

РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ

(19) **RU** **2 045 041** ⁽¹¹⁾ ⁽¹³⁾ **C1**

ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ,
ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ
(51) МПК
[G01N 21/63 \(1995.01\)](#)

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

Статус: не действует (последнее изменение статуса: 12.01.2004)

<p>(21)(22) Заявка: 5009178/25, 11.07.1991</p> <p>(45) Опубликовано: 27.09.1995</p> <p>(56) Список документов, цитированных в отчете о поиске: 1. Зеленка И. Пьезоэлектрические резонаторы на объемных и поверхностных акустических волнах. М.: Мир, 1990, с.454.2. Бардин А.М. Технология оптического стекла. М.: Высшая школа, 1963, с.392.</p>	<p>(71) Заявитель(и): Уральский политехнический институт им.С.М.Кирова, Научно-исследовательский институт "ЭЛПА"</p> <p>(72) Автор(ы): Галанов Г.Н., Зацепин А.Ф., Кортгов В.С., Лучинин А.С., Мальцев А.П., Тюков В.В., Ушкова В.И.</p> <p>(73) Патентообладатель(и): Уральский государственный технический университет</p>
---	---

(54) СПОСОБ КОНТРОЛЯ КАЧЕСТВА КВАРЦЕВЫХ РЕЗОНАТОРОВ**(57) Реферат:**

Использование: технология изготовления и контроль качества изделий акустоэлектроники на поверхностных акустических волнах. Сущность изобретения: контроль осуществляются путем измерения тока фотостимулированной экзоэлектронной эмиссии при сканировании УФ-зондом локального участка поверхности между излучающим и приемным встречно-штыревыми преобразователями. Положительный эффект: возможность количественной оценки рабочих параметров готовых резонаторов на промежуточных этапах технологического цикла и сборки. 4 ил. 5 табл.

Изобретение относится к неразрушающим методам контроля состояния поверхности материалов и изделий акустоэлектроники и может применяться для оценки качества обработки и подготовки к технологическим операциям поверхности кварцевых пьезоэлементов, а также для прогнозирования рабочих характеристик готовых резонаторов на поверхностных акустических волнах (ПАВ).

Совершенство кристаллической структуры исходного монокристаллического сырья, качество обработки и очистки поверхности пьезокварцевых подложек в значительной степени определяют характеристики устройств на ПАВ, процент выхода годных изделий и степень их надежности в процессе эксплуатации. Применяемые на различных стадиях технологического цикла традиционные методы

контроля [1, 2] физического состояния реальной поверхности пьезоэлементов резонаторов на ПАВ и другие возможные методики контроля чувствительны не ко всей совокупности факторов, определяющих качество резонаторов на ПАВ, а лишь к некоторым из них, либо приводят к нежелательному изменению свойств и повреждению поверхности подложки. Так, основанный на использовании ИК-спектроскопии способ контроля качества кристаллов пьезокварца и его добротности чувствителен к наличию в объеме кристалла связанных ОН-групп, являющихся одной из причин неупругих акустических потерь в кварце. Метод оптической микроскопии, используемый на разных стадиях технологического цикла непосредственно перед монтажом кварцевого элемента и сборкой резонатора позволяет обнаружить макродефекты (раковины, трещины, царапины и т.п.), оценить чистоту поверхности, но оказывается нечувствительным к точечным дефектам поверхности и структурным нарушениям подповерхностного слоя. Метод электронографии, обеспечивая получение информации о кристаллической структуре приповерхностных слоев, обладает чувствительностью только к наличию очень больших концентраций структурных дефектов и нарушений и, кроме того, за счет взаимодействия электронных пучков средних энергий (≈ 1 кэВ) с поверхностью может приводить к созданию новых радиационных дефектов. Таким образом, известные методы контроля, использующие корпускулярные излучения, не могут считаться перспективными для контроля поверхности резонаторов на ПАВ. В то же время применение электромагнитных излучений, например, рентгеновских лучей, для указанных целей также ограничено в связи с радиационной электризацией поверхностных слоев пьезоэлемента.

