

УСТРОЙСТВО ДЛЯ АНАЛИЗА НАНОШЕРОХОВАТОСТЕЙ И ЗАГРЯЗНЕНИЙ ПОДЛОЖКИ ПО ДИНАМИЧЕСКОМУ СОСТОЯНИЮ КАПЛИ ЖИДКОСТИ, НАНОСИМОЙ НА ЕЕ ПОВЕРХНОСТЬ

© 2009 г. С. А. Бородин; А. В. Волков, доктор техн. наук; Н. Л. Казанский, доктор физ.-мат. наук

Институт систем обработки изображений РАН

Самарский государственный аэрокосмический университет им. академика С.П. Королева, Самара

E-mail: ipsi@smr.ru

В статье развивается метод экспресс-контроля степени чистоты поверхности подложек, предназначенных для формирования микрорельефа дифракционных оптических элементов. Разработан и запатентован способ контроля шероховатости и степени чистоты поверхности по динамическому состоянию капли жидкости. Приведены результаты экспериментов по оценке поведения капли жидкости, полученные с помощью высокоскоростной видеокамеры. Устройство применяется для оперативной коррекции технологического процесса финишной очистки диэлектрических подложек.

Ключевые слова: плазмохимическое травление, смачиваемость поверхности, параметры процесса растекания капли

Коды OCIS: 120.012.6660

Поступила в редакцию 18.03.2009

Введение

В настоящее время при изготовлении дифракционных оптических элементов широко применяется технология плазмохимического травления. Для обеспечения высокого качества дифракционного микрорельефа осуществляется контроль на всех этапах технологического процесса. Важным этапом такого контроля является исследование состояния поверхности подложки после очистки плазмохимическим травлением (ПХТ).

Традиционная технология очистки подложек, включающая предварительную жидкостную химическую и финишную очистку ПХТ, гарантирует качественную очистку поверхности от органических загрязнений при низкой температуре обработки, активацию поверхности подложек, усиление адгезионной способности, но при этом вследствие эрозии поверхности атомами и ионами высоких энергий может произойти увеличение шероховатости поверхности [1, 2].

Неопределенный состав и количество загрязнений требуют применять режимы очистки подложки в расчете на худший случай. Это приводит к увеличению шероховатости стеклянных фотопластин – от исходных 5–6 нм до 30 нм, а в некоторых случаях к появлению локальных участков с шероховатостью 100–120 нм. Определение оптимального режима изотропного ПХТ,

обеспечивающего качественную очистку при минимальной шероховатости, для партии подложек (в идеальном случае для каждой) является трудоемкой задачей, требующей проведения анализа состояния поверхности подложек на дорогостоящем лабораторном оборудовании [3–5]. Принимая во внимание то, что очищенная ПХТ подложка остается не загрязненной вне вакуума не более 2–3 мин, время анализа не должно превышать 1 мин. В производстве дифракционных оптических элементов достаточно зафиксировать отсутствие органических загрязнений на поверхности подложки и шероховатость поверхности ниже заданного значения. В этом случае применяются методы экспресс-контроля состояния поверхности.

В последнее время наибольшее распространение получили экспресс-контроль качества очистки по смачиваемости поверхности каплей жидкости [6–10] и по оценке коэффициента трения [11]. Чувствительность методов контроля, используемых для определения наличия гидрофобных загрязнений на нормально гидрофильных материалах, на основе смачиваемости поверхности достаточно высока и достигает 0,1 монослоя [3]. Определение чувствительности методов и устройств на их основе к определенным видам загрязнений и их количественное выражение в виде массы загрязняющего вещества на единицу

