

# АВТОМАТИЗИРОВАННОЕ УСТРОЙСТВО ДЛЯ ОЦЕНКИ СТЕПЕНИ ЧИСТОТЫ ПОДЛОЖКИ ПО ДИНАМИЧЕСКОМУ СОСТОЯНИЮ КАПЛИ ЖИДКОСТИ, НАНОСИМОЙ НА ЕЕ ПОВЕРХНОСТЬ

С.А. Бородин, А.В. Волков, Н.Л. Казанский

Институт систем обработки изображений РАН

Самарский государственный аэрокосмический университет имени академика С.П. Королёва

## Аннотация

В статье рассмотрены методы оценки степени чистоты поверхности подложек, предназначенных для формирования микрорельефа дифракционных оптических элементов (ДОЭ). Предложено автоматизированное устройство контроля степени чистоты поверхности по динамическому состоянию капли жидкости. Приведены результаты экспериментов по оценке поведения капли жидкости, полученные с помощью высокоскоростной видеокамеры.

## Введение

Контроль степени чистоты поверхности подложек является одной из основных технологических операций, определяющих процент выхода годных изделий микроэлектроники и дифракционной оптики. При изготовлении дифракционных оптических элементов (ДОЭ), особенно для элементов, работающих при повышенных уровнях оптического излучения и имеющих большую площадь поверхности, возникает ряд специфических проблем:

- необходимость оценки степени чистоты поверхностей, превышающих 100 см<sup>2</sup>;
- малые временные параметры для выполнения контрольных операций;
- возможность обеспечения точности и повторяемости контрольных операций.

В общем случае продуктами загрязнения поверхности подложек являются микрочастицы типа пылинок (волокон) и молекулярные пленки остатков фоторезиста, кислот и растворителей. Если контроль первых достаточно легко осуществляется микроскопическими методами, то количественное определение последних представляет достаточно сложную техническую задачу [1].

Для контроля степени чистоты поверхности подложек могут быть применены различные способы и устройства, но в основном они являются неэффективными (электрохимические, контроль запотевания подложки, КРП) или дорогостоящими (флуоресценция, ЭПР, микроскопы с высоким разрешением) [2, 3].

## 1. Контроль степени чистоты подложки по смачиваемости ее поверхности каплей жидкости

Наиболее перспективными и применяемыми на практике являются методы, базирующиеся на использовании закономерностей, имеющих место при смачивании поверхности подложки каплями жидкости.

Капли жидкости могут образовываться:

- при медленном истечении жидкости из небольшого отверстия,
- при стекании ее с края поверхности,
- при распылении или эмульгировании жидкости,
- при конденсации пара на твердых несмачиваемых поверхностях или на центрах конденсации в газовой среде.

Поверхность жидкости стремится принять такую форму, чтобы иметь минимальную площадь. В любом случае следует рассматривать три границы раздела между фазами: газ-жидкость, жидкость – твердое тело и газ – твердое тело. Поведение капли жидкости будет определяться значениями поверхностного натяжения (удельными величинами свободной поверхностной энергии) на указанных границах раздела. Сила поверхностного натяжения на границе раздела жидкости и газа будет стремиться придать капле сферическую форму. Это произойдет в том случае, если поверхностное натяжение на границе раздела жидкости и твердого тела будет больше поверхностного натяжения на границе раздела газа и твердого тела (рис. 1а). В этом случае процесс стягивания жидкой капли в сферу приводит к уменьшению площади поверхности границы раздела жидкость – твердое тело при одновременном увеличении площади поверхности границы раздела газ-жидкость. Тогда наблюдается **несмачивание** поверхности твердого тела жидкостью. Форма капли будет определяться равнодействующей сил поверхностного натяжения и силы тяжести. Если капля большая, то она будет растекаться по поверхности, а если маленькая - стремиться к шарообразной форме [4].

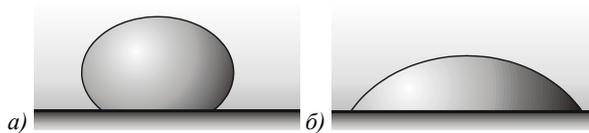


Рис. 1. Различные формы капли на поверхности твердого тела для случаев несмачивающей (а) и смачивающей (б) жидкостей

Если поверхностное натяжение на границе раздела жидкости и твердого тела меньше поверхностного натяжения на границе раздела газа и твердого тела, то капля приобретет такую форму, которая позволит уменьшить площадь поверхности границы раздела газ – твердое тело, то есть капля будет растекаться по поверхности тела (рис. 1б). В этом случае наблюдается смачивание жидкостью твердого тела.

