

4. Богданович А.В. Методика прогнозирования долговечности силовых систем по критериям износостойкости по-вреждения // Завод. лаборатория, 2002. - № 6. - С. 47 – 51.
5. Сосновский Л.А., Махутов Н.А., Шуринов В.А. Фреттинг-усталость: основные закономерности (обобщающая статья) // Там же. – 1992. - № 8. – С. 45 – 62.
6. Уотерхауз Р.Б. Фреттинг-коррозия. – Л.: Машиностроение, 1976. – 271 с.
7. Филимонов Г.Н., Балацкий Л.Г. Фреттинг в соединениях судовых деталей. – Л.: Судостроение, 1973. – 296 с.
8. Фреттинг-усталость металлов / В.В. Шевеля, Г.С. Калда. – Хмельницкий: Поділля, 1998. – 299 с.
9. Когаев В.П. Расчеты на прочность при напряжениях, переменных во времени. – М.: Машиностроение, 1977. – 232 с.

УДК 621.9.08

*Костюк Д.А., Раткевич А.В.*

## ПРИМЕНЕНИЕ АКУСТИЧЕСКОЙ СПЕКТРОСКОПИИ ДЛЯ ДИАГНОСТИКИ ПЛЕНОЧНЫХ ПОКРЫТИЙ

### Введение

Во многих процессах технологической переработки имеет место изменение агрегатного состояния исходных материалов, в частности их отвердевание. В работах [1-3] на основе развитой в [4] теории предлагается высокочувствительный метод ультразвуковой диагностики процессов агрегатного, фазового и другого изменения состояния вещества, заключающийся в измерении спектральных характеристик акустического импульсного сигнала, отраженного от границы твердотельного звукопровода с диагностируемой сильно диссипативной средой (СДС), т.е. веществом, поглощение ультразвука в котором достаточно велико [5].

Предлагаемый метод ультразвуковых фазо-временных измерений может использоваться для диагностики тонкой структуры веществ, претерпевающих физико-химические превращения в результате технологических процессов молекулярной и лазерной эпитаксии, электро- и фотолитографии, электрохимии, плазменного и вакуумного напыления, пайки припоем. При этом в большинстве перечисленных случаев имеет место сильный локальный нагрев, фазовые, агрегатные и химические превращения в отдельных областях изделия, которые в таких условиях по своим физическим свойствам являются СДС, поскольку в них возникают изменение плотности, модуля упругости и возрастание поглощения ультразвуковых колебаний [6].

В современном электронном и машиностроительном производстве важным является непрерывный контроль качества и структуры покрытий при их осаждении на подложки. В данной работе обсуждается применение разработанной методики к диагностике пленочных покрытий.

### 1. Диагностика технологических процессов в электронике

Теория и практика нанесения и получения защитных (электро- и теплоизоляционных, антикоррозийных и т.д.) тонкопленочных покрытий на массивных твердотельных подложках превратилась в одну из важнейших областей технической физики и ее промышленных приложений.

Тонкие пленки находят широкое применение в различных областях науки и техники. Важнейшие задачи, решаемые пленочным материаловедением - получение пленочных материалов с широким спектром свойств (электрофизических, механических), развитие методов синтеза пленочных систем с заданными свойствами.

Будучи особым видом состояния конденсированного вещества, тонкие пленки могут по структуре и свойствам существенно отличаться от своих массивных аналогов. Это обусловлено спецификой процесса их формирования - конденса-

цией молекулярных потоков вещества на поверхности твердотельной подложки. Свойства тонких пленок являются производными их морфологии, атомной структуры, кристалличности и степени ее совершенства, которые, в свою очередь, определяются кинетикой процесса пленкообразования.

Процесс формирования тонких пленок является сложным процессом, включающим такие процессы-компоненты, как адсорбция, образование зародышей новой фазы, их рост, коалесценция и др. Кинетика каждого из этих процессов влияет на структуру образующейся пленки. Получение пленочных систем с заранее заданными свойствами связано с проблемой управления этими процессами [7].