площади является сложной задачей и это редко бывает необходимо на производстве. Однако к недостаткам описанных методов следует отнести то, что с их помощью невозможно контролировать шероховатость поверхности. Рентгенографический метод используется для оценки шероховатости поверхности в ходе технологической обработки. Недостатком метода является невозможность контроля с его помощью наличия органических и неорганических пленок на поверхности подложки. Метод сканирующей силовой микроскопии (ССМ) дает возможность в контактном режиме измерять наншероховатость, в режиме измерения боковых сил исследовать гетерогенность поверхности. Исследование гетерогенности поверхности позволяет определить момент очистки поверхности плазмохимическим травлением, когда сплошная пленка загрязнений разрывается на отдельные участки размером не более 100 нм. После достижения этой стадии очистки остаточные загрязнения будут удалены за время не более 20 с. Однако, в присутствии рельефа исследовать гетерогенность невозможно. К недостаткам ССМ, с точки зрения экспресс-контроля, относится малая площадь (максимум 150×150 мкм) и время измерения порядка 10 мин. Кроме этого, активированная в процессе ПХТ поверхность подложки аномально взаимодействует с кантилевером. Поверхность гладкой подложки с шероховатостью не более 5–6 нм определяется при этом с помощью зондового сканирующего микроскопа Р4-SPM-MDT как поверхность с шероховатостью порядка 100–150 нм. Через 10–15 мин после деактивации и рассеивания статического заряда измерения проходят нормально.

Очистка поверхности от органических загрязнений методом изотропного ПХТ с полирующей ионной бомбардировкой позволяет при оптимальных режимах обработки получить поверхность с шероховатостью не хуже 5–6 нм. Оптимальные режимы ПХТ для конкретной партии подложек определяются на основании данных, полученных с помощью устройства контроля химического загрязнения и наншероховатости поверхности подложки.

Контроль чистоты и шероховатости подложки по динамическому состоянию капли жидкости, наносимой на ее поверхность

Принцип действия устройства базируется на разработанном и запатентованном способе [12, 13] контроля наншероховатости и чистоты

поверхности подложек, основанном на анализе процесса растекания капли жидкости фиксированного объема по очищенной ПХТ поверхности. При неизменных условиях окружающей среды и составе жидкости параметры процесса растекания капли определяют, в основном, следующие факторы:

- баланс сил поверхностного натяжения: твердое тело–газ, твердое тело–жидкость и жидкость–газ,
- энергии активации молекулярных связей, шероховатость,
- гетерогенность поверхности.

Оценка химического загрязнения и шероховатости поверхности осуществляется измерением радиуса растекшейся капли и скорости растекания капли жидкости. Измеренные скорость растекания и радиус капли жидкости сопоставляются с эталонными, заранее измеренными, значениями.

Измерение скорости растекания и радиуса капли жидкости производится следующим образом. Поверхность исследуемой подложки, расположенной горизонтально на основании, освещается равномерным световым потоком. С помощью дозатора и его направляющей иглы на исследуемый участок поверхности подложки наносится капля жидкости фиксированного объема. Скоростная видеокамера, расположенная перпендикулярно поверхности подложки и сфокусированная на исследуемый участок, фиксирует процесс растекания капли жидкости со скоростью не менее 1000 кадров в секунду, затем изображение записывается в блок памяти видеокамеры. Информация из видеокамеры поступает на персональный компьютер и обрабатывается. Это позволяет в режиме покадрового просмотра наблюдать и оценивать радиус и скорость растекания капли жидкости. Скоростная видеокамера VS-FAST/CG6 с установленным на нее объективом ЗЕНИТАР-М-1,7/50 обладает низкой чувствительностью. Поэтому в качестве источника освещения был использован сверхяркий светодиод белого света S60NW6C. Применение светодиода позволило исключить нагревание исследуемого образца, что могло привести к увеличению погрешности измерения.

Процедура очистки подложки

В качестве исследуемых образцов использовались стеклянные подложки фотографических пластин ВРП без эмульсии. Очистка исследуемых подложек осуществлялась по типовому про-

цессу, который включает следующие операции: обезжиривание в горячем (75–80 °С) перекисно-аммиачном растворе, промывание в проточной деионизованной воде (удаление продуктов реакции предыдущей обработки), обработка в горячем (90–100 °С) растворе серной кислоты, промывание в проточной деионизованной воде (удаление остатков кислоты) [14] с последующей финишной очисткой на установке плазмохимического травления пластин УПТ ПДЭ-125-008 в газовой смеси (азот – 80% и кислород – 20%) под давлением $2,1 \times 10^{-1}$ Па при мощности генератора 500 Вт. Время обработки подложек определяется степенью загрязнения. Обычно первый этап обработки длится 40 с. Затем производится контроль качества очистки и нанощероховатости. Если качество очистки поверхности недостаточно, обработка повторяется. Суммарное время обработки обычно не превышает 4 мин.

