

Technical Note

# High Precision Sensor Crystal Line

## 背景

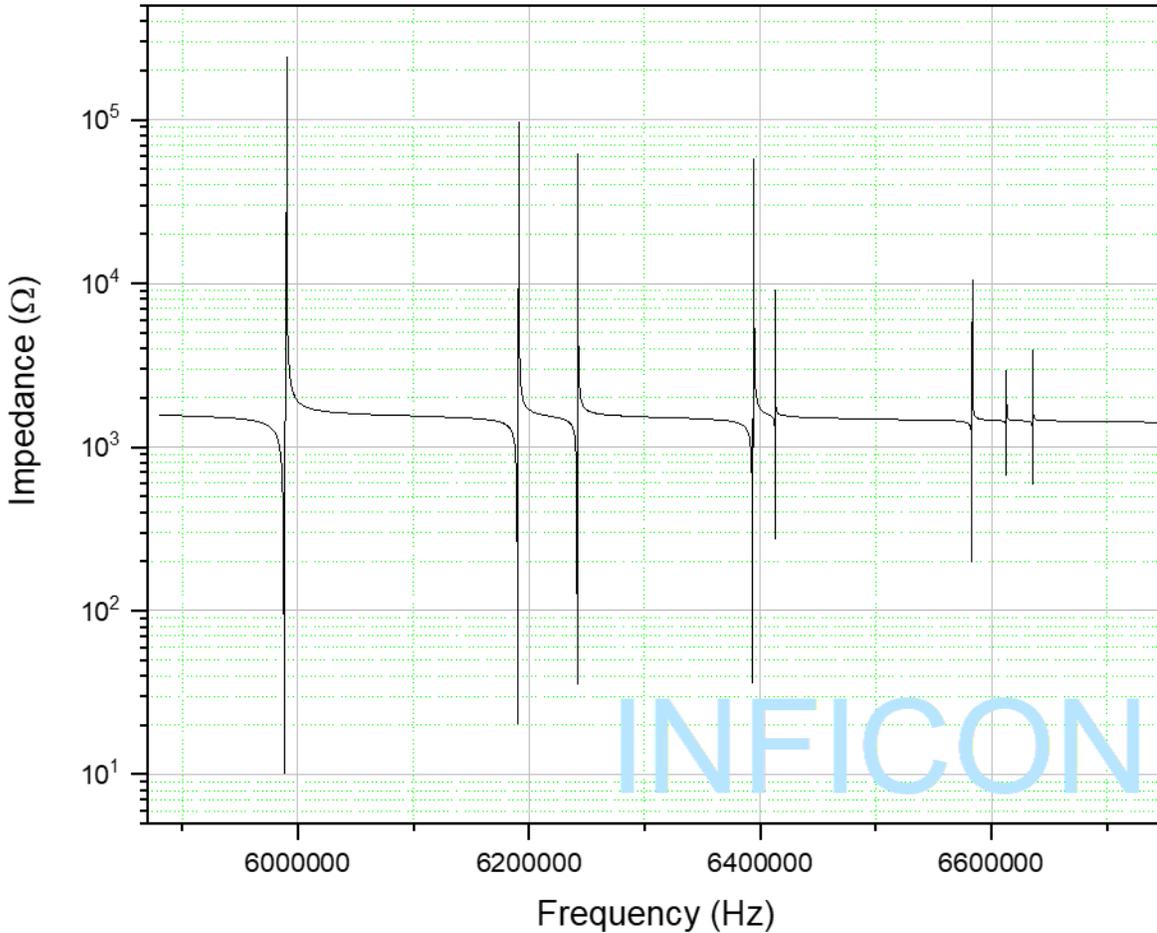
石英晶体微天平(QCM)是INFICON最重要的产品之一，用于有机发光二极管(OLED)和光学设备制造以及诸多其他应用场合。薄膜的质量加载会导致QCM共振频率发生变化，因此QCM可以作为一种替代工具，用于关联基片上薄膜厚度的累积速度。