Для количественного описания смачивания жидкостью твердого тела рассматривается равновесие сил, действующих на элемент контура, образованного пересечением трех границ раздела фаз: 1 – газа, 2 – жидкости и 3 – твердого тела (рис. 2). В первом случае сила притяжения молекул жидкости друг к другу больше силы взаимодействия с молекулами

твёрдого тела, и, как следствие, жидкость принимает форму, близкую к шаровой (рис. 2а).

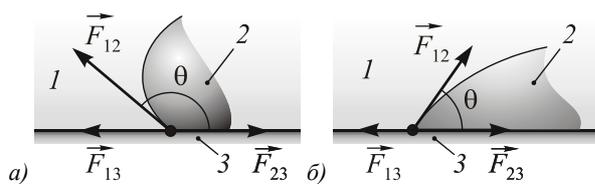


Рис. 2. Схемы равновесия капли на поверхности твердого тела для случаев несмачивающей (а) и смачивающей (б) жидкостей

1 - газ, 2 - жидкость, 3 - твердое тело

Во втором случае наоборот: сила взаимодействия молекул жидкости друг с другом меньше сил взаимодействия с молекулами твердого тела. Под действием последних (а так же под действием силы тяжести) жидкость растекается по поверхности твёрдого тела (рис. 2б). То есть форма капельки жидкости - результат действия сил тяжести и взаимодействия молекул жидкости с молекулами твёрдого тела. Мерой смачивания является угол  $\Theta$  между смачиваемой поверхностью и касательной к поверхности жидкости. Этот угол называют углом смачивания или краевым углом.

Методам контроля степени чистоты исследуемых поверхностей твердых тел по смачиваемости их каплями жидкости посвящено большое количество работ [5-9]. Однако к недостаткам описанных методик следует отнести то, что оценка степени чистоты поверхности осуществляется по состоянию капли, находящейся в стационарном состоянии, что требует значительных временных затрат.

Физико-химические параметры, контролируемые термодинамически-равновесную смачиваемость твердых поверхностей, были определены в результате усилий Зисмана (1964) и др. (Fowkes, 1964; Padday, 1978; П. Ж. де Жен, 1987), в то время как отклонения от термодинамического равновесия находятся сейчас лишь на начальной стадии понимания, особенно того, что, касается межфазной границы жидкость/твердое тело.

## 2. Контроль чистоты подложки по динамическому состоянию капли жидкости, наносимой на ее поверхность

В [10, 11] предложены способ и устройство контроля чистоты по скорости растекания капли жидкости на контролируемой поверхности на основе фиксации светового потока, формируемого каплей жидкости (жидкостная линза). Однако, как показали дальнейшие исследования, такая методика приемлема для оценки степени чистоты относительно «загрязненной» подложки. Капля жидкости, нанесенная на оптически гладкую поверхность, прошедшую глубокую очистку на установке плазмохимического травления, ввиду хорошей смачиваемости подложки «перестает быть линзой». В данной работе предлагается метод контроля степени чистоты подложки по динамическому состоянию капли жидкости, наносимой на поверхность, в том числе прошедшую и

глубокую очистку. Установка включает в себя основание, на котором установлены видеокамера VS-FAST/CG6, дозатор жидкости, система освещения образца и персональный компьютер, осуществляющий анализ изображений (рис. 3, 4).



Рис. 3. Внешний вид автоматизированного устройства анализа микро- и наносероховатостей поверхности подложки

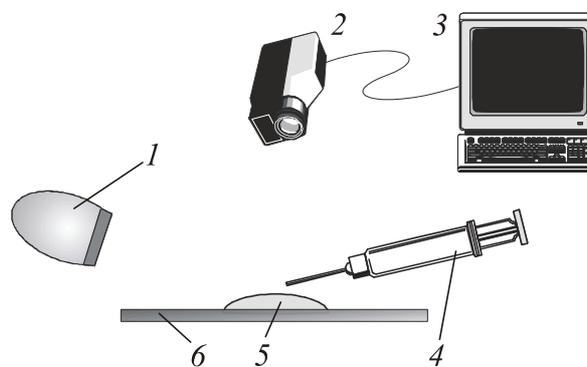


Рис. 4. Структурная схема устройства

Устройство работает следующим образом. Поверхность исследуемой подложки (6), расположенная горизонтально, освещается равномерным световым потоком от источника света (1) через фильтр инфракрасного излучения, необходимый для предотвращения нагрева поверхности подложки. С помощью дозатора 4 на исследуемый участок поверхности подложки наносится капля жидкости (5) фиксированного объема. Скоростная видеокамера (2), расположенная перпендикулярно поверхности подложки и сфокусированная на исследуемый участок, фиксирует процесс растекания капли жидкости. Время растекания капли по поверхности исследуемого образца не должно превышать 6 секунд (время ограничено объемом памяти видеокамеры). Изображение, зафиксированное записывающим устройством (3) в режиме кадрового просмотра, позволяет наблюдать и измерять параметры динамического состояния растекающейся капли жидкости.

