

УДК 533.9.082.76

ИЗМЕРЕНИЕ ТЕМПЕРАТУРЫ И КОНЦЕНТРАЦИИ ВТОРИЧНЫХ ЭЛЕКТРОНОВ В ЭЛЕКТРОННО-ПУЧКОВОЙ ПЛАЗМЕ АРГОНА

В. О. Константинов, В. Г. Щукин, Р. Г. Шарафутдинов

Институт теплофизики им. С. С. Кутателадзе СО РАН, 630090 Новосибирск, Россия

E-mails: konstantinov@itp.nsc.ru, shchukin@itp.nsc.ru, molkin@itp.nsc.ru

Представлены результаты измерений температуры и концентрации вторичных электронов в свободной струе аргона, активированной в электронно-пучковой плазме, которые проводились с помощью двойного электростатического зонда Ленгмюра. На прототипе холодного плазмотрона при энергии первичного пучка 1 кэВ получена струя плотной холодной плазмы с поперечным размером, приблизительно равным 80 мм, и параметрами, при которых возможно осаждение слоев кремния с необходимыми характеристиками в форвакуумном диапазоне давлений.

Ключевые слова: зондовая диагностика, электронно-пучковая плазма, электронная пушка с полым катодом.

DOI: 10.15372/PMTF20180514

Введение. Интерес к исследованию тонких пленок обусловлен их уникальными свойствами, прежде всего проводимостью и оптическими характеристиками. Разработан ряд физических и химических методов, позволяющих осаждать тонкопленочные покрытия на различные поверхности. Одним из первых и хорошо изученных способов осаждения тонких пленок является распыление мишени (магнетронное, радиочастотное или с помощью постоянного тока) [1]. Наиболее перспективными способами осаждения тонких пленок являются плазмохимические методы, в которых прекурсоры вводятся на некотором удалении от источника плазмы, что уменьшает негативное влияние высокоэнергетичных ионов на поверхность растущей пленки. Примерами таких методов могут служить методы, в которых используется электронно-циклотронный резонанс, коронный разряд, индуктивно связанная плазма или расширяющаяся термическая плазма [2, 3]. Еще одним способом осаждения тонких пленок является способ с использованием удаленной плазмы электронного пучка, в частности, для осаждения пленок кремния применяется силановая плазма [4, 5]. Для создания систем осаждения пленок требуемого качества необходимо исследовать газофазные процессы, происходящие в плазме, и их связь с осаждаемыми слоями кремния [6, 7]. Таким образом, исследование плазмы в условиях осаждения слоев является актуальной задачей.

Работа выполнена при финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований и Министерства образования, науки и инновационной политики Новосибирской области (код проекта 17-48-540665 р-а).

© Константинов В. О., Щукин В. Г., Шарафутдинов Р. Г., 2018

Диагностика плазмы проводилась с помощью зонда Ленгмюра [8], что позволяло получить информацию о температуре электронов, их плотности, потенциале плазмы, функции распределения электронов по энергиям.

Измерения, проведенные в аргоновой электронно-пучковой плазме [9], показывают, что температура электронов составляет порядка 1 эВ, концентрация — $5 \cdot 10^{16} \div 5 \cdot 10^{17} \text{ м}^{-3}$, потенциал плазмы приблизительно равен 4 В. Подобная плазма оказывает “мягкое”, неразрушающее воздействие на поверхность и пригодна для плазменной обработки материалов и осаждения тонких пленок необходимого качества [10]. В работе [11] показано, что скорость роста пленки кремния пропорциональна концентрации электронов при условии, что температура электронов меняется незначительно.