Свойства тонких пленок в значительной степени определяются технологией изготовления. Пленки, имеющие одинаковую толщину, в зависимости от условий их получения могут иметь различные удельные сопротивления, температурные коэффициенты сопротивления, диэлектрические потери, коэффициенты поглощения света и т.д. Поэтому в технологии производства интегральных схем часто оказывается важным измерение толщины пленки после ее получения, а также возможность управлять толщиной в процессе нанесения пленочного покрытия [8].

Рассмотрим вкратце методы, традиционно применяемые для диагностики пленочных покрытий.

#### • *Растровая электронная микроскопия*

Принцип действия основан на облучении поверхности объектов тонко сфокусированным пучком электронов (2-40 кэВ) [9]. В результате взаимодействия электронов с образцом генерируются различные сигналы, главным образом поток электронов (отраженных, вторичных, Оже-электронов, поглощенных, прошедших через образец) и излучений (катодолюминесцентного и рентгеновского).

Пучок разворачивается в растр на поверхности образца, формируя изображение сканируемой поверхности. Яркость отдельных наблюдаемых элементов определяется изменениями интенсивности вторичных или отраженных электронов. Интенсивность излучения зависит от толщины образца или пленки, материала образца и радиуса кривизны поверхности образца.

К преимуществам данного метода относятся высокое пространственное разрешение (менее 10 нм), глубина резкости, три типа излучения, несущих полезную информацию о химическом составе вещества: рентгеновские лучи, вторичные электроны, отраженные электроны.

#### • *Просвечивающая электронная микроскопия*

Образец в виде тонкой пленки просвечивается электронным пучком (60 - 350 кэВ). Максимальная толщина для исследования просвечивающей электронной микроскопией со-

*Костюк Дмитрий Александрович, ассистент каф. «ЭВМ и системы» Брестского государственного технического университета.*

*Беларусь, БГТУ, 224017, г. Брест, ул. Московская, 267.*

ставляет около 1.5 мкм [10, 11].

Исследование дислокационной структуры обычно проводится на тонких специально изготовленных срезах металла. Электронные волны, проходя через тонкую металлическую фольгу, частично дифрагируют на кристаллической решетке [11]. При этом на экране (фотопластинке) получают дифракционные полосы, которые в зависимости от толщины имеют разную интенсивность и контрастность.

• **Метод отражения**

Основан на пропускании света пленкой, осажденной на прозрачной подложке [12]. По мере роста пленки в процессе ее напыления, интенсивность света, проходящего через пленку, уменьшается, а отраженного увеличивается. Точность измерения толщины пленки оптическим методом не превышает 10...15%. Метод применяется только для измерения толщины тонких полупрозрачных пленок. Пленки толщиной порядка 60 нм и выше почти полностью поглощают свет.

• **Бесконтактный фотометрический метод**

Основан на зондировании растущей пленки лучом лазера и анализе интерференционной картины света, отраженного от системы подложка - пленка, применяется для процессов осаждения, травления, оксидирования и т.д. [7]. При прохождении линейно поляризованного света в системе поглощающая подложка - прозрачная пленка происходит его отражение на границах систем рабочая среда - пленка и пленка - подложка. Вследствие интерференции коэффициент отражения света зависит от толщины пленки и с ее ростом изменяется.

• **Отражательная эллипсометрия**

Основана на оценке изменения поляризации света, отраженного от подложки с тонкой прозрачной пленкой на поверхности. При освещении подложки линейно поляризованным светом составляющие излучения (параллельная и перпендикулярная плоскости падения) отражаются по-разному, в результате чего после отражения излучение оказывается эллиптически поляризованным. Измеряя эллиптичность отраженной волны, определяют свойства пленки, вызвавшей изменение поляризации [7].

Современная техника эллипсометрии позволяет измерять адсорбционные покрытия с точностью до 0,02 монослоя и показатели преломления сверхтонких пленок вплоть до 15-20А.