### Методика проведения эксперимента

Подготовка образцов для проведения эксперимента. В качестве исследуемых образцов использовались подложки типа СТ-50-1, «Поликор», графитовые и стеклянные фотографические пластины ВРП без эмульсии.

Очистка исследуемых подложек осуществлялась по типовому процессу, который включает следующие

операции: обезжиривание в горячем (75-80°C) перекисно-аммиачном растворе; промывание в проточной деионизованной воде (удаление продуктов реакции предыдущей обработки); обработка в горячем (90-100°C) растворе серной кислоты; промывание в проточной деионизованной воде (удаление остатков кислот) [12] с последующим плазмохимическим травлением на установке плазмохимического травления пластин УПТ ПДЭ-125-008 в газовой смеси азота 80% и кислорода 20% под давлением  $2,1 \cdot 10^{-1}$  Па в течение 4 минут при мощности генератора 500 Вт.

#### Технология проведения эксперимента

На поверхность подготовленной подложки (сразу после очистки) с помощью дозатора жидкости наносили каплю дистиллированной воды. Процесс ее падения и растекания по поверхности фиксировался видеокамерой VS-FAST/CG6 со скоростью 1000 кадров в секунду. Его можно разделить на три этапа. Первый этап – формирование капли на конце иглы дозатора (рис. 5); второй

этап – падение капли под действием силы тяжести на поверхность подложки (рис. 6); третий этап – растекание капли, совершающей затухающие колебательные движения, по поверхности подложки (рис. 7-10).

На рис. 5а, 6а, 7а, 8а, 9а, 10а подложка типа СТ-50-1 очищена плазмохимическим травлением, время выдержки на воздухе менее 1 мин. Время растекание капли по поверхности подложки составляет 12 мс в течение, которого капля совершает «одно» колебание. В начальный момент растекания капли жидкости ее волновой фронт направлен от центра по радиусу к периферии и в следующий момент в обратном направлении с приобретением капель классической формы.

На рис. 5б, 6б, 7б, 8б, 9б, 10б подложка типа СТ-50-1 очищена плазмохимическим травлением с временем выдержки на воздухе - 20 мин. До принятия стационарного состояния капля жидкости совершает шесть колебаний за время 65 мс.

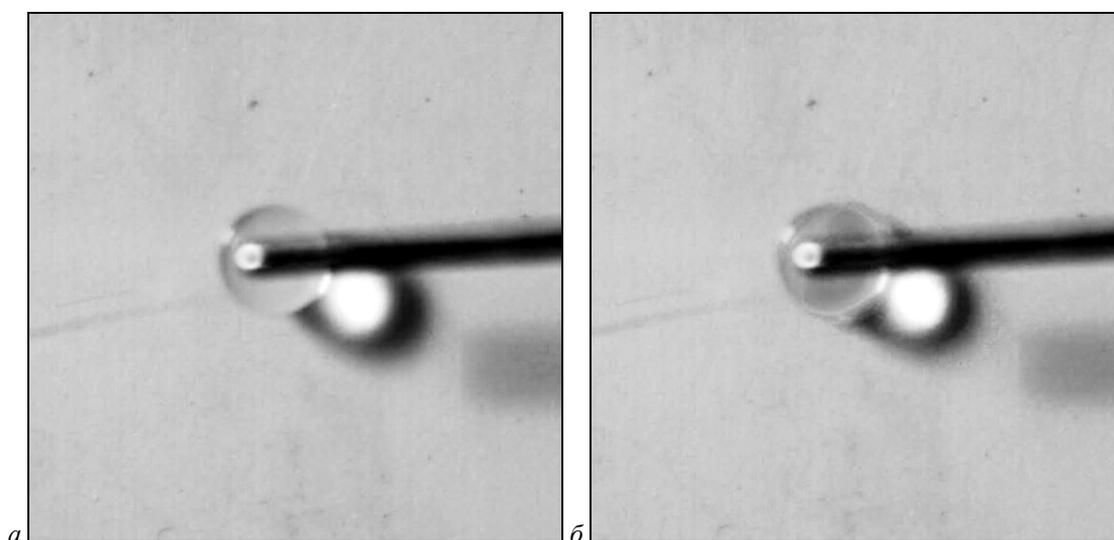


Рис. 5. Исходное состояние (капля в момент отрыва)