Среди методов спектроскопии поверхности (РФЭС, Оже, ВИМС) наиболее перспективным способом оценки, чувствительны к многим факторам, формирующим качество поверхности пьезоэлементов и рабочей характеристики резонаторов на ПАВ, является экзoeлектронная эмиссия.

Сущность метода заключается в том, что контролируемые образцы сначала возбуждают рентгеновским, лазерным излучением или пропусанием импульса электрического тока, а затем нагревают до температуры максимума экзoeлектронной эмиссии и по температурному положению эмиссионного максимума определяют глубину нарушенного слоя материала. При попытке использовать данный метод для контроля качества изделий акустоэлектроники на ПАВ возникает ряд существенных трудностей:

применяемое в способе лазерное и рентгеновское возбуждение вызывает повреждение или электризацию приповерхностного слоя и тем самым существенно изменяет электрофизические, акустические свойства пьезоматериалов и рабочие характеристики резонатора;

оценка качества поверхности по интенсивности термостимулированной экзoeлектронной эмиссии требует нагрева, образца до достаточно высоких температур (в частности, кварца до 300°C и выше), что нежелательно для изделий акустоэлектроники на ПАВ, так как может вызвать необратимые изменения их рабочих параметров, в частности рабочей частоты и шумовых характеристик, а также вообще выход из строя из-за отслоения и разрушения электродов за счет разницы КТР металла и кварца;

контролируемые данным способом параметры являются интегральными характеристиками поверхности, в то же время рабочая поверхность изделий акустоэлектроники на ПАВ представляет собой гетерогенную систему, состоящую из металлизированных участков сложной топологии (электроды), участков пьезокварца с высоким качеством обработки поверхности (район между приемным и излучающим встречно-штырьевыми преобразователями ВШП) и участков поверхности кварца с измененной в результате химико-механической обработки структурой поверхности (отражательная дорожка).

Вклад каждого из перечисленных элементов в формирование качества изделия неэквивалентен, поэтому интегральные эмиссионные характеристики поверхности не могут быть использованы для прогнозирования рабочих характеристик готовых изделий.

Технологическим результатом изобретения является контроль состояния поверхности кварцевых пьезоэлементов и разработка метода прогнозирования рабочих характеристик готовых изделий акустоэлектроники на ПАВ, свободного от указанных недостатков, в частности не требующего нагрева контролируемых образцов и позволяющего оценить качество любого локального участка рабочей поверхности на различных этапах технологического цикла изготовления

пьезоэлементов, обеспечивающего повышение достоверности результатов контроля и надежности готовых изделий акустоэлектроники на ПАВ.

Технический результат достигается за счет того, что в способе контроля качества кварцевых резонаторов, включающем измерение в вакууме параметров стимулированной экзоэлектронной эмиссии с поверхности контролируемого образца, осуществляется измерение тока фотостимулированной экзоэлектронной эмиссии (ФСЭЭ) при сканировании локальным УФ-зондом с длиной волны 220-245 нм участка поверхности между излучающим и приемным ВШП.

Предлагаемый способ основан на установленной предварительными исследованиями закономерной взаимосвязи интенсивности экзоэмиссии и рабочих параметров кварцевых резонаторов на ПАВ (в частности, рабочей частоты f_p , добротности Q и спектральной плотности шума S). Основой такой взаимосвязи является зависимость как эмиссионных, так и радиотехнических характеристик от структурного и энергетического состояния приповерхностных слоев кварцевых пьезоэлементов, сформированного в процессе технологической обработки.

Основными характеристиками пьезоэлемента, формирующим рабочие параметры резонатора на ПАВ являются:

скорость распространения ПАВ, влияющая на рабочие параметры резонатора (f_p , Q), длина ПАВ и т.д.

затухание акустических волн, влияющее главным образом на величину акустической добротности;

коэффициент электро-механической связи, характеризующий соотношение между электрической и механической энергиями в пьезоэлектронике и КПД пьезоэлемента.