Целью настоящей работы является определение условий работы усовершенствованного макета холодного плазмотрона (прототипа) в форвакуумном диапазоне давлений в рабочей камере, при которых параметры получаемой плазмы близки к параметрам плазмы, генерируемой макетом холодного плазмотрона. Прототип холодного плазмотрона имеет следующие отличия от макета: увеличенный диаметр разрядной камеры, улучшенная геометрическая соосность электродов электронной оптики, пространственное разделение области генерации пучка электронов и области ввода рабочего газа, а также наличие в конструкции прототипа плазмотрона магнитных линз, позволяющих менять фокусировку пучка на различных участках его тракта [12]. В работе [13] с использованием зондовой диагностики исследована плазма, генерируемая макетом холодного плазмотрона в условиях осаждения слоев кремния, применяемого в тонкопленочных солнечных элементах. Выбор форвакуумного диапазона давлений для работы устройства обусловлен тем, что в этом режиме достигается максимальная экономическая и энергетическая эффективность процесса [14]. Исследования параметров генерируемой электронно-пучковой плазмы, а именно температуры и концентрации вторичных электронов, проводились с помощью двойного электростатического зонда Ленгмюра.

Экспериментальная установка и методика эксперимента. Эксперименты проводились на газодинамической установке низкой плотности в Институте теплофизики (ИТ) СО РАН. Схема эксперимента приведена на рис. 1.

Плазма генерировалась разработанным в ИТ СО РАН холодным плазмотроном [14, 15], состоящим из электронной пушки с полым катодом и осесимметричного сверхзвукового кольцевого сопла, используемого для подачи аргона в рабочую камеру и в качестве газового затвора [16].

Для определения параметров плазмы использовался двойной зонд Ленгмюра диаметром 0,5 мм и длиной 4 мм. Зонд крепился на двухкомпонентном координатном механизме на 5 мм ниже оси пучка во избежание повреждения в результате воздействия первичного электронного пучка. Погрешность измерений не превышала 10 %.

Сила тока пучка контролировалась с помощью коллектора электронов. Аргон подавался в рабочую камеру через сопловой блок в виде сверхзвуковой газовой струи.

Для нахождения оптимальных значений температуры и концентрации электронов параметры системы менялись в следующих диапазонах: сила тока пучка $I = 50 \div 200 \text{ мА}$, расход аргона $G_{\text{Ar}} = 2 \div 12 \text{ н.л./мин}$ (н.л. — нормальный литр, т. е. 1 л газа при нормальных условиях: $T = 273 \text{ К}$, $p = 101325 \text{ Па}$), энергия первичного пучка электронов $E = 0,6 \div 1,0 \text{ кэВ}$. Давление в вакуумной камере в зависимости от расхода аргона поддерживалось на уровне $P_h = 1 \div 15 \text{ Па}$.

В эксперименте с помощью двойного зонда измерялись температура и концентрация вторичных электронов в свободной струе на фиксированном расстоянии (150 мм) от среза сопла при изменении одного из следующих параметров: расхода газа, силы тока пучка, энергии первичного пучка электронов или фонового давления. Остальные параметры сис-