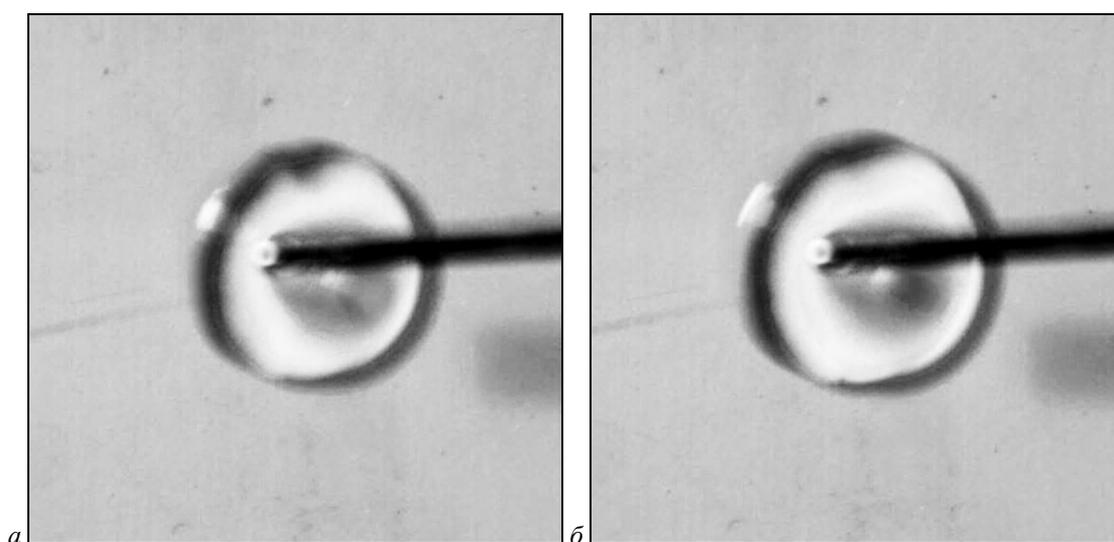
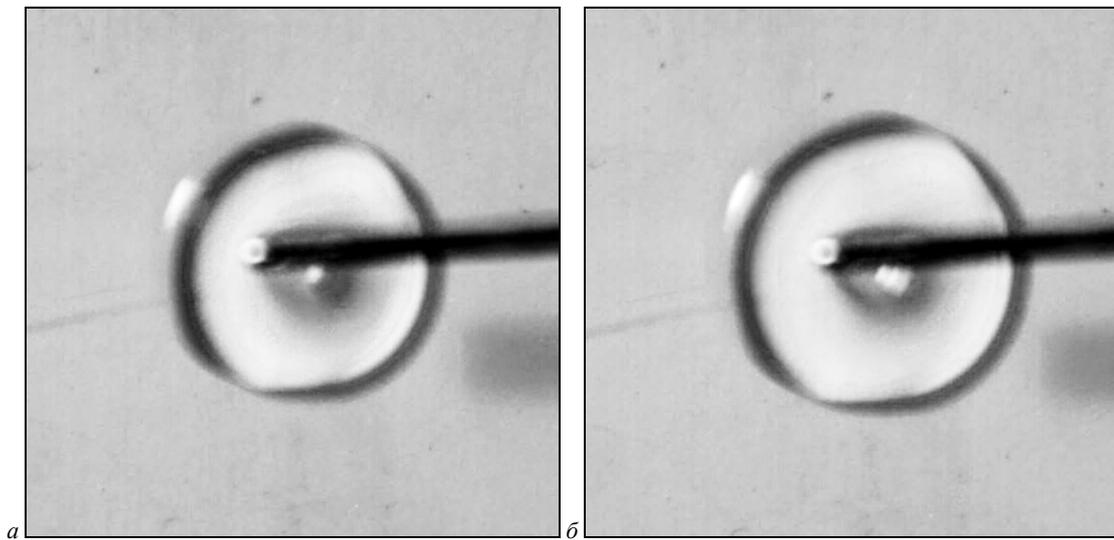
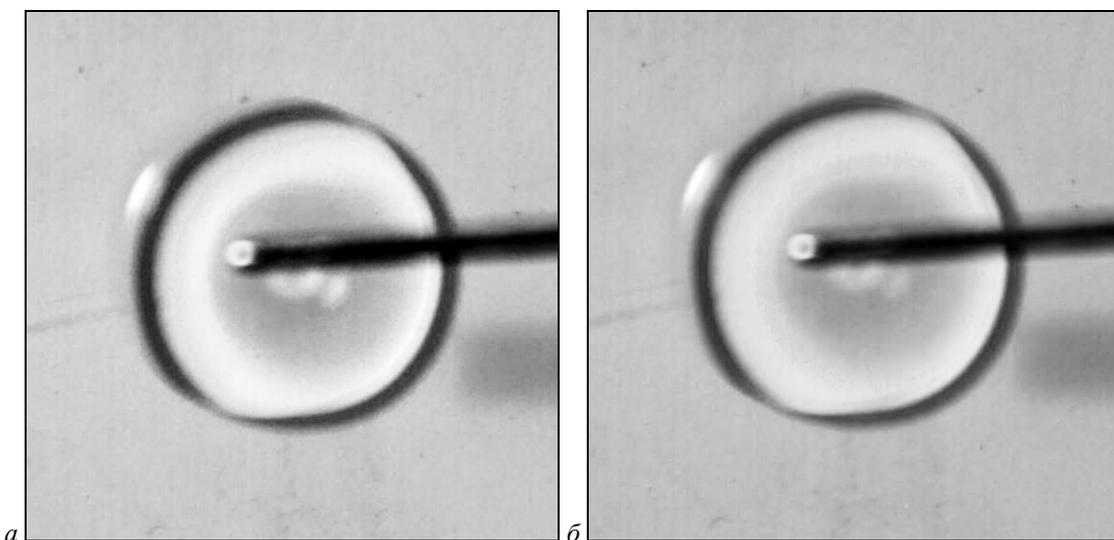