许多OLED制造商目前使用标准INFICON金电极晶振监测OLED材料的沉积。在某些OLED工艺过程中，我们发现INFICON晶振在材料沉积过程中容易出现活度骤降（活度信号不稳定）。这促使我们改进了设计，研制出了具有更高活度稳定性的新晶振，从而减少了活度骤降的次数和幅度，并提高了沉积速率的稳定性。



## 晶振活度骤降

下图显示了用于监测材料沉积的基本共振模式。右侧的共振峰表示寄生模。



这些寄生模属于不良模式。有源振荡器电路在阻抗最小的模式下共振，通常是模式谱中显示的基模。因此，当寄生模阻抗降低到基模阻抗以下时，有源振荡器的频率就会从基模跳变到寄生模。这一现象被称为“跳模”，不利于速率监测和控制。出于这个原因，OLED客户使用配备模锁定技术的INFICON Cygnus<sup>2</sup>，而且相比有源振荡器，它还具有许多其他优势，例如超高速率分辨率、更低的速率噪声和更快的速率更新速度。Cygnus2通过晶振接口单元(XIU)连接QCM。利用这种技术，晶振以无源方式驱动，在振荡过程中锁定至基模。尽管模态锁定可以防止晶振跳模，但却无法避免寄生模的共振频率与基模的共振频率因温度或应力等外部条件而重叠(会导致晶振活度骤降)。

而活性是Cygnus 2和IC6 (INFICON薄膜沉积控制仪)使用的一项功能参数，不能与上文所述的晶振活度相混淆。Cygnus 2和IC6中的活性参数用于监测晶振的总体健康度，包括控制器与晶振之间的各种电气连接。这项参数不仅取决于晶振，还取决于许多其他因素，包括用于将晶振连接至控制器、XIU、传感器头、馈通连接以及其他电气连接和影响源的各种电缆。想要将活度骤降归结于晶振本身，必须验证与晶振相连的所有电气连接部件和组件并未导致活度骤降或劣化。

当发生活度骤降时，所激发的不良模式会导致谐振器中出现额外的能量耗散，从而增加电阻，使谐振器频率发生意外变化。完全消除晶振的活度骤降是一项重大挑战，有时候几乎是不可能实现的。不过，通过合理的晶振设计和制造工艺，可以显著减少或控制活度骤降。

### 晶振制造

为了开发INFICON高精度传感器晶振系列，我们对晶振制造的所有组成要素和许多工艺参数进行了细致研究，包括晶振形状和光洁度、电极厚度、电极材料和电极涂层速率。通过制造各种晶振、进行测试并全面分析结果，我们对材料和工艺参数进行了优化。提高晶振活度稳定性的最重要参数是最终晶振电阻。利用经过优化的材料和工艺参数，位于美国堪萨斯州的INFICON EDC制造了多批次的INFICON高精度传感器晶振。