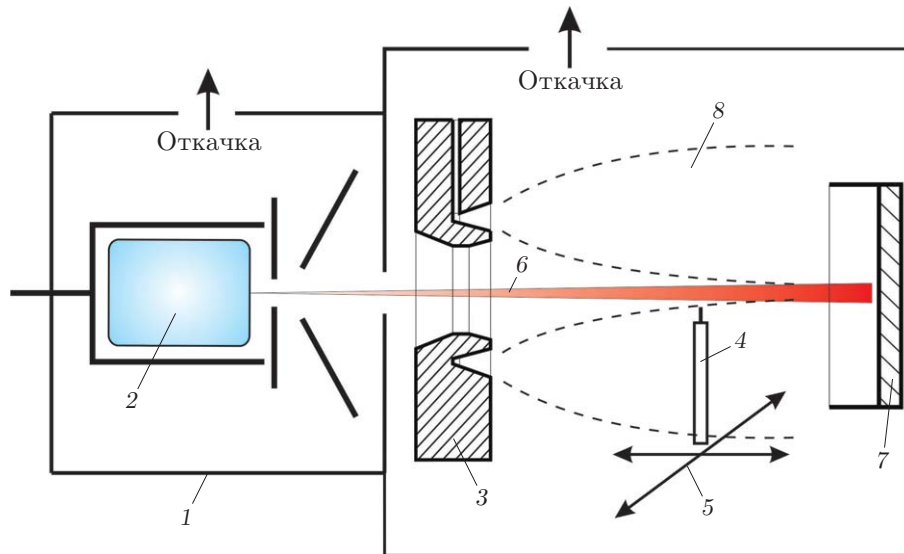


Рис. 1. Схема эксперимента:

1 — электронная пушка, 2 — полый катод, 3 — сопловой блок, 4 — двойной зонд, 5 — двухкомпонентный координатный механизм, 6 — электронный пучок, 7 — коллектор электронов, 8 — сверхзвуковая струя аргона

темы, кроме исследуемого, поддерживались постоянными. Кроме того, построены поперечные профили измеренных температуры и концентрации электронов.

Полученные в работе данные сравнивались с параметрами плазмы, достигнутыми на макете холодного плазмотрона [13], для которого определены режимы осаждения слоев кремния требуемого качества [5] и установлены корреляции между параметрами плазмы и характеристиками осаждаемых пленок кремния [7].

Результаты эксперимента и их обсуждение. Эксперименты проводились при условиях, указанных в таблице.

На рис. 2 приведена фотография зонда в электронно-пучковой плазме аргона для режима 1 (см. таблицу).

На рис. 3 показаны зависимости температуры и концентрации вторичных электронов в электронно-пучковой плазме от расхода аргона. Кривая 1 соответствует параметрам плазмы, полученной на макете холодного плазмотрона [13] в режиме 2, кривая 2 — параметрам плазмы, полученной на прототипе в режиме 3.

Основные параметры режимов осаждения слоев кремния

Режим	G_{Ar} , н.л/мин	E , кэВ	I , мА	P_h , Па	Тип плазмотрона
1	4	1,0	75	2	Прототип
2	0 ÷ 12	0,6	75	1 ÷ 4	Макет
3	2 ÷ 12	1,0	75	1 ÷ 4	Прототип
4	4	0,6	75	2	Прототип
5	12	1,0	75	1 ÷ 15	Прототип
6	12	0,6	75	4	Макет
7	4	1,0	75 ÷ 200	2	Прототип
8	4	0,6	75	2	Макет
9	4	1,0	75	2	Прототип