• **Резистивный и емкостной методы**

В основу положен принцип контроля сопротивления по «свидетелю» [7]. «Свидетель» представляет собой прямоугольную конструкцию подложки с размещенными на ней контактными площадками. Процесс напыления прекращают при достижении заданного значения сопротивления на «свидетеле».

Системы с таким методом контроля целесообразно использовать при изготовлении резисторов в тонкопленочных ИС, когда наиболее важным параметром является не столько толщина пленки, сколько сопротивление.

• **Ионизационный метод**

Он основан на измерении ионного тока паров напыляемого вещества. Перед ионизационным манометром помещается заслонка, прерывающая поток паров с частотой 10...20 Гц. Пары вещества импульсами попадают в объем ионизационного манометра. В цепи коллектора манометра протекают два тока: постоянный ионный, характеризующий давление в вакуумной системе, и переменный, характеризующий режим испарения.

Переменная составляющая ионного тока является мерой скорости испарения. Использование токового интегратора для переменной составляющей обеспечивает определение толщины пленки [7]. Прибор достаточно универсален и точен, устойчив к воздействию температуры. Он может быть использован для стабилизации процесса напыления.

• **Частотный метод**

Основан на измерении отклонения резонансной частоты пьезоэлектрического кварцевого вибратора. Отклонение обусловлено изменением массы кварцевой пластины при напылении на нее тонкой пленки.

Чувствительность метода при напылении металла составляет 10...20 Гц/нм, погрешность измерений не превышает ±5%. Этот метод универсален, т. е. позволяет измерять в процессе напыления толщину любых по составу пленок [7].

**2. Теория акустических аномалий в СДС**

Хотя закономерности распространения объемных акустических волн в слоистых средах достаточно изучены [5, 13], аналитические решения найдены лишь для простейших случаев (плоская граница раздела сред, пленочное покрытие на массивной подложке, слой между двумя твердотельными полупространствами), обычно при нормальном к границам раздела сред падении волны и в предположении о незначительном поглощении звука [6]. В реальных экспериментах и технических применениях обычно используют не непрерывные акустические колебания, а сигналы конечной, зачастую весьма короткой длительности и частотно широкополосные. В твердых телах, да и в большинстве жидкостей, за исключением резонансного взаимодействия упругих волн и других элементарных возбуждений вещества, дисперсия скорости звука отсутствует вплоть до высоких частот, на которых его возбуждение в виде направленного излучения до настоящего времени не реализовано [5, 6]. Тем не менее, существуют сильно вязкие жидкости, аморфные тела (либо смеси веществ, вступающих в химические реакции) в которых имеет место сильная дисперсия звука [2, 3].

До недавнего времени «прозвучиванию» сильно поглощающих сред на ультразвуковых частотах практически не уделялось внимания в силу колоссального ослабления ультразвукового сигнала [4, 5].

В работах [1 - 4, 16 - 18] при участии одного из соавторов обращено внимание на аномальные особенности отражения ультразвука от СДС, связанные с вязкостью, липкостью, влажностью и другими свойствами среды. Теория нормального распространения непрерывных и импульсных продольных и поперечных акустических волн в СДС-содержащих структурах с простой геометрией развита в работах [4, 16, 17], показано, что для слоя СДС со свободной границей вследствие колоссальности диссипативных потерь существует теоретическая возможность проводить микро- и нанометрические исследования [16, 19].

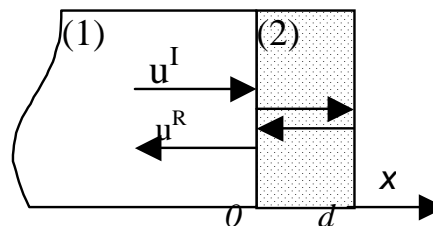


Рис. 1. Отражение акустического сигнала от границы твердотельной подложки (1) с пленкой СДС (2).

