

И.А. Белоус<sup>1</sup>  
В.А. Доценко<sup>2</sup>

Владивостокский государственный университет экономики и сервиса  
Владивосток, Россия

## Автоматизация микробалансного метода измерения покрытий адсорбата *in situ*

Для количественного измерения величины покрытий адсорбата при росте тонких плёнок широко применяется метод кварцевого микробаланса, который заключается в измерении сдвига резонансной частоты специального кварцевого резонатора, зависящего от массы адсорбированного на нем вещества. Описана система, разработанная для автоматизации измерений уровня покрытия при формировании тонких плёнок *in situ*. Автоматизированная система позволяет в автоматическом режиме производить измерения, исключив тем самым влияние грубых погрешностей (промахов оператора) на результаты измерений.

**Ключевые слова и словосочетания:** кварцевый микробаланс, покрытие адсорбата, автоматизация измерений, плата сбора данных.

I.A. Belous  
V.A. Dotsenko

Vladivostok State University of Economics and Service  
Vladivostok, Russia

## Automation micro balance method covers the measurement of the adsorbate *in situ*

For quantitative measurement of adsorbate coating quantities during the growth of thin films widely used method of a quartz microbalance. This method consists in measuring the resonance frequency shift of a special quartz resonator, which depends on the mass of the adsorbed substance on it. The developed system for automated measurements of level of cover when zoomed, the odds-thin films *in situ*. The automated system allows you to automatically make measurements, thereby eliminate the influence of gross errors (blunders operator) on the measurement results.

**Keywords:** quartz microbalance, covering adsorbate, measurement automation, data acquisition board.

### Общие сведения

Технической базой измерительных информационных технологий являются автоматизированные системы измерений [1]. Наиболее перспективными и интен-

---

<sup>1</sup> Белоус Игорь Александрович – канд. физ.-мат. наук, доцент кафедры информационных технологий и систем; e-mail: igor.belous@vvsu.ru.

<sup>2</sup> Доценко Валентин Антонович – канд. техн. наук, доцент кафедры информационных технологий и систем; e-mail: valentin.dosenko@vvsu.ru.

сивно развивающимися автоматизированными средствами измерения считаются измерительные информационные системы (ИИС), которые отличаются от традиционных средств измерения тремя принципиальными моментами:

- большие объемы измерительной информации, подлежащие сбору, обработке и хранению;
- обусловленная первым моментом необходимость автоматизации процессов сбора и обработки измерительной информации;
- возможность изменения и наращивания решаемых измерительных задач.

Основные этапы создания ИИС [1]:

1) выбор физической и математической моделей исследуемого объекта и формирование на их основе цели ИИС с учетом ее функций в исследовательском процессе. На этом этапе ведущая роль принадлежит заказчику (пользователю). При этом возможно проведение совместных предпроектных работ с целью уточнения окончательного вида моделей;

2) разработка алгоритмов сбора и первичной обработки измерительной информации, структуры ИИС и выбор технических средств с учетом их комплексирования и системной совместимости (информационной, конструктивной, энергетической, метрологической, эксплуатационной и т. п.);

3) разработка программно-математического обеспечения (ПМО);

4) разработка метрологического обеспечения ИИС, включающего в себя методы оценки неопределенности получаемых результатов и методику поверки или калибровки.

ЭВМ в составе ИИС выполняет следующие основные функции [1]:

- управление процессом сбора первичной измерительной информации путем подачи соответствующих команд на АЦП, вторичные преобразователи и устройства, оказывающие воздействие на исследуемый объект;
- обработка первичной измерительной информации в соответствии с алгоритмом, определяемым целевым назначением ИИС;
- отображение результатов обработки в форме, удобной пользователю;
- хранение массивов первичной измерительной информации и результатов измерений и их дальнейшая обработка при постановке задач более высокого уровня.

К числу вспомогательных функций ЭВМ можно отнести тестирование состояния отдельных узлов и ИК ИИС, организацию их самонастройки, управление каналами связи и некоторые другие.