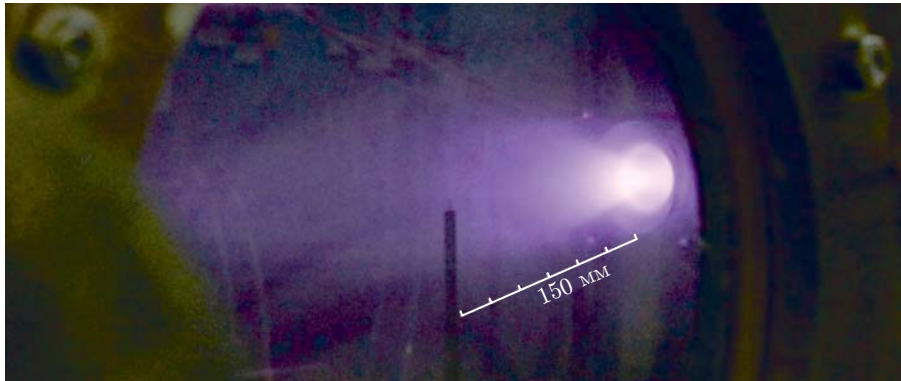


Рис. 2. Зонд в электронно-пучковой плазме

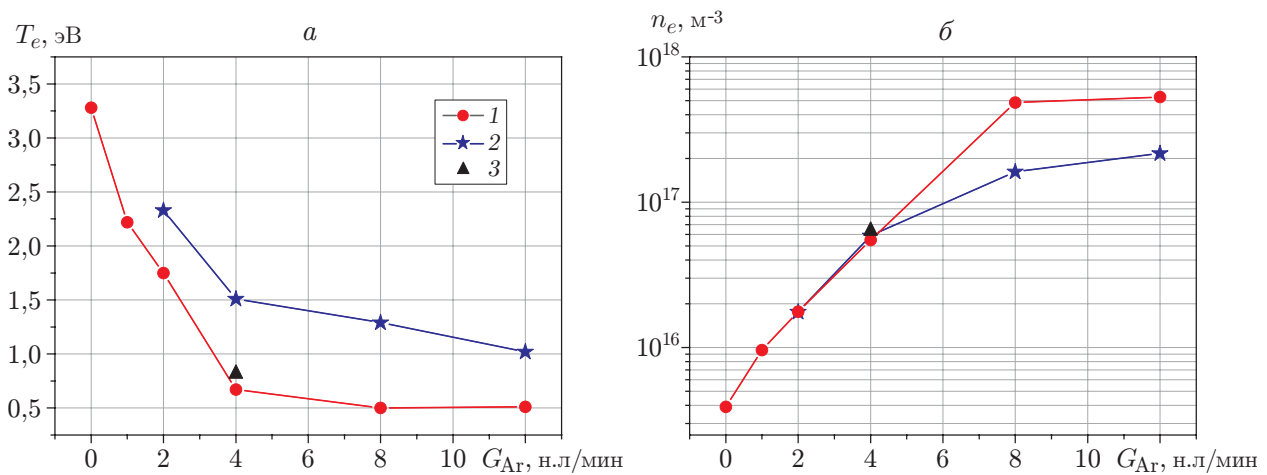


Рис. 3. Зависимости температуры (а) и концентрации (б) вторичных электронов от расхода аргона, полученные на разных плазмотронах при различных значениях энергии:

1 — макет ($E = 0,6$ кэВ), 2 — прототип ($E = 1,0$ кэВ), 3 — прототип ($E = 0,6$ кэВ)

В обоих случаях при увеличении расхода аргона температура электронов уменьшается, а концентрация увеличивается. Такой характер зависимости температуры от расхода аргона объясняется рассеиванием и деградацией электронного пучка на плотных участках газовой струи [13]. При использовании макета холодного плазмотрона наблюдается практически полное рассеивание электронного пучка, и температура электронов выходит на постоянное значение. На прототипе температура вторичных электронов выше, а также не наблюдается выхода температуры на постоянное значение, несмотря на то что характер ее зависимости от расхода аргона не меняется. Это можно объяснить тем, что характеристики газовой мишени в обоих случаях близки, в то время как при проведении эксперимента на прототипе холодного плазмотрона энергия первичного пучка практически в два раза больше. Такой высокоэнергетичный электронный пучок не полностью рассеивается на газовой мишени и создает плазму с более высокой температурой электронов.

При увеличении расхода аргона концентрация электронов резко возрастает. Меньшую концентрацию вторичных электронов в случае использования прототипа с энергией первичного пучка $E = 1$ кэВ можно объяснить тем, что более высокоэнергетичный первичный пучок “пролетает” сквозь газовую мишень с меньшим рассеиванием и соответственно меньшим числом вновь образовавшихся электронов.