Пусть из твердого полупространства 1 на пленку СДС 2 падает непрерывная гармоническая поперечная волна  $u^I$  и частично отражается в виде  $u^R$  (рис. 1). Приведем выражение для амплитудного коэффициента нормального отражения  $R_o$  непрерывной поперечной акустической волны от плоской границы твердотельного звукопровода с диссипативной пленкой [16]:

$$R_{\omega} = \frac{A - B}{A + B}, \quad (1)$$

где  $A = \tilde{Z}_2 \exp(i\pi/4) [\exp(2\Psi_0) - \exp(i2\Psi_0)]$ ,  
 $B = iZ_1 [\exp(2\Psi_0) + \exp(i2\Psi_0)]$ ,  $k_0 = (\rho_2 \omega / 2b_2)^{1/2}$ ,  
 $\tilde{Z}_2 = (b_2 \rho_2 \omega)^{1/2}$  - эффективный акустический импеданс СДС,  $\Psi_0 = k_0 d$ ,  $Z_1 = \rho_1 s_1$  акустический импеданс среды 1 в предположении об отсутствии в ней диссипации (при частоте  $\omega \rightarrow 0$ ),  $\rho$  - плотность,  $s$  - скорость поперечного звука,  $d$  - толщина пленки,  $b_2$  - параметр диссипативных потерь, который определяется коэффициентами сдвиговой  $\eta$  и объемной  $\xi$  вязкости и коэффициентом теплопроводности  $\chi$ , как  $b = \frac{4}{3} \eta + \xi + \chi(c_p^{-1} + c_v^{-1})$ , где  $c_p$  и  $c_v$  - соответственно теплоемкости СДС при постоянном давлении и объеме.

Численными методами на компьютере рассчитана частотная зависимость модуля коэффициента отражения и его фазы от  $x$  и от толщины пленки.

В работе [16] получена также аналогичная зависимость для отражения продольных волн, не приведенная здесь вследствие громоздкости. Основные закономерности аномального отражения ультразвукового сигнала качественно можно проследить, анализируя соотношение (1).

Реальный импульсный акустический сигнал, распространяющийся в таких структурах, может быть представлен следующим образом [4]:

$$u_1^I(t) = u_0^I e^{\frac{\Gamma|t|}{T}} e^{i2\pi \frac{t}{T}} [\Theta(t - \frac{\tau}{2}) - \Theta(t + \frac{\tau}{2})], \quad (2)$$

где  $\Gamma$  - безразмерный параметр, определяющий огибающую акустического сигнала, и связанный с добротностью  $Q$  ультразвукового пьезокерамического преобразователя соотношением  $\Gamma = \pi/Q$ ,  $T = 2\pi/\omega_0$ ,  $\omega_0$  - частота основной гармоники сигнала (т.е. несущая частота),  $\tau = nT$  - длительность импульса,  $n$  - некоторое целое число, равное количеству периодов излучаемого импульса.

Амплитуды отраженных и прошедших сигналов определяются выражениями [18]:

$$u^R(x, t) = F^{-1} \left\{ F \left[ R_{\omega} u^I(x, t) \right] \right\}, \quad (3)$$

$$u^T(x, t) = F^{-1} \left\{ F \left[ T_{\omega} u^I(x, t) \right] \right\}, \quad (4)$$

где  $F$  и  $F^{-1}$  - соответственно прямое и обратное преобразование Фурье.

Исходя из приведенной зависимости  $R_{\omega}$  (1) для реального акустического сигнала (2) с помощью специально разработанного программного обеспечения [18] рассчитываются форма и спектр отраженного од диссипативной пленки сигнала. На рис. 2 в зависимости от толщины пленки представлены результаты компьютерного расчета отраженного сигнала для модельной структуры, содержащей  $Si$  (подложка) и  $SiO_2$  (пленка СДС) в соответствии с материальными константами, приведенными в [13]. Здесь  $D$  - размах отраженного импульса, а  $\Delta\phi$  - его фазовый сдвиг относительно падающего импульса. Видно, что амплитуда и фаза отраженного сигнала зависят от толщины пленки и ее диссипативных характеристик. В случаях, когда по толщине слоя укладывается  $n\lambda/4$  длин волн, могут возникать экстремумы  $R_{\omega}$ , и, соответственно, осцилляции размаха отраженного импульса.