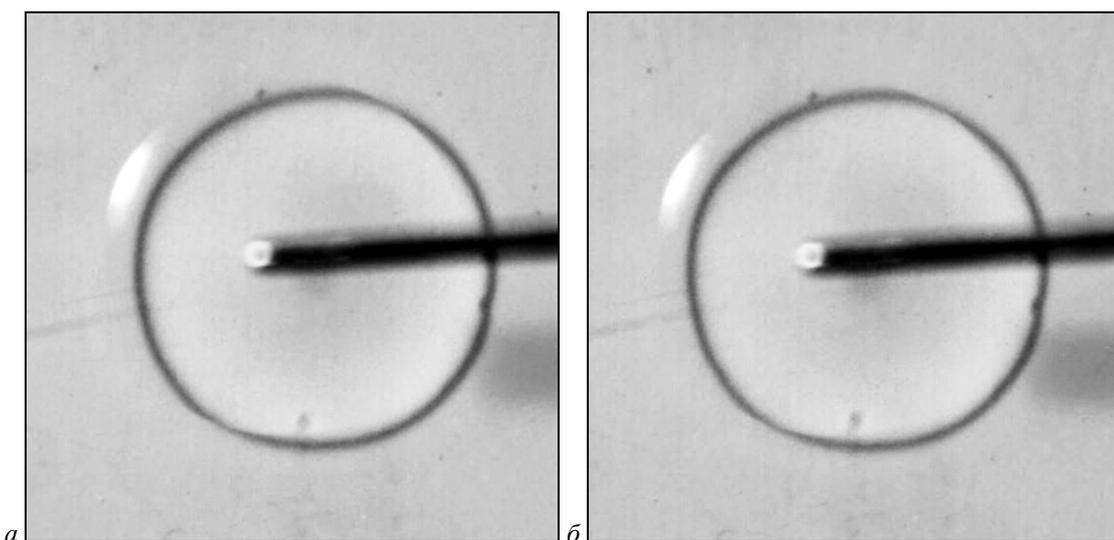
Рис. 6. Капли жидкости коснулись поверхности подложек



*Рис. 7. Состояние капель жидкости, зафиксированное через 1 мс от начального положения*



*Рис. 8. Состояние капель жидкости, зафиксированное через 4 мс от начального положения*



*Рис. 9. Состояние капель жидкости зафиксированное через 8 мс от начального положения*