Для количественного измерения величины покрытий адсорбата при росте тонких плёнок широко применяется метод кварцевого микробаланса [2]. Данный метод заключается в измерении сдвига резонансной частоты специального кварцевого резонатора, который зависит от массы адсорбированного на нём вещества. Если рассматривать упругий элемент – осциллятор, который с небольшой амплитудой совершает механические колебания в газовой среде на резонансной частоте  $f_0$ , то под воздействием внешнего давления из-за осаждения частиц адсорбата происходит сдвиг частоты осциллятора, который определяется следующим образом [2]:

$$\Delta f = f_0 \left( 1 - \sqrt{\frac{M}{M+m}} \right) \approx \frac{f_0 m}{2M}, \quad (1)$$

где  $M$  – эффективная масса осциллятора,  $m$  – масса адсорбированного вещества.

Эффективная масса зависит от конкретной конструкции осциллятора и обычно меньше его полной массы. Численно  $M$  равняется массе гипотетического точечного осциллятора, пружинная жесткой и резонансная частота которого совпадают с таковыми для реального кварцевого микробалансного осциллятора. При некоторых допущениях может быть выведена формула Сорбери, которая широко используется в методе кварцевого микробаланса. При записи формулы (1) учитывалось условие  $m \ll M$ , которое всегда выполняется при эксперименте. Масса адсорбированного атома равна  $m_A/M_A$ ,  $m_A$  – атомная (или молярная) масса,  $N_A$  – постоянная Авогадро. Число атомов на поверхности –  $n_s \Omega \theta$ , где  $n_s$  – поверхностная концентрация атомов,  $\Omega$  – площадь поверхности осциллятора,  $\theta$  – степень покрытия поверхности монослоем. Полная масса адсорбированного вещества:

$$m = \frac{m_A n_s \Omega \theta}{N_A}. \quad (2)$$

В наиболее общем виде связь между степенью заполнения и внешним давлением даёт изотерма Фаулера-Гугенгейма:

$$p = \frac{\theta}{b(1-\theta)} \exp(-a\theta), \quad (3)$$

где  $b$  и  $a$  – параметры, учитывающие взаимодействия вида «адсорбат-адсорбент» и «адсорбат-адсорбат». В общем случае выразить  $\theta$  из формулы (3) невозможно. В пределе  $a \rightarrow 0$  из (3) получается изотерма Ленгмюра, для которой:

$$\Delta f = \frac{f_0 m_A n_s \Omega b p}{2MN_A(1+bp)}. \quad (4)$$

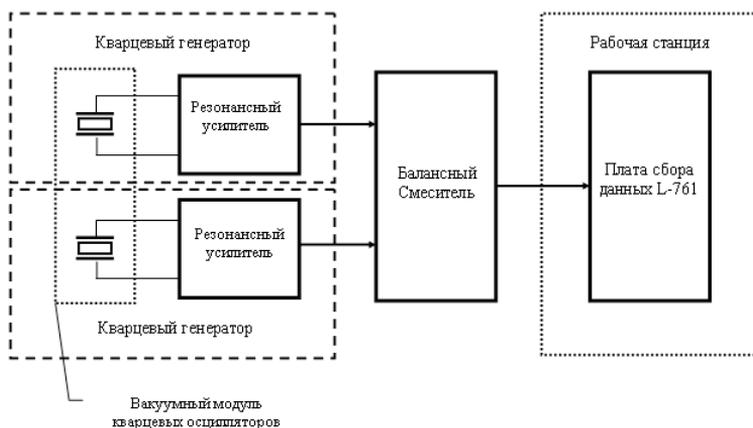


Рис. Функциональная схема автоматизированной измерительной системы

### **Описание автоматизированной системы**

В настоящее время значительная часть физических экспериментов требует одновременного и неоднократного измерения многих физических величин и их математической обработки в реальном времени [3].

Основные цели [3] создания систем автоматизации экспериментальных исследований:

- 1) повышение эффективности и качества исследований на основе получения и уточнения более полных моделей исследуемых объектов, явлений и процессов;
- 2) получение качественно новых научных результатов, достижение которых невозможно без применения автоматизации;
- 3) сокращение сроков и уменьшение трудоемкости научных исследований и комплексных испытаний.