Методика проведения эксперимента

Сразу после очистки на поверхность подготовленной подложки наносили с помощью дозатора жидкости каплю дистиллированной воды. Процесс ее падения и растекания по поверхности фиксировался видеокамерой со скоростью 1000 кадров в секунду.

Этот процесс можно разделить на три этапа.

Первый этап – формирование калиброванной капли на конце иглы дозатора за 1 мс до падения. Откалиброванная по массе капля имеет идеально круглую форму.

Второй этап – падение капли под действием силы тяжести на поверхность подложки.

Третий этап – растекание капли, совершающей затухающие колебательные движения, по поверхности подложки.

Время растекания капли до радиуса 6 мм – 14 мс. Эти значения радиуса и времени растекания характерны для качественно очищенной стеклянной пластины, шероховатость поверхности которой не превышает 6 нм. Физико-математическая модель поведения капли жидкости представлена в статье [15], экспериментальные исследования процесса растекания капли жидкости – в работе [16].

Время растекания капли по гладкой подложке определяется временем взаимодействия молекул жидкости с молекулами поверхности твердого тела. Если скорость движения массы жидкости капли, которая определяется скоростью ее падения, будет равна скорости растекания, то капля совершает “одно” колебание. Это оптимальный,

однозначно интерпретируемый режим измерения параметров растекания капли. Фрагмент видеосъемки капли дистиллированной воды, растекающейся по стеклянной подложке, представлен на рис. 1.

Капля жидкости, отмеренная дозатором, в свободном падении имеет диаметр 2,8 мм. Размер капли выбран минимальным для данной конструкции дозатора. Минимальный размер (и, соответственно, масса) капли необходим для снижения влияния силы тяжести на динамические параметры процесса растекания. Высота падения капли – порядка 6 мм – была определена экспериментально, исходя из удобства видеосъемки и сохранения цельного объема капли. Максимальный диаметр капли дистиллированной воды, растекающейся по стеклянной подложке, в данных исследованиях не превышал 12,2 мм. На рис. 1. зафиксирован момент растекания капли по поверхности подложки, время очистки которой превысило необходимое, что привело к растриванию поверхности до шероховатости порядка 60 нм. Скорость растекания капли при этом примерно в два раза ниже скорости растекания капли по гладкой поверхности. Это вызвало возникновение волнового фронта, движущегося от центра растекающейся капли к ее границе. При достижении границы капли волновой фронт меняет направление движения от границы к цент-

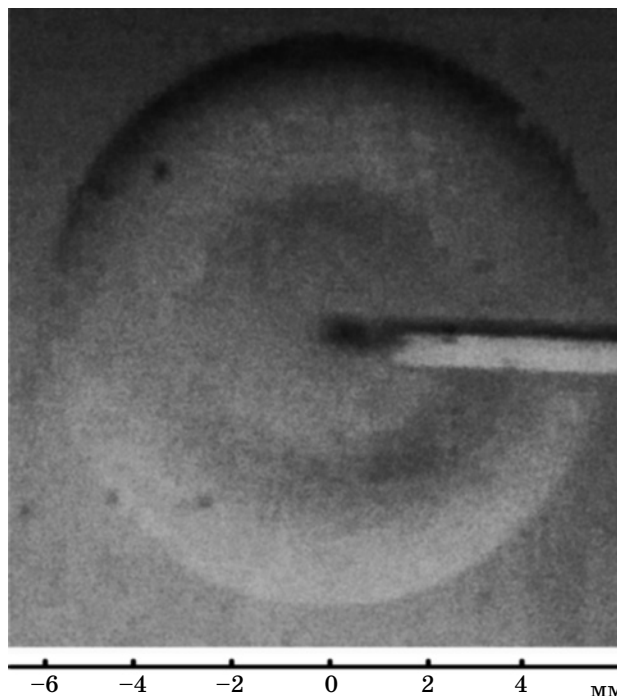


Рис. 1. Фрагмент процесса растекания капли жидкости с образованием волнового фронта.

