 7. Режимы напыления были получены из экспериментов по определению упругости паров никеля. Как видно из рис. 2, оптимальному режиму напыления соответствует температура  $\geq 1250$  °С. Напыление пленок проводилось при температуре 1300 °С, температура измерялась при помощи вольфрам-рениевой термопары с точностью до 5 °С. Все исследования проводились в вакуумной камере при давлении  $\leq 10^{-6}$  тор.

При напылении Ni на кварц (12) за счет изменения массы меняется его резонансная частота. Зависимость частоты колебаний от количества осажденного вещества определяется [4]

$$\Delta f = -\frac{Kf_0\Delta M}{N\rho_q A_m} = -\frac{KN\Delta M}{\rho_q d_q^2 A_m}, \quad (3)$$

где  $\rho_q$  - плотность кварца (2,65 г/см<sup>3</sup>);  $K$  - постоянная, близкая к единице, величина которой зависит от распределения осажденной пленки по площади  $A_m$  датчика ( $A_m$  - площадь электродов, поскольку было показано, что вне электродов колебания пренебрежимо малы и осаждение вещества на эти участки в общем изменение частоты  $\Delta f$  дает вклад порядка 1 %). Коэффициент пропорциональности в уравнении (3) между величиной смещения частоты и массой осажденного вещества на единицу площади (чувствительность кристалла к определению массы) определяется соотношением.

$$C_f = N / \rho_q d_q^2. \quad (4)$$

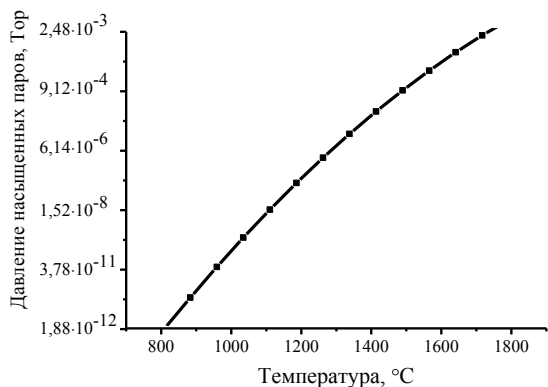


Рис. 2. Зависимость давления насыщенных паров от температуры для Ni

В данной работе определялась зависимость толщины осажденных пленок на кварц и соответственно на образцы от изменения резонансной частоты. Для этого применялся двуканальный кварцевый измеритель толщины КИТ – 2МК, специально разработанный для контроля толщины пленок, наносимых в вакууме [10]; использовался эффект измерения резонансной частоты кварцевого кристалла при изменении его массы в ходе напыления материала на поверхность кристалла. Прибор разработан для контроля напыления одно- и многослойных тонкопленочных структур и может применяться как для автономной работы, так и для работы в составе автономной системы управления.

Режимы работы прибора могут задаваться как с клавиатуры, так и непосредственно с помощью программного обеспечения управляющего компьютера. Обмен данными прибора с ПК осуществляется по последовательному интерфейсу.

При выборе кварцевого датчика учитывались следующие факторы: согласно рис. 3 необходимо выбрать оптимальную толщину датчика для наиболее точного измерения частоты, а следовательно, и для регистрации минимального изменения массы, что существенно повышает чувствительность метода.

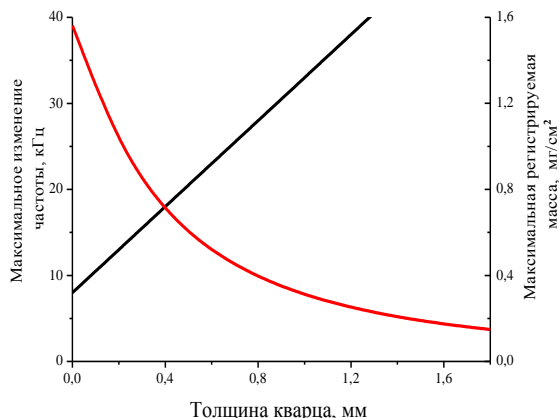


Рис. 3. Зависимость максимального изменения частоты и величины максимальной регистрируемой массы от толщины пластины, вырезанной под углом АТ-среза

**3. Результаты и их обсуждение.** В ходе эксперимента определена температурная зависимость резонансной частоты. Как видно из рис. 4, в диапазоне температур 0 - 120 °С кварцевый датчик работает в наиболее приемлемом режиме измерения частоты.