由于晶振制造工艺、工艺参数和优化步骤属于INFICON的知识产权，因此不再作详细讨论。

## 实验方法

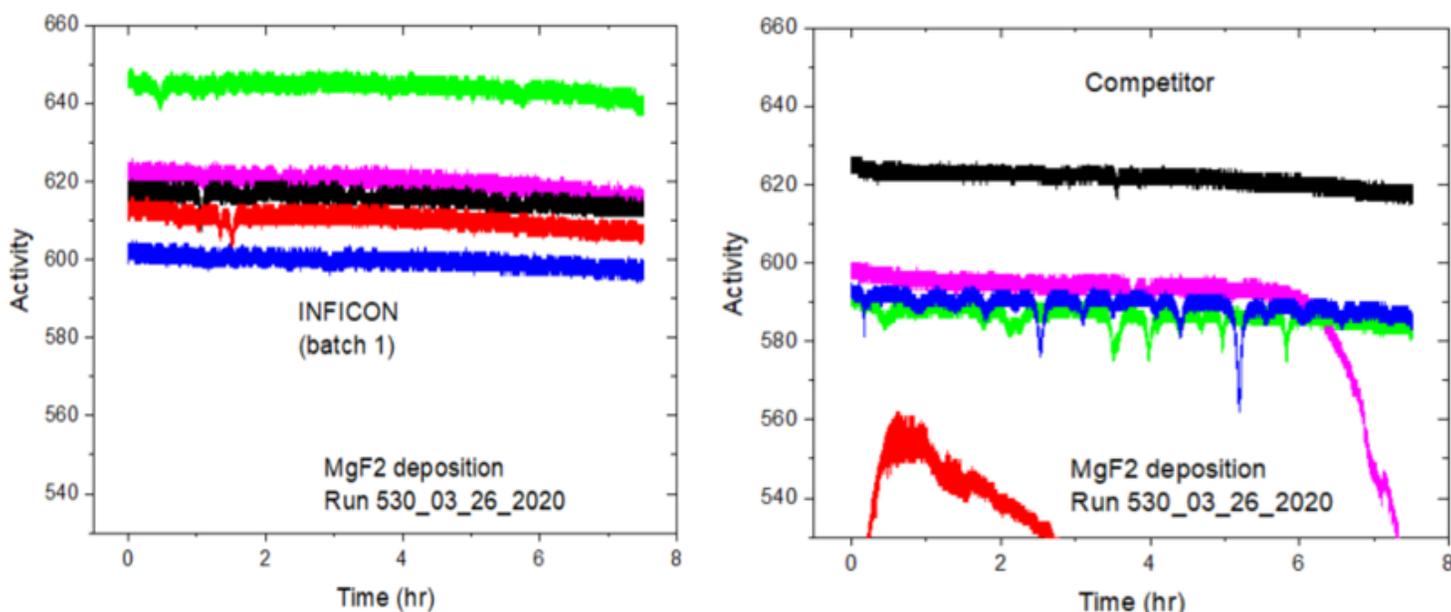
晶振制造完成后，我们实施了一系列旨在表征和评估晶振的对照实验。由两家INFICON工厂完成所有表征和沉积测试工作，用于验证一致性。使用阻抗分析仪测量电阻、频率等电气特性参数。使用包括扫描电镜和白光干涉仪在内的各种计量工具表征石英坯表面和成品晶振。完成晶振的初步表征后，执行沉积测试，以评估INFICON高精度传感器晶振的活度稳定性和速率稳定性。采用电子束沉积法沉积氟化镁(MgF<sub>2</sub>)薄膜，采用热沉积法沉积铝(Al)薄膜。使用IC6薄膜沉积控制仪每100毫秒记录一次沉积时间、频率、原始速率、厚度和活性数据。

## 结果与讨论

我们对比了三批INFICON高精度传感器晶振与竞品晶振的电阻和热冲击性能。下表中显示了对比概要。结果发现，INFICON高精度传感器晶振的电阻要低于竞品晶振。INFICON高精度传感器晶振的热冲击也明显低于竞品晶振。