Заметим, что используемые программные средства позволяют выяснить особенности отражения, а также прохождения

акустических сигналов любой формы. Аналитические расчеты возможны для простейших форм излучаемых сигналов, например для прямоугольного или нескольких периодов синусоидального (практически нереализуемыми с помощью УЗП), но нетривиальный частотно-зависимый вид  $R_{\omega}$  затрудняет или делает невозможным аналитическое нахождение спектра и формы отраженных и прошедших сигналов [4, 18].

### 3. Экспериментальные исследования акустики СДС

В работах [4, 18, 20] описан ряд проведенных экспериментов, подтверждающих аномальную зависимость отражения акустического сигнала от величины диссипации ультразвуковой энергии в СДС как для достаточно простого случая - границы раздела твердотельного звукопровода с СДС, так и для более сложного - трехслойной структуры с тонким внутренним слоем СДС. Показано, что состояние отражающей диссипативной среды существенно влияет на коэффициент отражения и фазу как непрерывных, так и импульсных акустических сигналов, обосновано их использование для измерения вязкости широкого круга веществ.

Использование предложенной акустической установки непосредственно в технологическом процессе получения пленочных покрытий представляет интерес не только с точки зрения контроля толщины покрытия, но также прочности сцепления с подложкой, шероховатости последней, плотности и прочностных характеристик покрытия. Возникает возможность гибкого контроля физико-химических характеристик материалов и изделий непосредственно в технологическом процессе.

### 4. Показания к применению акустики СДС в диагностике покрытий

Предлагаемая методика акустической спектроскопии покрытий обладает рядом достоинств по сравнению с описанными выше традиционными методами.

- Диагностика в реальном масштабе времени, непосредственно в ходе производственного процесса, отсутствие специальных методов приготовления образцов для анализа, индифферентность к методу нанесения покрытия. Значительно уступают в этом предлагаемому нами подходу ионизационный и частотный методы, а также просвечивающая электронная микроскопия. Для ионизационного метода, применяемого при напылении пленок, характерны относительно громоздкая схема, необходимость тщательной градуировки измерительного прибора для каждого вещества, сильная чувствительность датчика к воздействиям переменных магнитных полей. В просвечивающей электронной микроскопии необходимо использовать специальные методы приготовления образцов, способных пропускать электронный пучок. Частотный метод годится для диагностики пленок на кварцевой подложке.
- Отсутствие побочных эффектов из-за малой мощности диагностирующего ультразвука. Сравним с растровой электронной микроскопией, где происходит загрязнение образца из-за поляризации соединений во время облучения, радиационные повреждения, изменение поверхности во время исследования (возникновение положительного заряда в окислах).
- Ожидаемая высокая точность, применимость не только в микро- и нанометрическом диапазоне, но и для относительно толстых пленок (см. безосцилляционные участки кривых на рис. 2). Так, в методе отражения точность измерения толщины пленки не превышает 10...15%. У резистивного и емкостного метода недостатком является отсутствие точных данных об удельном сопротивлении, которое для пленок может существенно отличаться от сопротивления объемного образца и иметь значительный