В то же время все перечисленные характеристики пьезоэлемента в значительной степени определяются состоянием поверхности и приповерхностного слоя, а именно: шероховатостью, дефектностью кристаллической решетки в приповерхностном слое толщиной, равной длине акустической волны, наличием дислокаций, примесей, точечных дефектов ростового и примесного происхождения. Указанные особенности строения приповерхностного слоя формируют и экзоэмиссионные параметры пьезоэлектрика.

Схема контроля готового резонатора на ПАВ приведена на фиг.1а, где показаны пластина 1 пьезокварца, металлические электроды 2, область 3 кварца вокруг электродов с искаженной в результате диффузии металла и деформационных напряжений структурой и свойствами ВШП 4, отражательные дорожки 5, зона X_1 - X_2 контроля. На фиг.1б приведена схема контроля качества поверхности пластин пьезокварца. Зона контроля (заштрихованная область) выбирается в месте будущего нахождения ВШП. О качестве поверхности пьезопластин и готовых резонаторов судят по значению тока экзоэмиссии в зоне контроля, причем при контроле пьезопластин контролируемым параметром служит средний уровень экзоэмиссии \bar{I} вдоль линии сканирования (фиг.1г), а в случае контроля готовых резонаторов на ПАВ минимальное значение тока ФСЭЭ I_{\min} в зоне контроля (фиг. 1в).

Для реализации предложенного способа контролируемые образцы помещают в измерительную камеру, в вакуум 10^{-4} Па, выдерживают в вакууме в течение 30-40 мин для очистки анализируемой поверхности от загрязнений и адсорбатов и стабилизации состава остаточной атмосферы в рабочей камере.

Выдержка кварцевых элементов в вакууме менее 30 мин не обеспечивает необходимой стабильности условий измерений, зависящих от состояния поверхности, остаточной атмосферы, а выдержка более 40 мин нецелесообразна, так как уже не приводит к изменению состояния поверхности.

Электроны детектируются вторично-электронным умножителем ВЭУ-6. Сканирование осуществляется перемещением образцов относительно неподвижного локального светового зонда со скоростью 1-2 мм/мин. Длина волны стимулирующего света, выделяемая с помощью интерференционных фильтров или монохроматора, составляет 220-245 нм. По сканограмме, представляющей собой зависимость тока экзоэмиссии от координаты (фиг.1б и г), определяют минимальное значение тока ФСЭЭ в зоне контроля в случае готовых резонаторов (фиг.1в) или средний уровень тока экзоэмиссии вдоль линии сканирования при контроле пьезопластин на промежуточном технологическом этапе (фиг. 1г). Определенный таким образом уровень ФСЭЭ может быть использован в качестве критерия оценки качества поверхности кварцевых резонаторов и отбраковки на различных стадиях технологического цикла их изготовления, а также для прогнозирования рабочих характеристик готовых ПАВ резонаторов. Чем ниже значение \bar{I} или I_{\min} , тем выше качество рабочей поверхности резонатора. Для установления верхнего предела I

(I_{\min}), соответствующего нижней границе качества поверхности конкретного типа резонаторов, выбирают эталонный резонатор, обладающий предельно допустимыми рабочими характеристиками (f_p , Q , S). Для эталонного резонатора измеряют описанным выше способом значение I , которое используется в дальнейшем в качестве верхнего предела при разбраковке резонаторов. Кроме того, отбраковка как пьезоэлементов, так и готовых резонаторов может производиться и по виду сканограммы. Резко выраженная неоднородность на сканограмме (фиг.1в и г, кривые 2) свидетельствуют о наличии на контролируемой поверхности случайных повреждений и других дефектов (царапин, шероховатости и т.п.) либо механических загрязнений.

При использовании ФСЭЭ для прогнозирования рабочих параметров резонаторов на ПАВ на промежуточных стадиях изготовления необходима серия эталонных резонаторов конкретного типа, подготовленных по одной технологии и имеющих разброс значений рабочих характеристик (f_p , Q , S). На эталонных образцах измеряют значения I и строят калиброванные графики зависимостей $I(f_p)$, $I(Q)$ и $I(S)$.