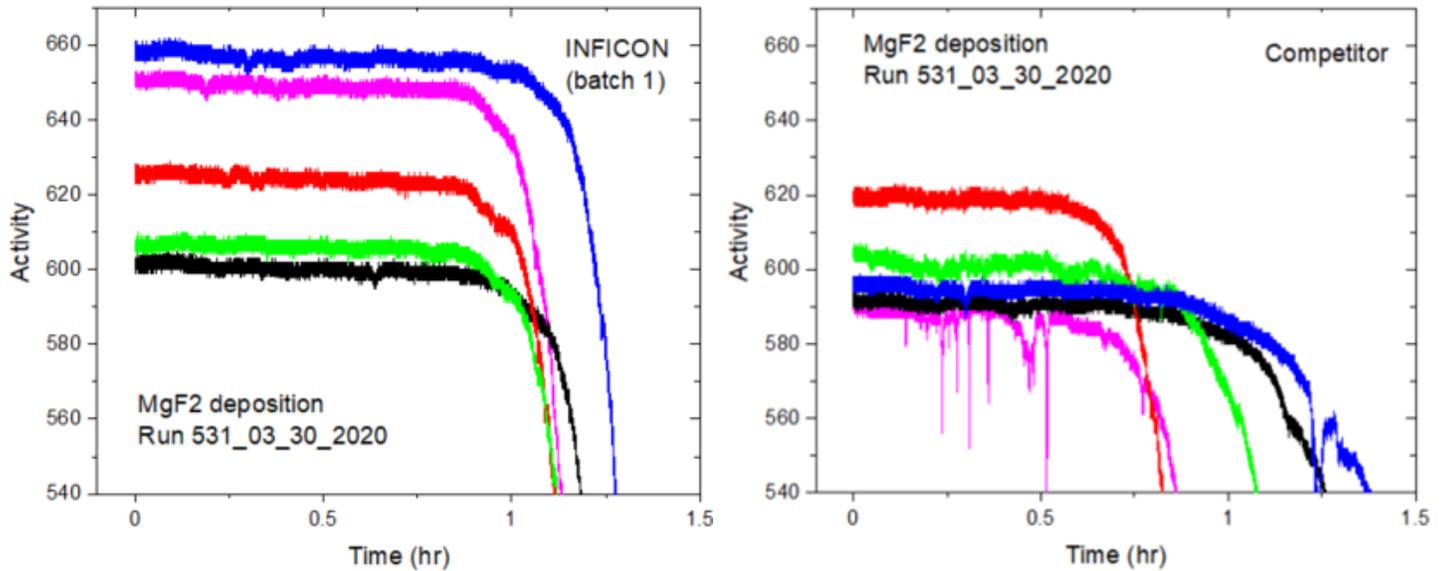
晶振	平均热冲击(Hz)	平均电阻(Ω)
高精度传感器晶振(第1批)	72.3	7.6
高精度传感器晶振(第2批)	71.0	7.8
高精度传感器晶振(第3批)	78.0	8.2
竞品晶振	128.8	9.0

为了对比INFICON高精度传感器晶振和竞品晶振的活度稳定性和沉积速率稳定性，我们对沉积测试数据进行了分析。下图显示了INFICON高精度传感器晶振(第1批)和竞品晶振的活度与沉积时间关系。在这项测试中，INFICON高精度晶振和竞品晶振在同一沉积过程中进行MgF<sub>2</sub>薄膜沉积。测试期间采用0.5 Å/s的PID控制沉积速率。很明显，INFICON高精度传感器晶振具备卓越的活度稳定性。所有INFICON高精度传感器晶振都表现出更低的活度骤降发生概率和较小的活度骤降幅度(活度骤降发生次数少，活度骤降信号变化幅度小)。然而，不少竞品晶振(约五分之三)在活度方面表现出很大的不稳定性，这表示其活度骤降发生次数较多，且活度骤降信号变化幅度较大。

