

И.А. Белоус¹
В.А. Доценко²

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, 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-

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

² 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 комплексования 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, Ω – площадь поверхности осциллятора, θ – 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 θ из формулы (3) невозможно. В пределе $a \rightarrow 0$ из (3) получается изотерма Ленгмюра, для которой:

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

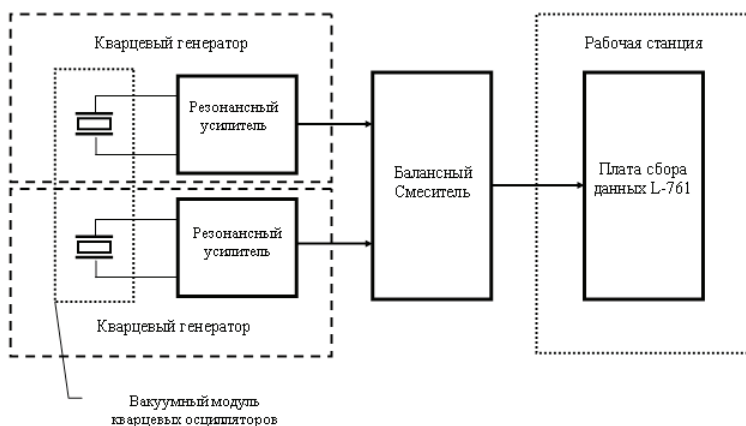


Рис. Функциональная схема автоматизированной измерительной системы

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 являются:

- 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.