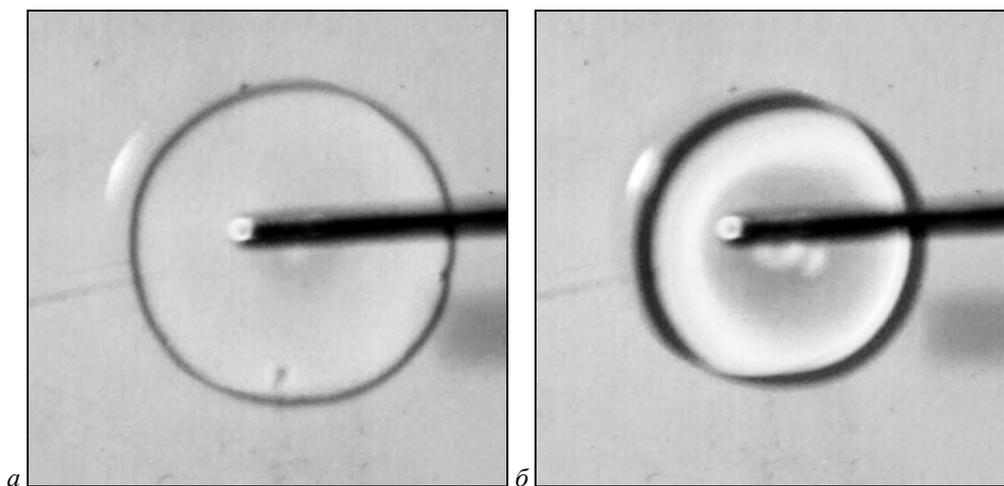


Рис. 10. Стационарное состояние капль жидкости зафиксированное через 12 мс (а) и 65 мс (б) от начального положения

Время 4 мс, в данном эксперименте (рис. 8 а, б) фактически является временем, необходимым для смачивания подложки, за которым наступает процесс растекания капли. И, как следует из рисунков 8б и 9б, для подложки выдержанной на воздухе в течение 20 мин после плазмохимической очистки диаметр капли остается практически неизменным и сравнимым с диаметром капли находящейся в стационарном состоянии рис. 10б. То есть диаметр растекающейся капли жидкости является характеристическим параметром, позволяющим оценить степень химической чистоты поверхности подложки.

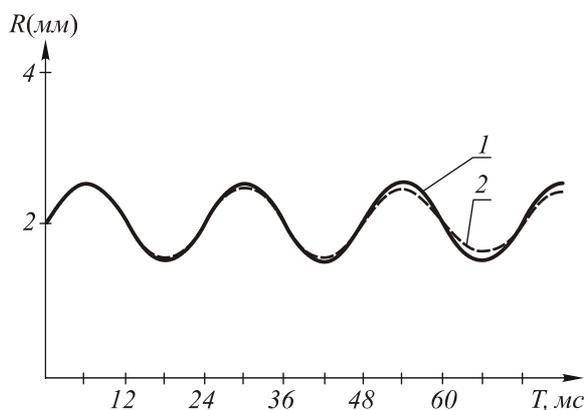


Рис. 11. Динамическое состояние капли дистиллированной воды на поверхности подложек (время выдержки на воздухе более 1 месяца после плазмохимической очистки).

1 – колебательные процессы на графитовой подложке;  
2 – колебательные процессы на ситалловой подложке

На рис. 11 представлено в виде графика динамическое состояние капли жидкости, наносимой на различные подложки и совершающей колебательные движения. Как явствует из анализа выполненных в течение 80 мс наблюдений, ситалловая подложка более подвержена атмосферному загрязнению.

Для оценки влияния степени шероховатости подложки на параметры растекающейся капли жидкости были выполнены исследования на гладких и шероховатых поверхностях ситалловых подложек,

степень шероховатости которых была предварительно оценена с помощью интерферометра. На рис. 12 и 13 представлены результаты оценки (с помощью микроинтерферометра WLI DMR) шероховатости поверхности подложек.

Процесс растекания дистиллированной воды по шероховатой поверхности подложки аналогичен растеканию по гладкой поверхности, выдержанной на воздухе в течение 20 мин. Параметры шероховатости и форма микрорельефа позволяют примерно оценить увеличение площади основания капли:  $S_{\text{шер}} \approx 2S_{\text{глад}}$  того же радиуса. Результаты оценки энергии активации одной молекулы для гладкой и шероховатой поверхности показали, что для одного и того же материала подложки они совпадают с точностью до 90%.

### Заключение

Предложенный в работе метод контроля позволяет эффективно и с малой потерей времени оценить степень чистоты поверхности подложек по диаметру растекающейся капли жидкости. Для оценки степени загрязнения поверхности подложки, очищенной плазмохимическим травлением, необходимо использование высокоскоростной камеры. По динамическому состоянию капли жидкости, наносимой на подложку, можно судить об эффективности очистки поверхности подложки и оценить технологические режимы очистки.

### Благодарности

Работа выполнена при поддержке Министерства образования и науки РФ, правительства Самарской области и Американского фонда гражданских исследований и развития (CRDF Project SA-014-02) в рамках российско-американской программы «Фундаментальные исследования и высшее образование» («BRHE»), а также гранта Президента РФ № НШ-1007.2003.01. и грантов РФФИ № 04-02-08094 и № 05-01-08020.