При термическом испарении металла посредством излучения датчику передается тепловая энергия, и его температура превышает 150 °С. При этом падает стабильность измерения частоты кварцевым датчиком. Чтобы избежать этого, в вакуумную камеру введено дополнительное охлаждение датчика, что позволило поддерживать его температуру в пределах допустимого диапазона (рис. 2).

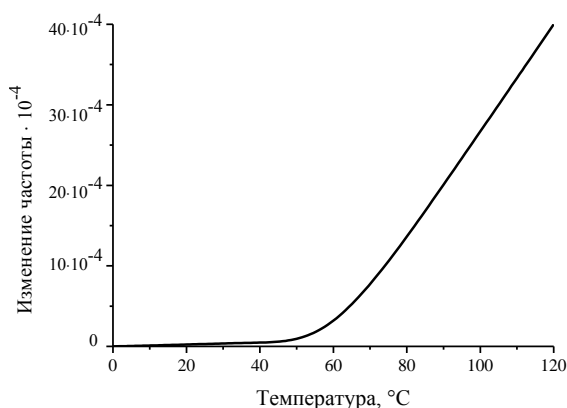


Рис. 4. Зависимость изменения частоты от температуры для пластины кристалла

Проведены эксперименты для кварцевых датчиков с резонансной частотой 1 и 3 МГц. При различных временах напыления получались пленки толщиной 10-100 нм. Полученная в данной работе электронограмма пленки Ni характерна для поликристалла (рис. 5). В электронограмме наблюдается система из шести видимых колец, соответствующая гранецентрированной кубической структуре (ГЦК) чистого Ni с параметром решетки  $a=0,352$  нм (табл.). Толщина пленок определялась при помощи электронного микроскопа.



Рис. 5. Электронограмма пленок Ni

Дифракционные данные для никеля

$d_{exp}$ , нм	Ni	
	$hkl$	$d_{theo}$ , нм
0,203	111	0,2035
0,176	200	0,1762
0,122	220	0,1246
0,106	311	0,1063
0,102	222	0,1017
$a = 0,3524$		$a = 0,3524$

Зависимость изменения резонансной частоты кварца от толщины напыляемой пленки приведена на рис. 6.

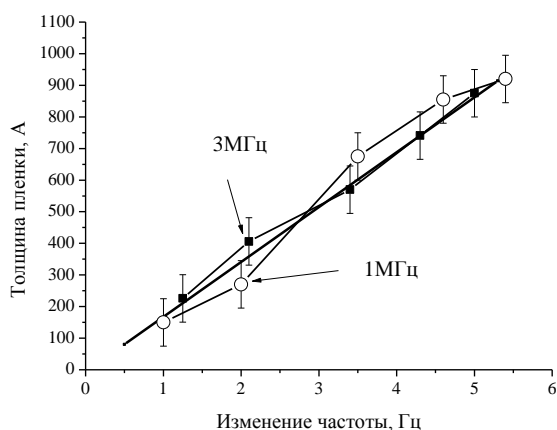


Рис. 6. Зависимость толщины плёнки для Ni от изменения резонансной частоты кварцевого кристалла

Сравнение экспериментальных кривых (для кварцевых датчиков с резонансной частотой 1 и 3 МГц соответственно) для Ni показывает хорошую корреляцию экспериментальных и расчетной кривых. Кривая для кварцевого датчика с резонансной частотой 3 МГц лучше коррелирует с теоретической, что обусловлено повышением чувствительности кварцевого кристалла в этом частотном диапазоне. Погрешность определения толщины пленок составила 5 %.