Полученные калибровочные кривые используются для прогнозирования рабочих параметров контролируемых резонаторов данного типа.

Основное требование при использовании фотостимуляции заключается в том, чтобы в спектре светового зонда не содержалось компонентов, вызывающих стационарную фотоэмиссию с невозбужденной поверхности, поэтому обычно при выборе спектрального состава УФ-света, стимулирующего ЭЭЭ, руководствуются соотношением $\lambda = 1,1\lambda_0$ где λ_0 красная граница фотоэффекта исследуемого материала.

Предлагаемый диапазон длин волн стимулирующего УФ-света 220-245 нм существенно превышает величину $\lambda = 1,1\lambda_0$ для кварца и выбран таким образом, чтобы обеспечить оптическое опустошение электронных ловушек на кислородно-вакансионных дефектах основных экзоэмиссионно-активных центров в приповерхностных слоях кварца, определяющих рабочие параметры ПАВ-резонаторов. Излучение с $\lambda > 245$ нм соответствует области прозрачности кварца или эмиссионно-неактивных дефектов и не способно вызвать экзоэмиссию. При $\lambda < 220$ нм также расположена зона прозрачности, а затем начиная с 160 нм, фундаментальное поглощение кварца, не связанное с дефектностью и исследуемой поверхностью. Скорость сканирования 1-2 мм/мин выбрана таким образом, чтобы обеспечивать удовлетворительный эмиссионный контраст. Диаметр светового зонда (10-15 мкм), определяющий разрешающую способность метода, выбран исходя из геометрии резонатора и свойств оптического УФ-излучения в данном спектральном диапазоне. Выбор зоны контроля в районе поверхности пьезоэлемента между ВШП обусловлен тем, что, как показали предварительные эксперименты, рабочие параметры готовых ПАВ-резонаторов оказываются наиболее чувствительными к состоянию поверхности именно на данном участке.

П р и м е р 1. Прогнозирование уровня шума кварцевых резонаторов.

Для реализации данного способа контроля и прогнозирования качества поверхности резонаторов на ПАВ был проведен контроль серии однотипных кварцевых резонаторов с металлизированными отражателями (f_p 130 МГц).

Предварительно была проведена калибровка зависимости S (I_{\min}) на 7 эталонных резонаторах данного типа. Калибровочный график, полученный методом наименьших квадратов, приведен на фиг.2. Зависимость имеет линейный характер: более шумящий резонатор характеризуется большим значением экзоэмиссионного тока.

Контролируемые образцы одновременно помещали в кассете в вакуумную камеру с остаточным давлением не хуже 10^{-4} Па, выдерживали в вакууме в течение 30 мин, после чего включали дейтериевую лампу, устройство перемещения кассеты и регистрировали вторично-электронным умножителем ВЭУ ток фотостимулированной экзоэлектронной эмиссии. Результаты измерения I_{\min} приведены в табл.1 для 5 образцов и для двух граничных значений длины волны стимулирующего света. Там же приведены значения контролируемой величины уровня шума S , найденные по измеренному значению I_{\min} по калибровочной кривой, а также измеренные генераторным методом (резонатор помещали в автогенератор и измеряли фазовые шумы частотным детектором).

Таким образом предлагаемый способ прогнозирования рабочих характеристик резонаторов позволяет количественно оценивать значение уровня шума резонаторов на ПАВ с погрешностью менее 3%

П р и м е р 2. Прогнозирование уровня шума резонатора на ПАВ в условиях старения его рабочей поверхности.

Установленный в корпус незапаянный резонатор был подвергнут длительному хранению на воздухе во влажной атмосфере, приводящему к изменению его исходных рабочих характеристик. Каждые двое суток проводили измерение уровня шума и эмиссионного тока. Методика испытаний аналогична приведенной в примере 1. На фиг.3 приведен калибровочный график зависимостей $S(I_{\min})$ для данного типа резонаторов, полученный предварительно на эталонных образцах. В табл.2 и на фиг.3 приведены результаты испытаний.