ру капли. Происходит периодический переход кинетической энергии движущейся жидкости в энергию поверхностного натяжения жидкости. Процесс приобретает колебательный характер. Амплитуда, период и время затухания колебаний зависят от начальной скорости движения жидкости, вязкости жидкости, скорости растекания, диаметра растекающейся капли и др. Поэтому колебания капли возникают не только при снижении скорости растекания, вызванного увеличением шероховатости поверхности подложки, но и при уменьшении радиуса растекания, вызванного недостаточной очисткой поверхности. Неоднозначность определения причины возникновения колебаний растекающейся капли не дает возможности откорректировать режим очистки подложки. Однако, возникновение колебаний позволяет провести отбраковку непригодных для производства подложек. Капля жидкости, растекающаяся по подложке, очищенной плазмохимическим травлением и выдержанной на воздухе 40 мин, до принятия стационарного состояния совершает шесть колебаний за время 65 мс. На очищенной и выдержанной на воздухе более одного месяца подложке колебания капли затухают около 80 мс.

Время растекания капли по шероховатой поверхности подложки увеличится пропорционально увеличению площади шероховатой части поверхности относительно гладкой того же участка подложки. Для оценки влияния шероховатости подложки на параметры растекающейся капли жидкости были выполнены исследования на одинаково очищенных поверхностях стеклянных пластин с шероховатостью от 5 до 80 нм. Шероховатость поверхности определялась непосредственным измерением высоты от дна самой глубокой впадины до пика наиболее высокого выступа объемного изображения исследуемого участка поверхности с помощью зондового сканирующего микроскопа. В данной работе – это участок 350×350 нм. Зависимость времени растекания капли дистиллированной воды по поверхности стеклянной подложки для фотопластины ВРП от шероховатости представлена на рис. 2. В диапазоне 6–70 нм зависимость имеет линейный характер.

Максимальный радиус растекания капли жидкости на шероховатой поверхности меньше радиуса растекания на гладкой поверхности на 2–5%. При шероховатости подложек более 50 нм на поверхности растекающейся капли возникает отраженный волновой фронт, причиной которого является снижение скорости растекания.

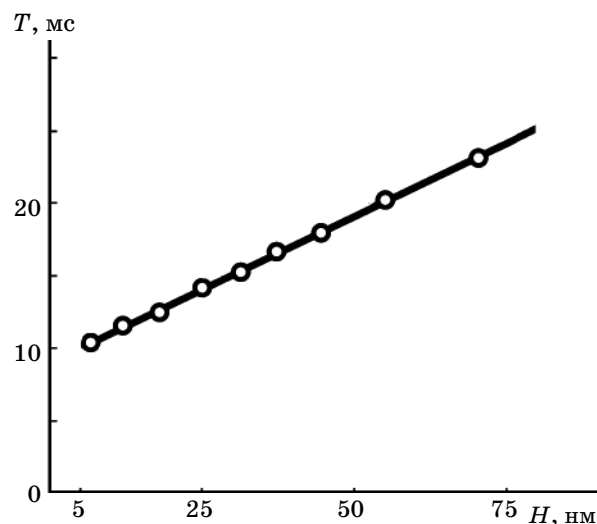


Рис. 2. Зависимость времени растекания капли дистиллированной воды по поверхности подложки стеклянной подложки пластины ВРП от шероховатости.

Таким образом, критерием качества очистки поверхности является максимальный радиус растекания, а шероховатости – минимальное время растекания.

Технические характеристики устройства

1. Тип контролируемых подложек – стеклянные подложки для фотографических пластин ВРП, подложки типа СТ-50, “Поликор” и др.
2. Контроль органических загрязнений в диапазоне 10^{-7} – 10^{-9} г/см².
3. Контроль шероховатости поверхности в диапазоне 5–200 нм.
4. Толщина контролируемых подложек 0,5–3,0 мм. Для контроля подложек большей толщины требуется перенастройка оптической системы.
5. Жидкость – дистиллированная вода.
6. Длительность операции контроля состояния поверхности подложек – не более 1 мин.

С помощью устройства была проведена работа по оптимизации параметров режимов очистки стеклянных подложек фотографических пластин ВРП 50×50 мм. Очистка пластин производилась на установке плазмохимического травления УПТ ПДЭ-125-008 смесью азота (80%) и кислорода (20%) под давлением $2,1 \times 10^{-1}$ Па, мощность генератора 500 Вт. Время обработки подложек, взятых из одной партии, изменялось от 30 с до 6 мин. На рис. 3 представлены зависимости ра-