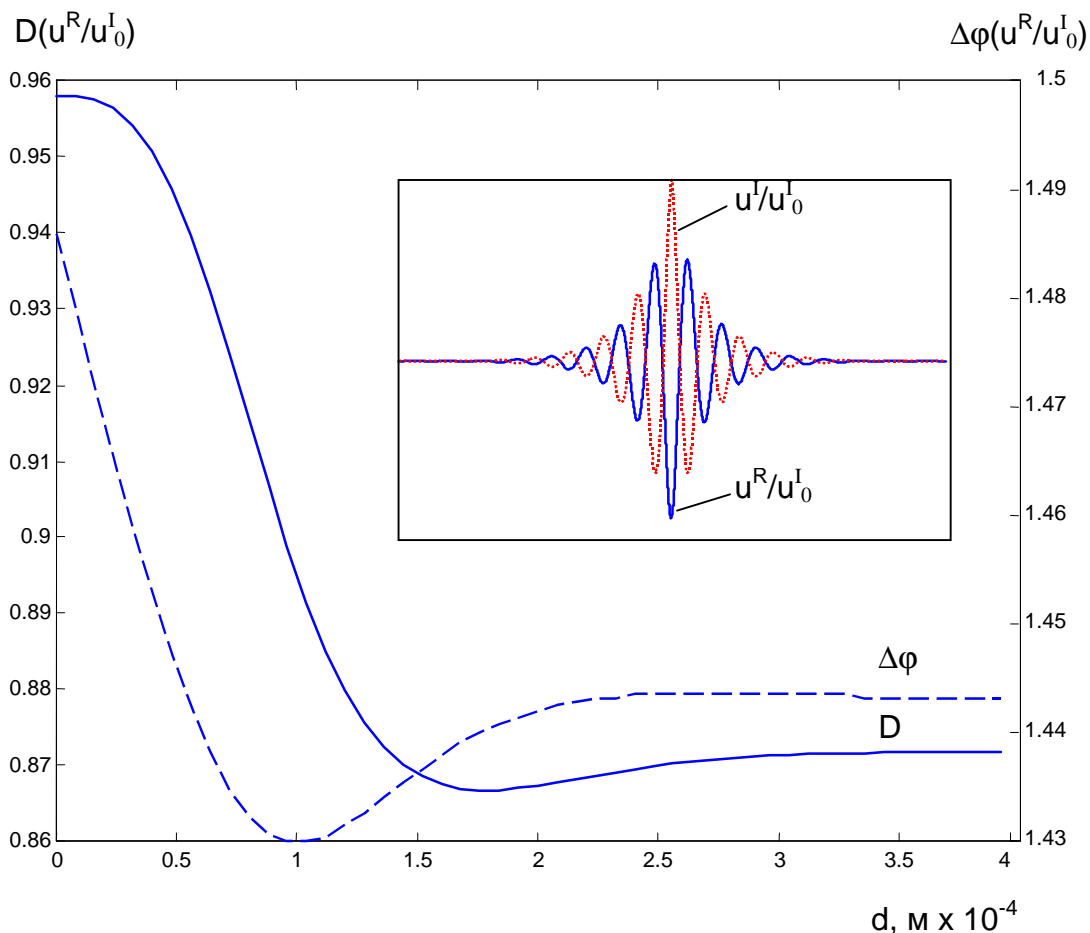


Рис. 2. Акустический поперечный сигнал, отраженный от пленки SiO<sub>2</sub> на массивной кремниевой подложке.

разброс в зависимости от технологии нанесения, что влияет на точность измерения толщины. Другие методы, например, просвечивающая электронная микроскопия, дают достаточно высокую точность, но имеют ограничения по толщине пленки.

- Не действует ограничение оптических методов диагностики, для которых необходима прозрачность покрытия или подложки в оптическом диапазоне. По предлагаемой методике диагностируются акустически мало- и непрозрачные пленки, а в твердотельных подложках используемые акустические сигналы распространяются практически без затухания.
- Отсутствует непосредственный контакт с пленочным покрытием, на которое по этой причине не осуществляется физического воздействия. Датчик крепится с тыльной стороны подложки, что позволяет диагностировать труднодоступные объекты, в то время как область применения многих методов (отражающей эллипсометрии, бесконтактного фотометрического метода и др.) ограничена требованием размещения датчика над пленкой.