Как видно из табл.2, погрешность оценки уровня шума по значению I_{\min} не превышает 1,5%

П р и м е р 3. Прогнозирование резонансной частоты f_p .

Испытан образец резонатора, подвергнутого воздействию рентгеновского излучения, мощность и доза которого способны изменять рабочие характеристики резонаторов на ПАВ. Мощность используемого рентгеновского излучения составляла $3 \cdot 10^4$ Р/мин. При каждой дозе измеряли I_{\min} по описанной выше методике.

Резонансная частота f_p измерялась по полосе пропускания на уровне 3 дБ.

На фиг. 4 приведен предварительно построенный калибровочный график зависимости $f_p(I_{\min})$ для данного типа резонаторов. В табл.3 и на фиг.4 приведены результаты испытаний при изменении дозы рентгеновского излучения от $3 \cdot 10^5$ до $3,7 \cdot 10^6$ Р. Видно, что предлагаемый способ контроля позволяет количественно оценивать значение резонансной частоты и прогнозировать ее возможные значения с погрешностью, не превышающей 4 кГц.

П р и м е р 4. Прогнозирование добротности ПАВ-резонаторов.

Для реализации данного способа контроля и прогнозирования добротности резонаторов на ПАВ проведены измерения ФСЭЭ серии из шести низкочастотных (f_p 130 МГц) резонаторов в рамках описанной методик и определен параметр контроля I_{\min} . С помощью предварительно полученной калибровочной кривой $I_{\min}(Q)$ определены прогнозируемые значения добротности (табл.4). Для сравнения приведены значения для тех же резонаторов, определенные стандартным генераторным методом.

Предлагаемый способ контроля позволяет прогнозировать добротность резонаторов на ПАВ с погрешностью менее, либо равной 4%

П р и м е р 5. Отбраковка кварцевых пьезопластин на начальных стадиях изготовления резонаторов.

Приведены сравнительные измерения ФСЭЭ двух кварцевых пьезопластин на участках между местами предполагаемого нанесения встречно-штырьевых преобразователей. Эмиссионное сканирование проведено по трем параллельным сечениям (табл.5).

Из результатов измерения видно, что для пластины 2 на участке, соответствующем участку поверхности между электродами, наблюдается резкий всплеск экзоэмиссионного тока, характеризующий наличие структурных нарушений поверхности кварцевой пластины.

В дальнейшем на основе испытанных пьезопластин были изготовлены ПАВ-резонаторы. Испытания резонаторов выявили резкое различие их коэффициентов передачи (табл.5). Резонатор 1 имеет коэффициент передачи 0,2, что полностью отвечает техническим требованиям к изделиям данного типа. Сравнить другие рабочие характеристики исследуемых резонаторов не представлялось возможным, так как резонатор на основе пьезопластины 2 не функционировал и его коэффициент передачи практически равнялся нулю.

Приведенный пример наглядно иллюстрирует возможность отбраковки кварцевых пьезопластин уже на ранних технологических стадиях изготовления резонаторов.

Таким образом, предлагаемый способ контроля качества поверхности и прогнозирования рабочих параметров S , f_p и Q резонаторов на ПАВ позволяет надежно оценивать состояние их поверхности и количественно прогнозировать рабочие параметры на промежуточных стадиях технологического цикла их изготовления. Среди преимуществ данного способа, вытекающих из сравнения их с методом оптической микроскопии, принятым за базовый метод, можно выделить следующие:

повышение надежности и достоверности результатов контроля, так как оптически могут быть обнаружены лишь макродефекты на поверхности (трещины, царапины и другие неровности поверхностного слоя), в то время как экзоэмиссия оказывается чувствительной не только к такого типа дефектам, но и к точечным дефектам и их комплексам как на поверхности, так и в приповерхностном слое, недоступном

оптической микроскопии;
возможность количественной оценки рабочих параметров готовых резонаторов на промежуточных стадиях технологического цикла и сборки;
возможность автоматизации процесса измерения и одновременного контроля партии образцов, что повышает удобство и экспрессность контроля.