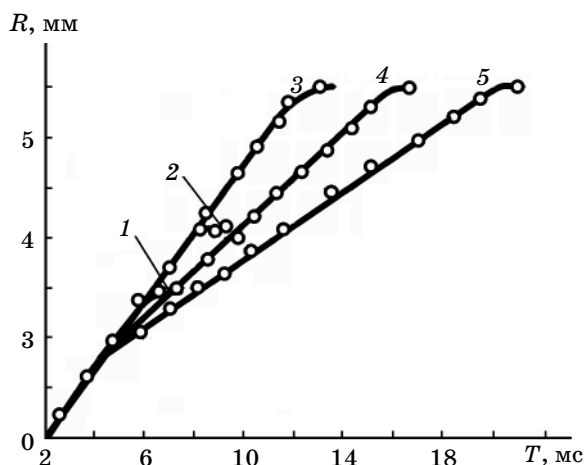


Рис. 3. Зависимости радиуса основания каплей от времени их растекания по поверхности пластины. 1 – время очистки 30 с, шероховатость поверхности $H = 6$ нм, 2 – время очистки 2 мин, шероховатость поверхности $H = 6$ нм, 3 – время очистки 3 мин, шероховатость поверхности $H = 6$ нм, 4 – время очистки 4 мин, шероховатость поверхности $H = 40$ нм, 5 – время очистки 6 мин, шероховатость поверхности $H = 60$ нм.

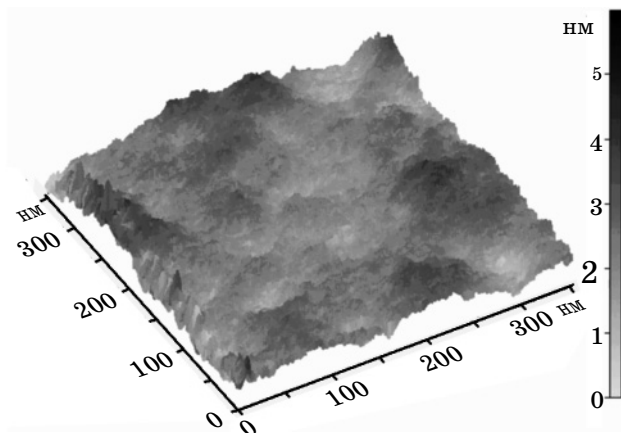


Рис. 4. Объемное изображение поверхности стеклянной подложки, очищенной при оптимальных режимах очистки.

диуса растекания каплей (R) дистиллированной воды по поверхностям стеклянных подложек фотопластин ВРП от времени растекания при разной длительности плазмохимической обработки (T).

Из рисунка видно, что на участке $T < 14$ мс радиус растекания увеличивается, поверхность подложки очищается, шероховатость не меня-

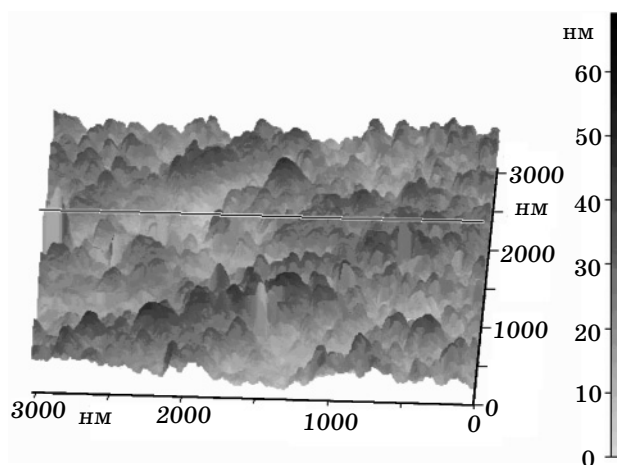


Рис. 5. Объемное изображение и профилограмма поверхности стеклянной подложки, очищенной неоптимально.

ется. Для $T = 14$ мс и времени очистки порядка 3 мин радиус растекания достигает максимального значения, шероховатость не меняется. При времени очистки более 3 мин радиус растекания незначительно уменьшается, а время растекания продолжает увеличиваться. Это свидетельствует об увеличении шероховатости поверхности. Таким образом, оптимальное время очистки этой партии подложек равно 3 мин.

Шероховатость поверхности подложек измерялась с помощью зондового сканирующего микроскопа P4-SPM-MDT. На рис. 4 представлено изображение поверхности подложки, очищенной при режимах, оптимальных для подложки данного типа и степени загрязнения. Шероховатость не более 6 нм.