**Выводы.** Проведенный анализ резонансного метода определения толщины вакуумно-напыленных пленок показывает, что данный метод может использоваться для непрерывного контроля толщин тонких пленок (в диапазоне 10-100 нм). Отработана методика контроля толщины пленки, структура напыленной пленки никеля соответствует ГЦК структуре. Определено, что температурный диапазон измерения частоты кварцевым датчиком не превышает 120 °С, что обуславливает необходимость применения системы водоохлаждения в условиях напыления.

Получена зависимость толщины плёнки Ni от изменения резонансной частоты кварцевого кристалла, с помощью которой можно контроли-

ровать и задавать необходимую толщину пленки различного назначения.

1. Канн Р. У., Хаазен П. Физическое металловедение. Т. 2 / Пер. с англ. - М.: Metallurgia, 1987. - 151 с.
2. Палатник Л. Н. Структура межфазных зерен в тонких пленках. - М.: Мир, 1979. - 281 с.
3. Семенов Е. Е. Некоторые физические аспекты холодно-осаждаемых пленок // Вопросы атомной науки и техн. - 1998. - Вып. 2(3), 3(4), С. 85-98.
4. Гладких Н. П. Структура тонких пленок. - Х.: ХНУ, 2006. - 185 с.
5. Pierson J., Billard A. Thin solid films. // Non Crist. Solids. - 1999. - P. 79 - 84.
6. Азаренков М. О., Семенов В. Е., Пилипенко М. М. Сучасні конструкційні матеріали і композити. - Х.: ХНУ, 2004. - 101 с.
7. Azhazha V. M., Semenenko V. E., Pilipenko N. N. Ni-Ni3B Composite coating // Power Metallurgy and Metal Ceramic. - Kharkov. - 2007. - P. 32-37.
8. Azhazha V. M., Azarenko N. A., Semenenko V. E., Podzolkova V. V. Microstructure and hardness of natural composite materials // Materials Int. Conf. "Modern Materials Science: Achievement and Problems", September 26-30, Kiev, 2005. - 1. - P. 15-17.
9. Maurelert A., King M. Comparison of fractal analyses methods and fractal dimensions for pretreated steel surface and the correlation to address joint strength // J. Appl. Phys. - 2001. - A.73. - P. 347-355.
10. Азаренков Н. А., Семенов В. Е., Стервоедов Н. Г., Подзолкова В. В. Исследовательский комплекс для изучения процессов диффузии в металлах и сплавах радиоактивным методом // Вопросы ат. науки и техн. (сер. Физ. радиац. повр. и радиац. материаловедение). - 2005. - № 5. - С. 182-188.

#### THICKNESS DETERMINING OF VACUUM EVAPORATED THIN FILMS BY RESONANCE METHOD

A. V. Kuzmin, V. E. Semenenko, A. S. Posuhov, N. G. Stervoedov

This work deals with the methods of thickness measuring of the coated film by means of a quartz sensor. Nickel films thickness dependence on quartz crystal resonance frequency were obtained and graphically presented.

**Key words:** resonance method, thin films, diffusion, quartz sensor, quartz measurer of thickness.

#### РЕЗОНАНСНИЙ МЕТОД ВИЗНАЧЕННЯ ТОВЩИН ВАКУУМНО-ОСАДЖЕНИХ ТОНКИХ ПЛІВОК

О. В. Кузьмін, В. Е. Семєненко, М. Г. Стервоєдов, О. С. Посухов

У роботі розглянуто метод визначення товщини плівки та швидкості її нанесення методом кварцевого датчика. Встановлено, що за допомогою резонансного методу стає можливим здійснення безперервного контролю товщин тонких плівок у діапазоні 10-100 нм. Визначена структура плівок нікелю та залежність їх товщин від резонансної частоти кварцевого кристалу.

**Ключові слова:** резонансний метод, тонкі плівки, дифузія, кварцовий вимірювач товщини.

Рукопись поступила 17 марта 2008 г.