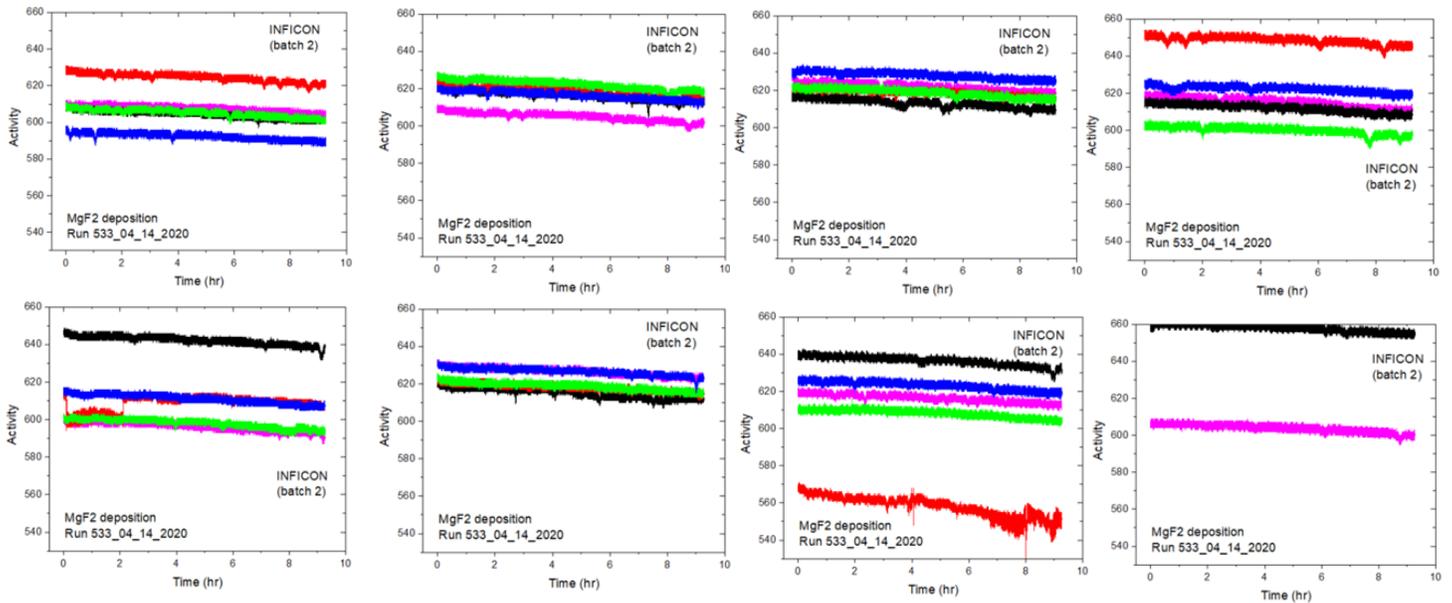


INFICON高精度传感器晶振的活度信号中仅会出现微小的活度骤降。在测试中使用经过改造的XIU，以揭示微小的活动骤降。如果使用标准XIU，可能无法观测到这些微小的活动骤降。

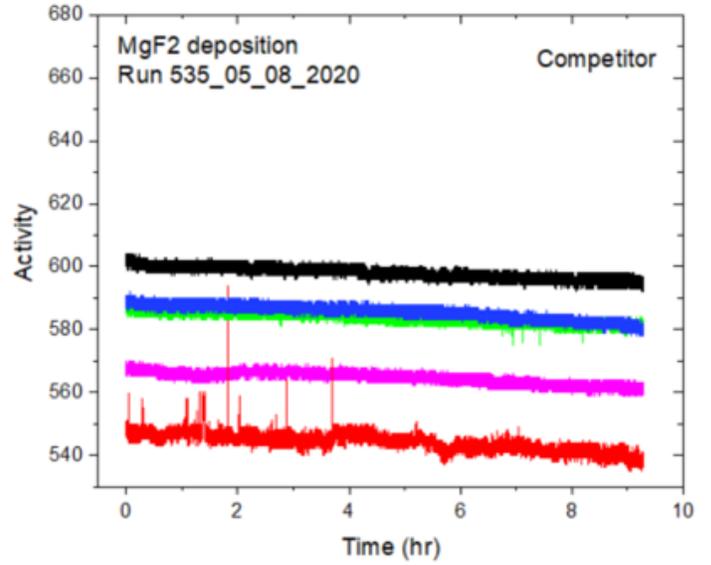
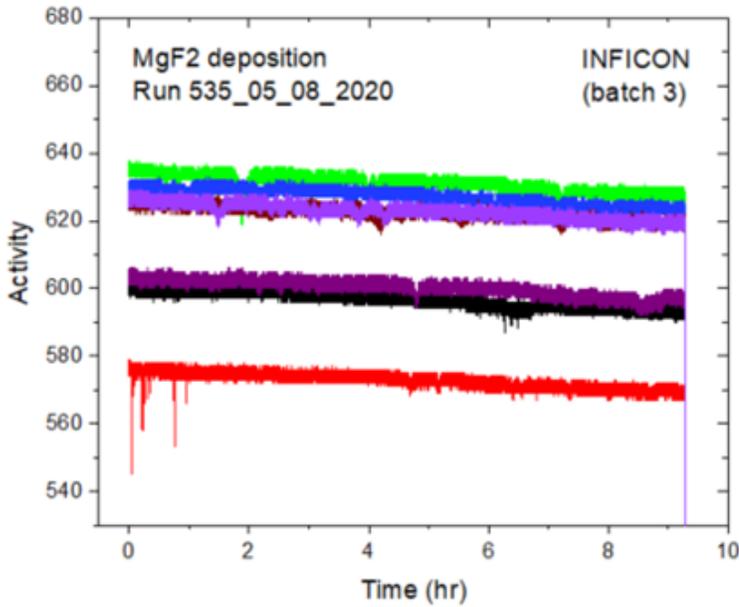
为了验证INFICON高精度传感器晶振的质量(主要是活度稳定性)与沉积速率无关，我们以8.5 Å/s的较高沉积速率进行了沉积测试。在PID控制的8.5 Å/s沉积速率下，INFICON高精度传感器晶振(第1批)和竞品晶振的活度与沉积时间关系如下图所示。这项测试证实，与竞品晶振相比，所有INFICON高精度传感器晶振都具有更好的活度稳定性。此外，与竞品晶振相比，INFICON高精度传感器晶振的晶振间活度信号衰减厚度值变化较小。