Формула изобретения

СПОСОБ КОНТРОЛЯ КАЧЕСТВА КВАРЦЕВЫХ РЕЗОНАТОРОВ, включающий регистрацию информационного параметра при освещении контролируемого образца ультрафиолетовым светом, отличающийся тем, что контролируемый образец выдерживают в вакууме в течение 30 40 мин, затем регистрируют величину тока фотостимулированной экзоэлектронной эмиссии при сканировании контролируемого участка между излучающим и приемным встречно-штырьевыми преобразователями светом с длиной волны 200 245 нм, при этом в качестве информационного параметра используют изменение величины тока вдоль линии сканирования, по среднему уровню тока судят о качестве поверхности пьезопластин на промежуточных стадиях изготовления резонаторов, а по минимальному значению тока экзоэмиссии в зоне контроля оценивают рабочие характеристики готовых резонаторов.

Таблица 1

Шумовые и экзозмиссионные характеристики поверхности кварцевых резонаторов
с металлизированными отражателями

Номер резонатора	Предлагаемый способ				
	Режим фото-стимуляции λ , нм	Параметр контроля I_{min} , имп.с ⁻¹	Прогнозируемый уровень шума S , дБ	Измеренные значения уровня шума, дБ	$\frac{\Delta S}{S}$, %
1	220	430	-101,7	-102	0,3
	245				
2	220	730	-90,5	-90	0,5
	245				
3	220	415	-101,8	-99	2,8
	245				
4	220	265	-100,8	100	1,2
	245				
5	220	370	-104,2	-104	0,2
	245				

Таблица 2

Шумовые и экзозмиссионные характеристики поверхности кварцевого резонатора в условиях старения

Время выдержки на воздухе, сут	Предлагаемый способ			
	Параметр контроля I_{min} , имп.с ⁻¹	Прогнозируемый уровень шума S , дБ	Измеренные значения уровня шума, дБ	$\frac{\Delta S}{S}$, %
Исходное состояние	300	-107,1	-106	1,1
1	400	-106,4	-106	0,4
3	770	-103,4	-103	0,4
5	980	-101,8	-102	0,2

Таблица 3

Изменение резонансной частоты и фотоэмиссионной активности поверхности кварцевого резонатора при облучении рентгеновским излучением

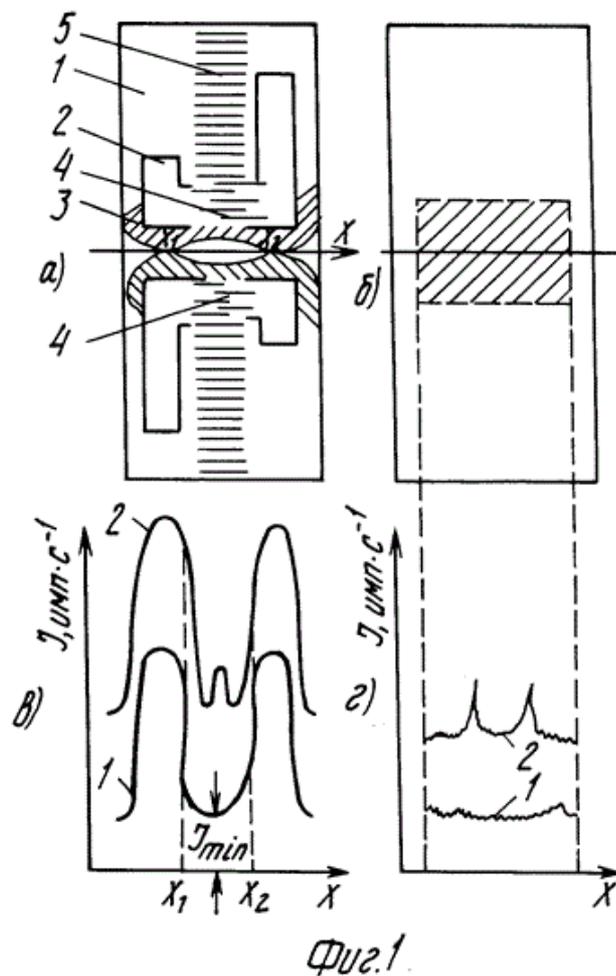
Доза рентгеновского облучения, Р	Предлагаемый способ			
	Параметр контроля I_{min} , имп.с ⁻¹	Прогнозируемая резонансная частота ν_p , кГц	Измеренная резонансная частота, кГц	Δf , кГц
$1 \cdot 10^5$	300	400287,2	400287	-0,2
$4 \cdot 10^5$	820	400279	400281	2
$1 \cdot 10^6$	1000	400277	400275	-1
$2 \cdot 10^6$	1150	400275	400271	-4
$3,7 \cdot 10^6$	3520	400267	400266	-1