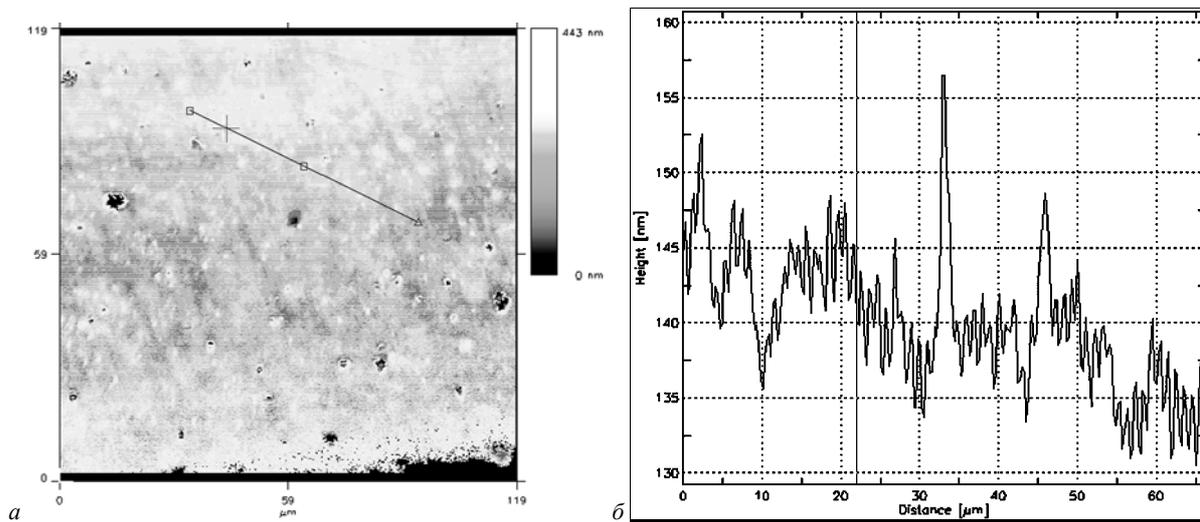


Рис. 12. Результаты измерений поверхности подложки CT-50-1 (а – структура, б – профилограмма)

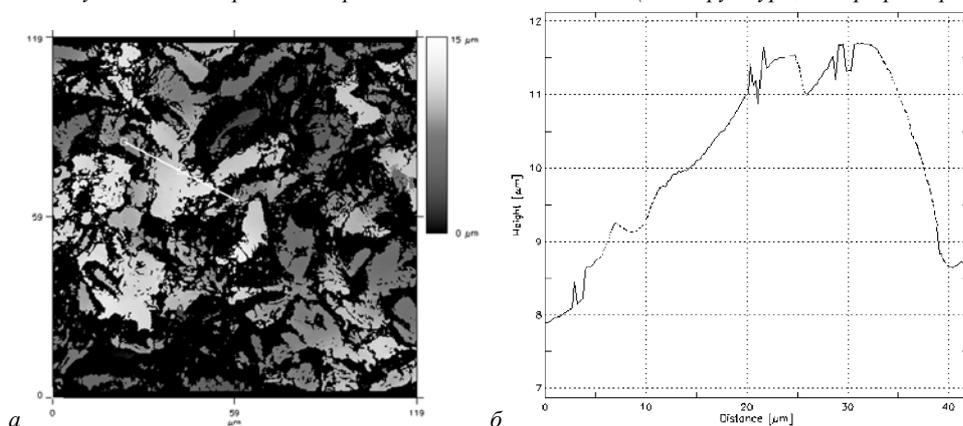


Рис. 13. Результаты измерений поверхности подложки CT-50-1 (а – структура, б – профилограмма)