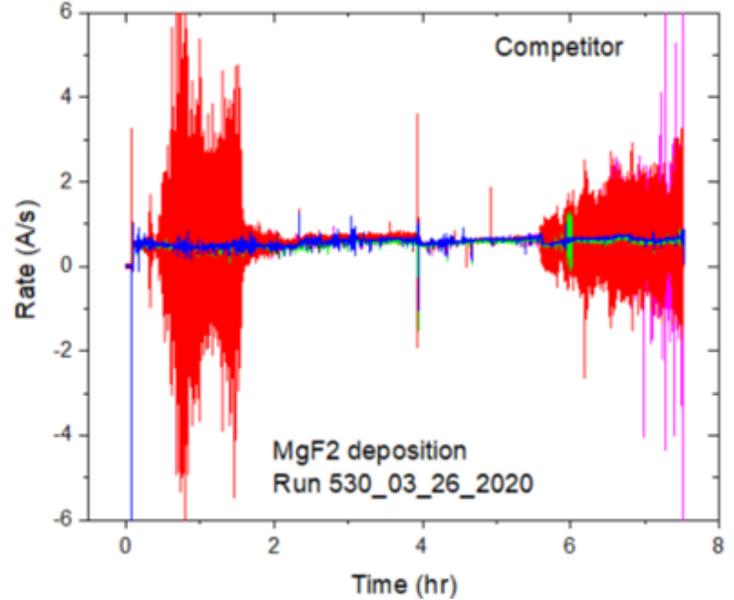
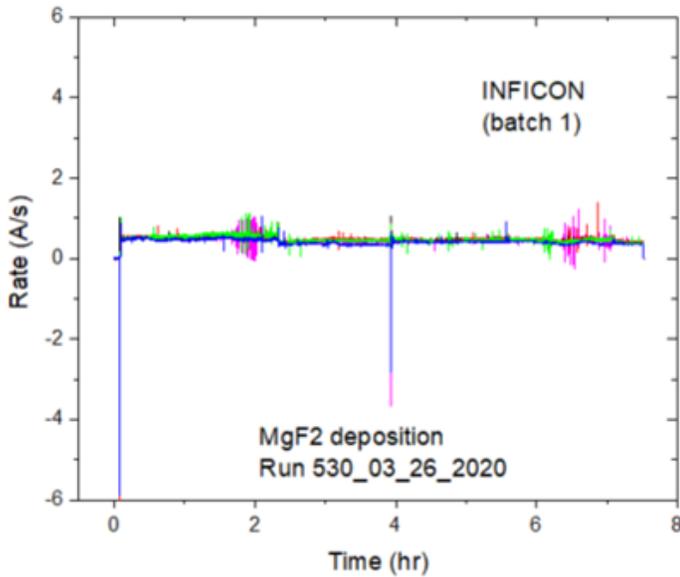
为确认INFICON高精度传感器晶振的可靠性和一致性，在相同的沉积测试中，以 $0.5 \text{ \AA/s}$ 的控制沉积速率对单一制造批次（第2批）中随机挑选的晶振进行 $\text{MgF}_2$ 薄膜沉积。结果发现，几乎所有INFICON高精度传感器晶振都表现出卓越的活度信号稳定性。只有少数晶振中观测到活度信号有轻微的不稳定性。并非是晶振本身导致了活度不稳定，而是晶振传感器的电气接触。