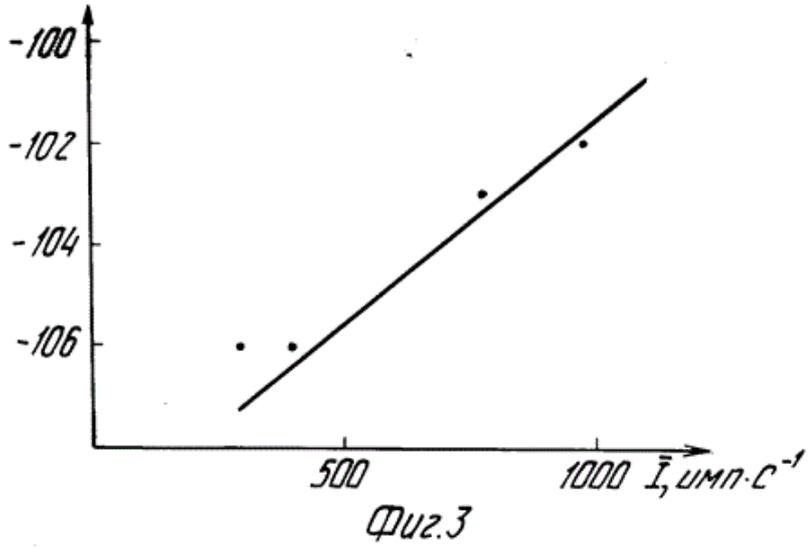
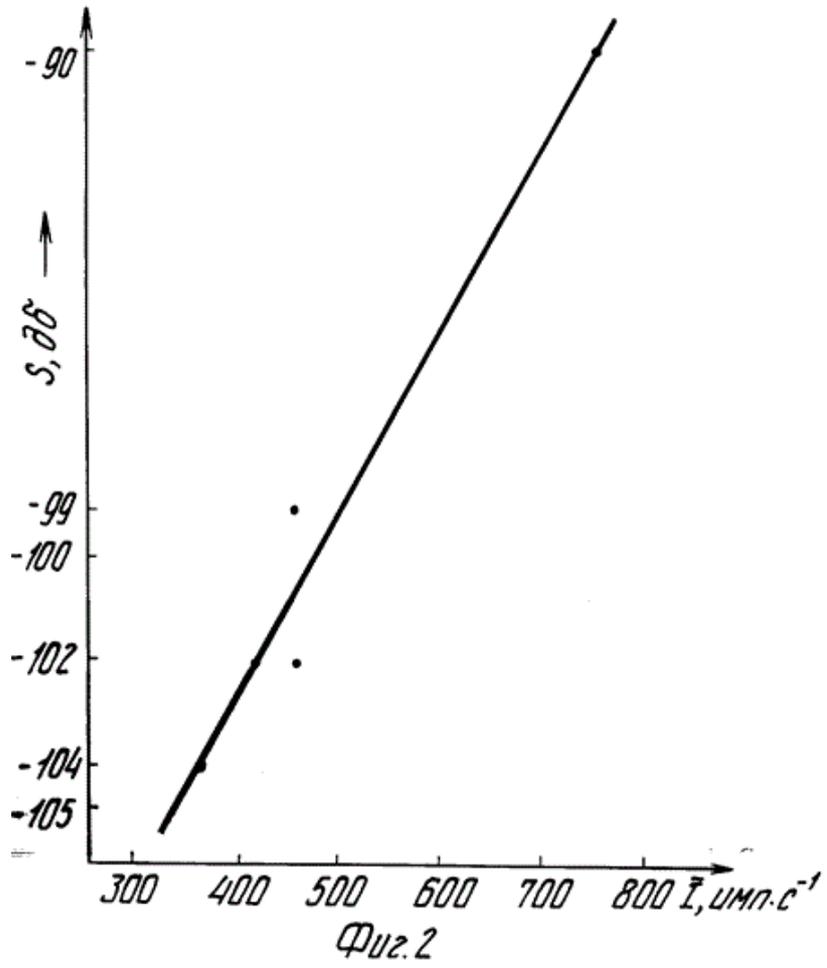
Таблица 4