### Литература

1. Волков А.В., Казанский Н.Л., Моисеев О.Ю. Подготовка поверхности подложек для изготовления ДОО методом послойного наращивания фоторезиста // Компьютерная оптика, 2001. В. 21. С. 113-116.
2. Богатырев А.Е., Шушунова Л.И., Цыганов Г.М. Новые методы контроля чистоты и дефектности поверхности деталей. Обзоры по электронной технике // – 1980. –N3 (707). С.19-27.
3. Волков А.В., Колпаков А.И. Способ измерения чистоты поверхности подложек // А.с. №1821688 от 12.10.1992.
4. Глаголев К.В., Морозов А.Н. Физическая термодинамика // М.: МГТУ им Н.Э.Баумана, 2002. Гл. 7.
5. Пастухов В.А., Боксер Э.Л., Царевский Б.В. Способ определения краевого угла смачивания жидкостью твердых тел // А.с. N531065 от 05.11.76.
6. Ициксонас Г.О., Шумахер А.А. Способ определения краевого угла смачивания // А.с. N548788от 28.02.77.
7. Магунов А.Н. Способ определения краевого угла смачивания. А.с. N1260752 от 30.09.86.
8. Магунов А.Н., Мудров Е.В. Измерение краевого угла смачивания методом отраженного света // ПТЭ, 1990. № 5. С. 227-230.
9. Бородин С.А., Волков А.В., Колпаков А.И., Рафельсон Л.Л. Устройство контроля чистоты поверхности подложек // ПТЭ. 1990. №5. С. 230-232.
10. Рафельсон Л.Л., Волков А.В., Бородин С.А., Иванова В.А. Устройство контроля чистоты поверхности подложек // А.с. №1741032 от 15.06.1992.
11. Волков А.В., Колпаков А.И. Способ определения чистоты поверхности подложки // А.с. №1784868 от 30.01.1992г.
12. Ефимов И.Е., Козырь И.Я., Горбунов Ю.И. Микроэлектроника // Учебное пособие для ВУЗов. М.: «Высшая школа», 1986.

# Automated device for substrate surface cleanliness estimation from the dynamic state of a liquid drop deposited on its surface

S.A. Borodin<sup>1,2</sup>, A.V. Volkov<sup>1,2</sup>, N.L. Kazanskiy<sup>1,2</sup>

<sup>1</sup> Image Processing Systems Institute of RAS

<sup>2</sup> Samara State Aerospace University named after academician S.P. Korolev

## Abstract

The article discusses the methods for assessing the surface cleanliness factor of the substrates intended to form a microrelief of diffractive optical elements (DOEs). An automated device is proposed to control the surface cleanliness factor by the dynamic state of a liquid droplet. The experimental results on evaluation of a liquid droplet behavior obtained using a high-speed video camera are presented.

**Keywords:** liquid drop, diffractive optical elements, DOEs, microrelief, high-speed video camera.

**Citation:** Borodin SA, Volkov AV, Kazanskiy NL. Automated device for substrate surface cleanliness estimation from the dynamic state of a liquid drop deposited on its surface. *Computer Optics* 2005; 28: 69-75.

## References

- [1] Volkov AV, Kazanskiy NL, Moiseev OYu. Preparation of a substrate surface for DOE fabrication using a layered photoresist growth method. *Computer Optics* 2001; 21: 113-116.
- [2] Bogatyrev AE, Shushunova LI, Tsyganov GM. New methods for monitoring the surface roughness and defects of details. *Reviews of Electronic Engineering* 1980; 3(707): 19-27.
- [3] Kolpakov AV, Volkov AI. A technique for measuring the substrate surface cleanliness. USSR Inventor's Certificate SU 1821688 of October 12, 1992.
- [4] Glagolev KV, Morozov AN. *Physical thermodynamics* [In Russian]. Moscow: Bauman MSTU Publisher; 2002.
- [5] Khlynov VV, Pastukhov VA, Bokser EL, Tsarevskiy BV, Furman EL. The method for determining the contact angle of wetting of solids. USSR Inventor's Certificate SU 531065 of October 5, 1976, Russian Bull of Inventions N37, 1976.
- [6] Itsiksonas GO, Schumacher AA. A method for determining the contact angle. USSR Inventor's Certificate SU 548788 of February 28, 1977, Russian Bull of Inventions N8, 1977.
- [7] Magunov AN. A method for determining the contact angle. USSR Inventor's Certificate SU 1260752 A1 of September 30, 1986, Russian Bull of Inventions N36, 1983.
- [8] Magunov AN, Mudrov EV. Wetting-angle measurement by reflected-light method. *Instruments and Experimental Techniques* 1990; 5: 227-230.
- [9] Borodin SA, Volkov AV, Kolpakov AI, Rafelson LL. Automated device for substrate surface cleanliness estimation. *Instruments and Experimental Techniques* 1990; 5: 230-232.
- [10] Rafelson LL, Volkov AV, Borodin SA, Ivanova VA. Automated device for substrate surface cleanliness estimation. USSR Inventor's Certificate SU 1741032 A1 of June 15, 1992, Russian Bull of Inventions N22, 1992.
- [11] Volkov AV, Kolpakov AI. A method for determining the substrate surface cleanliness. USSR Inventor's Certificate SU 1784868 A1 of December 30, 1992, Russian Bull of Inventions N48, 1992.
- [12] Efimov IE, Kozyr IY, Gorbunov YI. *Microelectronics. Textbook for higher schools* [In Russian]. Moscow: "Vysshaya Shkola" Publisher, 1986.