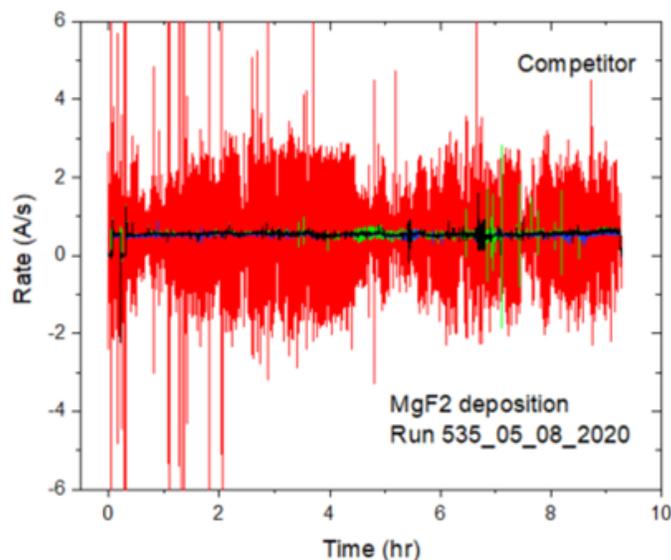
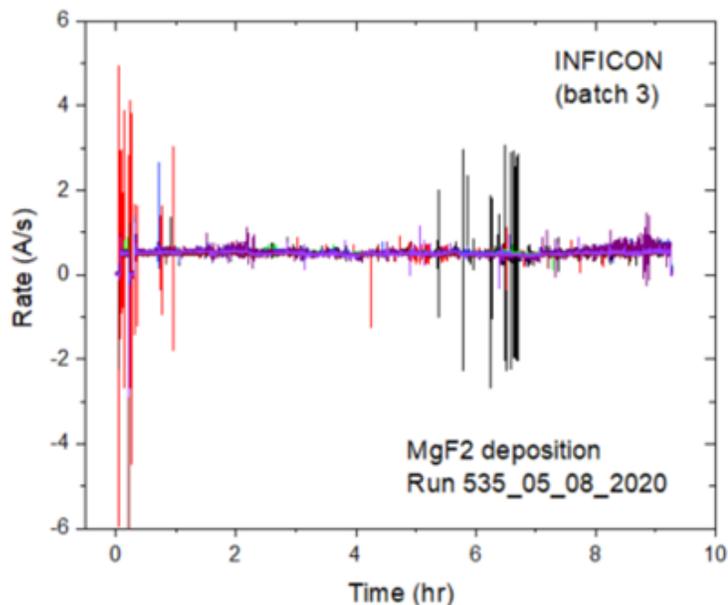
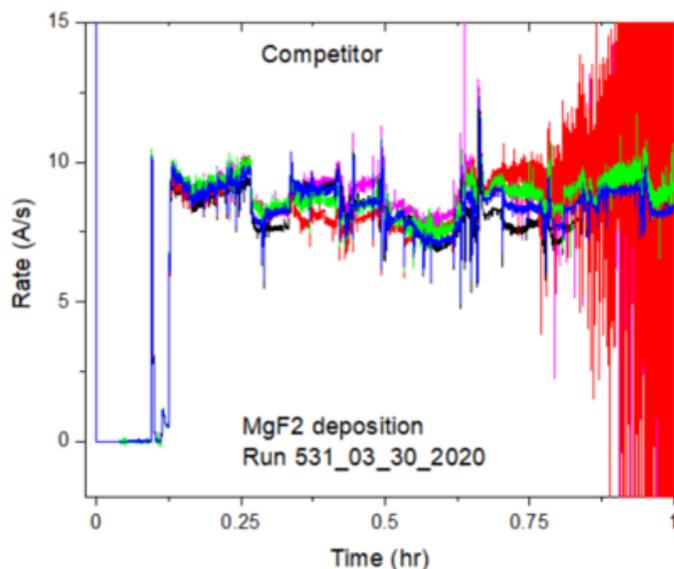
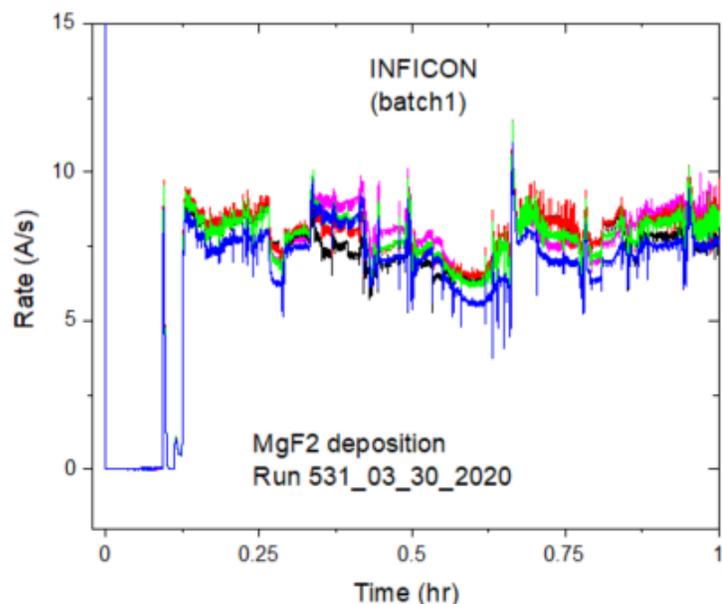