Функциональная схема автоматизированной измерительной системы для измерения уровня покрытия адсорбата *in situ* представлена на рисунке. Вакуумный модуль кварцевых осцилляторов состоит из двух идентичных кварцевых резонаторов, находящихся в специальном корпусе, расположенном на держателе в сверхвысоковакуумной камере непосредственно над образцом. Второй кварцевый резонатор необходим для компенсации влияния нагрева основного осциллятора в процессе напыления адсорбата. Каждый кварцевый резонатор совместно с резонансным усилителем образует кварцевый генератор, имеющий нестабильность частоты не более  $10^{-7}$ .

На следующем этапе создания автоматизированной системы была разработана принципиальная электрическая схема [4] резонансного усилителя – балансный смеситель. Применена емкостная трехточечная схема кварцевого генератора с кварцевым резонатором между коллектором и базой в схеме включения транзистора с заземленным коллектором. Эта схема особенно удобна для генераторов с электронной перестройкой частоты (при включении последовательно с кварцем варикапа) и имеет меньшее количество блокировочных элементов, чем схема с заземленным эмиттером. Сигналы с кварцевых генераторов подаются на входы X и Y балансного смесителя, выполненного на специализированной интегральной микросхеме SA612. Выходными информационными данными является разностная частота сигналов, подаваемых на входы X и Y. Кварцевые генераторы и балансный смеситель питаются от стабилизированного источника питания +15В и +9В соответственно.

Сигналы с кварцевых генераторов поступают на балансный смеситель, формирующий разностный сигнал, частота которого зависит от количества осажденного адсорбата на поверхности осциллятора. Далее сигнал преобразуется в цифровую форму платой сбора данных L-761-85, результат поступает в программно-аппаратный комплекс NI LabView или другие программные пакеты для обработки данных измерений. Автоматизированная измерительная система позволяет в реальном времени производить измерения, обрабатывать, отображать в графической и текстовой форме, сохранять полученные данные в различных форматах и передавать результаты измерений в другие программные средства обработки данных.

Разработанная автоматизированная измерительная система имеет следующие параметры:

Уровень измеряемых покрытий	– 1...50 нм;
Точность измерения	– не более 0,1%;
Частота измерений	– 125 кГц;
Гальваническая развязка	– 500 В.

### **Заключение**

Описана разработанная система для автоматизации измерений уровня покрытия при формировании тонких плёнок *in situ*. Автоматизированная система позволяет в автоматическом режиме производить измерения, исключив тем самым влияние грубых погрешностей (промахов оператора) на результаты измерений.

---

1. Рубичев, Н.А. Измерительные информационные системы: учеб. пособие / Н.А. Рубичев. – М.: Дрофа, 2010. – 334 с.
2. Рехвиашвили, С.Ш. Адсорбция и поверхностная энергия в экспериментах с кварцевым микробалансом / С.Ш. Рехвиашвили, Е.В. Кишტიкова // Журнал технической физики. – 2008. – Т. 78, Вып. 4. – С. 137–139.
3. Кузмичев, Д.А. Автоматизация экспериментальных исследований / Д.А. Кузмичев, И.А. Радкевич, А.Д. Смирнов. – М.: Наука, 1983. – 392 с.
4. Номоконова, Н.Н. Электронные устройства: от идеи до практического результата / Н.Н. Номоконова, Г.В. Голиков, Д.Ю. Михайлов, Ю.В. Колесова, А.В. Овсяникова // Территория новых возможностей. Вестник Владивостокского государственного университета экономики и сервиса. – 2015. – № 1 (28). – С. 62–65.

© Белоус, И.А., 2016

© Доценко, В.А., 2016

**Для цитирования:** Белоус, И.А. Автоматизация микробалансного метода измерения покрытий адсорбата *in situ* / И.А. Белоус, В.А. Доценко // Территория новых возможностей. Вестник Владивостокского государственного университета экономики и сервиса. – 2016. – № 2. – С. 100–104.

**For citation:** Belous, I.A. Automation micro balance method covers the measurement of the adsorbate *in situ* / I.A. Belous, V.A. Dotsenko // The Territory Of New Opportunities. The Herald of Vladivostok State University of Economics and Service. – 2016. – № 2. – P. 100–104.

Дата поступления: 09.03.2016