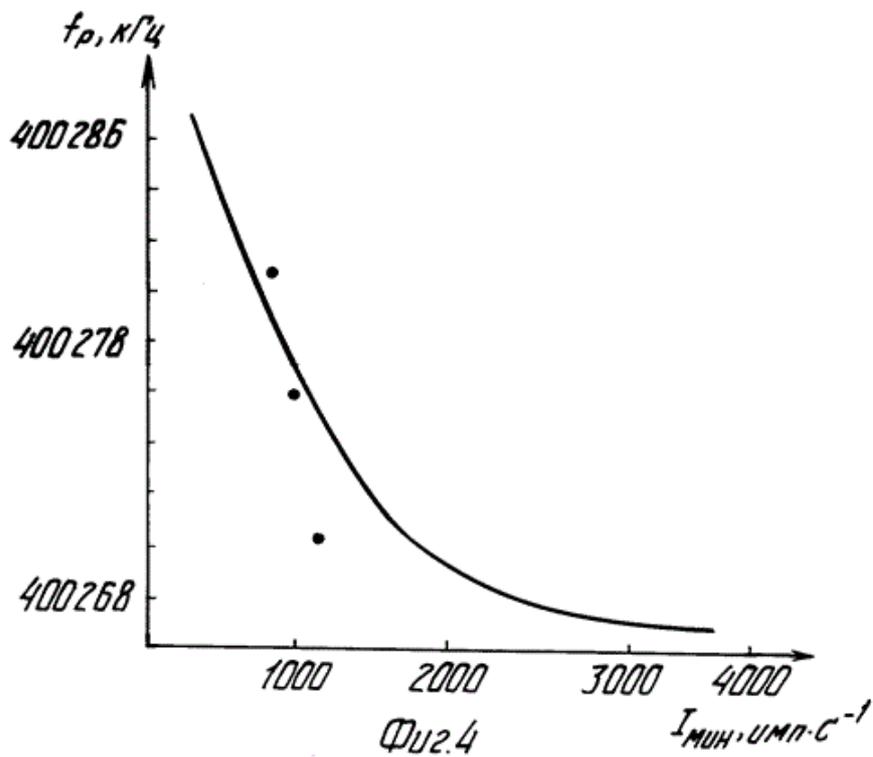
Номер резонатора	Параметр контроля I_{min} , имп.с ⁻¹	Прогнозируемая добротность, отн. ед.	Измеренное значение Q, отн. ед.	$\frac{ \Delta Q }{Q}$, %
1	520	12100	12330	1,9
2	360	14000	13832	1,2
3	680	10300	10578	2,7
4	600	11200	11626	3,8
5	850	8300	8176	1,5
6	450	13000	13234	1,8

Таблица 5

Образец	\bar{I} , имп.с ⁻¹			Коэффициент передачи резонатора на основе данной пьезопластины
	сечение 1	сечение 2	сечение 3	
1	280	240	260	0,2
2	830	860	830	<0,0001







ИЗВЕЩЕНИЯ

ММ4А - Досрочное прекращение действия патента Российской Федерации на изобретение из-за неуплаты в установленный срок пошлины за поддержание патента в силе

Извещение опубликовано: 20.04.2002

БИ: 11/2002