为确保INFICON高精度传感器晶振制造的批次间重现性，我们在不同日期制造了不同批次的晶振，并在不同的沉积过程中进行了测试。下图显示了最后一批INFICON高精度传感器晶振(第3批)和竞品晶振的活度与沉积时间关系。INFICON高精度传感器晶振的活度稳定性相近于或优于竞品晶振。从前面的图中可以看出，不同批次的INFICON高精度传感器晶振在活度稳定性方面表现出一致的结果，这表明我们的制造过程具有极佳的批次一致性。



除了提高活度稳定性，我们的另一个主要目标是提高INFICON高精度传感器晶振的速率稳定性。INFICON高精度传感器晶振和竞品晶振的沉积速率与沉积时间关系如下图所示，分别为第1批INFICON高精度传感器晶振(控制速率为0.5 Å/s)、第1批INFICON高精度传感器晶振(控制速率为8.5 Å/s)和第3批INFICON高精度传感器晶振(控制速率为0.5 Å/s)。从图中可以看出，与竞品晶振相比，所有INFICON高精度传感器晶振都具有更好或相近的速率稳定性。在INFICON高精度传感器晶振和竞品晶振中，都可以观测到一些常见的速率信号尖峰（大速率偏差）。由于这些尖峰在两组晶振中都存在，因此它们不是由晶振本身产生的。这些尖峰可能是由沉积异常产生的。





## 总结

为了制造和供应具有更高活性稳定性的晶振，我们对晶振制造的所有组成要素和许多工艺参数进行了详细研究。

通过优化多个工艺步骤、参数和材料，INFICON研制出了新型晶振(INFICON高精度传感器晶振)。为了评估和对比INFICON高精度晶振和竞品晶振的性能，我们实施了大量实验。

结果发现：

- INFICON高精度传感器晶振的活性稳定性高于竞品晶振。
- INFICON高精度传感器晶振的速率稳定性高于或相等于竞品晶振。
- INFICON高精度传感器晶振的活性行为比竞品晶振更加稳定。
- INFICON高精度传感器晶振的制造过程具有高重现性，并且能够保证批次间结果的一致性。