#### Заключение

Разработана физическая база для применения методов акустики СДС к оперативному решению ряда задач промышленности, связанных с диагностикой качества тонкопленочных покрытий и процессов их осаждения. Это позволит перейти от дорогостоящих химических, рентгеновских и оптико-спектроскопических аналитических средств, выполняемых в лабораторных условиях и требующих значительных аппаратных, энергетических и временных затрат, к относительно

дешевым и выполняемым в производственных условиях акустическим спектроскопическим средствам. Предполагается, что это позволит ускорить оперативное решение большинства рассмотренных технологических проблем.

#### СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ

1. Костюк Д.А., Кузавко Ю.А. Ультразвуковая диагностика процессов отверждения веществ. / Материалы 2-й международной научно-технической конференции "Ультразвуковая техника и технология". Минск, 17-19 ноября 1999. С. 140-142
2. Костюк Д.А., Кузавко Ю.А. Акустическая импульсная диагностика приготовления технологических продуктов. // Белорусско-польский научно-практический семинар. Тезисы докладов. - Гродно, 2000 - с. 181-182
3. Волчек А.А., Данилевский В.П., Костюк Д.А., Кузавко Ю.А. Ультразвуковые фазо-временные методы непрерывной диагностики в технологиях электроники и машиностроения. // Сборник материалов II Международной научно-технической конференции «Проблемы проектирования и производства радиоэлектронных средств». Том II. Новополоцк, 15-17 мая 2002. стр. 16-19.
4. Костюк Д.А., Кузавко Ю.А. Аномалии граничного отражения ультразвука от диссипативной среды. // Письма в ЖТФ, 2001, том 27, вып.23 – с. 31-40
5. Виноградова М.Б., Руденко О.В., Сухоруков А.П. Теория волн./ М.: Наука. 1990 - 432 с.
6. Лепендин Л.Ф. Акустика. М.: Высш.шк. 1978 – 448 с.
7. Палатник Л.С. и др. Механизмы образования и структура конденсированных пленок. М.: Наука, 1972.

8. Черняев В.Н. Технология производства интегральных микросхем и микропроцессоров. М:Радио и связь, 1987.
9. Растровая электронная микроскопия и рентгеновский микроанализ (в 2-х книгах) т. 1, М:Мир, 1984.
10. Томас Г., Гориндж М.Дж. Просвечивающая электронная микроскопия материалов. М.: Наука, 1983.
11. Утевский Л.М. Дифракционная электронная микроскопия в металловедении. М.: Металлургия, 1973.
12. Готра З.Ю. Технология микроэлектронных устройств, справочник. М: Радио и связь, 1991.
13. Дьелесан Э., Руайе Э. Упругие волны в твердых телах / М.: Наука. 1982 - 424 с.
14. Ченга Л., Плога К. Молекулярно-лучевая эпитаксия и гетероструктуры. М.: Мир, 1989.
15. Черняев В.Н. Физико-химические процессы в технологии РЭА. М:Высшая школа, 1987.
16. Костюк Д. А., Кузавко Ю. А. Аномалии граничного отражения ультразвука от пленки диссипативной среды. // Инженерно-физический журнал. Том 75, № 4, 2002 – стр. 181-186.
17. Костюк Д.А., Кузавко Ю.А.. Аномалии распространения продольного звука в слое диссипативной среды // Инженерно-физический журнал. Т. 76, №1, 2003 - стр. 128-133.
18. Костюк Д.А. Моделирование распространения акустического сигнала на границе раздела сред // Вестник БГТУ. Физика, математика, химия. – 2001. - №5. с.31-34.
19. В.П. Данилевский, Д.А. Костюк, Ю.А. Кузавко. Акустический спектральный анализ качества покрытий в технологии микродугового плазменного оксидирования алюминия. // О природе трения твердых тел: тезисы докладов Международного симпозиума. Гомель, ИММС НАНБ, 2002. с. 68 – 69
20. Костюк Д.А., Кузавко Ю.А. Акустические фазочастотные методы измерения вязкости // Наука и техника на рубеже XXI века: Материалы Международной научно-технической конференции. Мн., 2000, с. 284-290.