На рис. 5 представлено изображение поверхности подложки, очищенной при режимах, приведших к растравливанию поверхности. Шероховатость порядка 60 нм.

Заключение

Предложенный в работе метод контроля позволяет эффективно и с малой потерей времени оценить качество очистки поверхности подложек по диаметру растекающейся капли жидкости, а нанощероховатость поверхности контролировать по времени растекания капли. Для оценки состояния поверхности подложки, очищенной плазмохимическим травлением, необходимо использование высокоскоростной камеры. По динамическому состоянию капли жидкости, наносимой на подложку, можно судить об эффек-

тивности очистки и наносероховатости поверхности подложки и оперативно корректировать технологические режимы очистки.

Работа выполнена при поддержке грантов РФФИ 07-07-97601, 07-07-91580, 07-02-12134, гранта Президента РФ № НШ-3086.2008.9, а также Российско-американской программы “Фундаментальные исследования и высшее образование” (“BRHE”) и ведомственной научной программы Федерального агентства по образованию “Развитие научного потенциала высшей школы”.

ЛИТЕРАТУРА

1. *Калябина И.А.* Физические методы анализа поверхности в электронной технике // *Обзоры по электронной технике. Серия 7 (Технология, организация производства и оборудование)*. В. 16. 1985. 681 с.
2. *Анищенко Л.М., Кузнецов С.Е., Яковлева В.А.* Влияние параметров обработки диэлектрических подложек в плазме тлеющего разряда на адгезию металлических пленок // *Физика и химия обработки материалов*. 1984. № 5. С. 82–84.
3. *Майссел Л., Глэнг Р.* Технология тонких пленок. М.: Советское радио, 1977. С. 507–542.
4. *Юдина Н.К., Чупахин М.С., Лебедев Э.А., Федоров М.Н.* Исследование и контроль плазмохимических процессов // *Зарубежная электронная техника*. 1980. № 3. С. 3–54.
5. *Данилин Б.С., Курсеев В.Ю.* Применение низкотемпературной плазмы для очистки и травления материалов. М.: Энергоиздат, 1987. 372 с.
6. *Пастухов В.А., Боксер Э.Л., Царевский Б.В.* Способ определения краевого угла смачивания жидкостью твердых тел // *А. с. № 531065*. Бюл. изобр. 1976. № 37. С. 8.
7. *Ициксонас Г.О., Шумахер А.А.* Способ определения краевого угла смачивания // *А. с. № 548788*. Бюл. изобр. 1977. № 8. С. 23.
8. *Магунов А.Н.* Способ определения краевого угла смачивания // *А. с. № 1260752*. Бюл. изобр. 1986. № 36. С. 17.
9. *Магунов А.Н., Мудров Е.В.* Измерение краевого угла смачивания методом отраженного света // *ПТЭ*. 1990. № 5. С. 227–230.
10. *Бородин С.А., Волков А.В., Колпаков А.И., Рафельсон Л.Л.* Устройство контроля чистоты поверхности подложек // *ПТЭ*. 1990. № 5. С. 230–232.
11. *Казанский Н.Л., Колпаков В.А., Колпаков А.И., Кричевский С.В., Ивлиев Н.А.* Оптимизация параметров устройства трибометрического измерения чистоты поверхности подложек // *Компьютерная оптика*. 2005. В. 28. С. 76–79.
12. *Казанский Н.Л., Волков А.В., Бородин С.А., Ерополов В.А.* Устройство контроля чистоты поверхности подложки // *Патент России № 54677*. 2006.
13. *Казанский Н.Л., Волков А.В., Бородин С.А.* Способ контроля шероховатости поверхности диэлектрических подложек // *Патент России № 2331870*. 2008.
14. *Ефимов И.Е., Козырь И.Я., Горбунов Ю.И.* Микроэлектроника. Физические и технологические основы, надежность. М.: Высшая школа, 1986. 464 с.
15. *Бородин С.А.* Исследование процесса растекания капли жидкости, наносимой на поверхность подложки // *Компьютерная оптика*. 2005. В. 28. С. 66–69.
16. *Бородин С.А., Волков А.В., Казанский Н.Л.* Автоматизированное устройство для оценки степени чистоты подложки по динамическому состоянию капли жидкости, наносимой на ее поверхность // *Компьютерная оптика*. 2005. В. 28. С. 70–75.