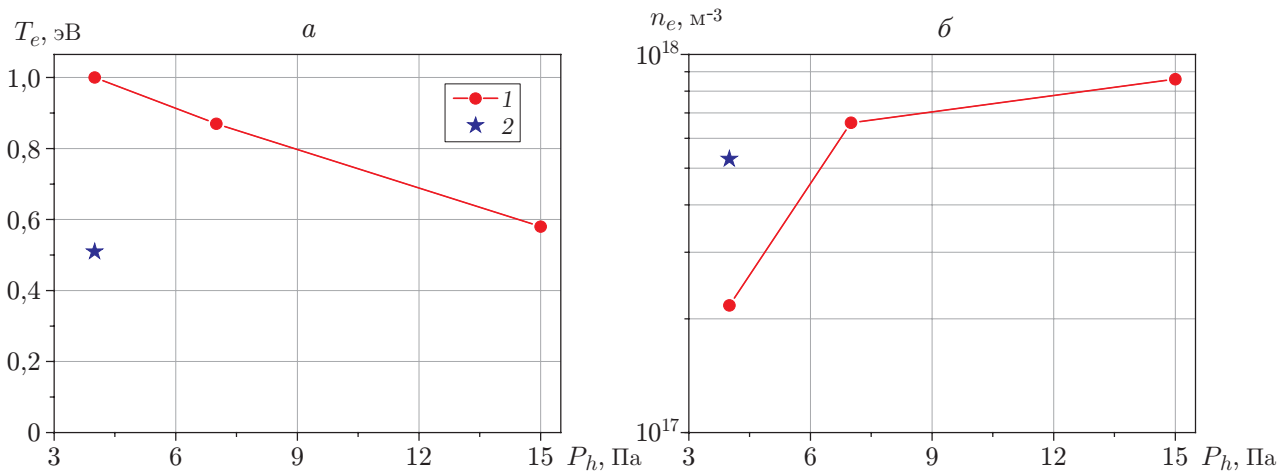


Рис. 4. Зависимости температуры (а) и концентрации (б) вторичных электронов от давления в рабочей камере, полученные на прототипе (1) и макете (2)

Для подтверждения предположения о неполном рассеивании первичного пучка на газовой мишени энергия электронного пучка прототипа уменьшалась до значения $E = 0,6$ кэВ (режим 4). Температура и концентрация вторичных электронов, полученные в режиме 4 (см. таблицу), также представлены на рис. 3. Значения температуры и концентрации вторичных электронов близки к полученным ранее на макете, что подтверждает гипотезу о неполном рассеивании электронного пучка на данной газовой мишени.

Однако для повышения энергетической эффективности процесса за счет максимального использования энергии первичного пучка электронов можно не снижать энергию пучка, а уплотнять газовую мишень путем увеличения давления в рабочей камере. На рис. 4 представлены зависимости температуры и концентрации электронов от величины фонового давления, полученные на прототипе в режиме 5. Также для сравнения приведены данные, полученные на макете в режиме 6. Видно, что при одном и том же давлении температура электронов в плазме, генерируемой прототипом, существенно выше, концентрация меньше. Это различие объясняется, как сказано выше, неполным рассеиванием первичного электронного пучка. При увеличении давления в вакуумной камере и как следствие уплотнении газовой мишени температура электронов в плазме прототипа уменьшается и приближается к значению, полученному на макете. Концентрация, наоборот, увеличивается и уже при давлении 7 Па незначительно превышает полученные ранее значения, а при давлении 15 Па больше их в 1,6 раза. Наблюдаемое различие хорошо согласуется с тем, что в условиях полного рассеивания электронного пучка количество образовавшихся вторичных электронов определяется отношением энергии первичного электронного пучка к потенциалу ионизации. Подобная зависимость концентрации электронов от давления получена также в работе [6].

Результаты проведенных экспериментов показывают, что на прототипе холодного плазматрона при энергии первичного пучка $E = 1$ кэВ можно получить плотную холодную плазму с параметрами, близкими к полученным на макете, которые позволяют осаждать слои кремния требуемого качества [7, 10]. При этом фоновое давление в рабочей камере было увеличено более чем в три раза и составило 15 Па.

На рис. 5 приведены зависимости температуры и концентрации вторичных электронов в электронно-пучковой плазме, генерируемой прототипом в режиме 7, от силы тока пучка. Видно, что при увеличении силы тока температура вторичных электронов не меняется.

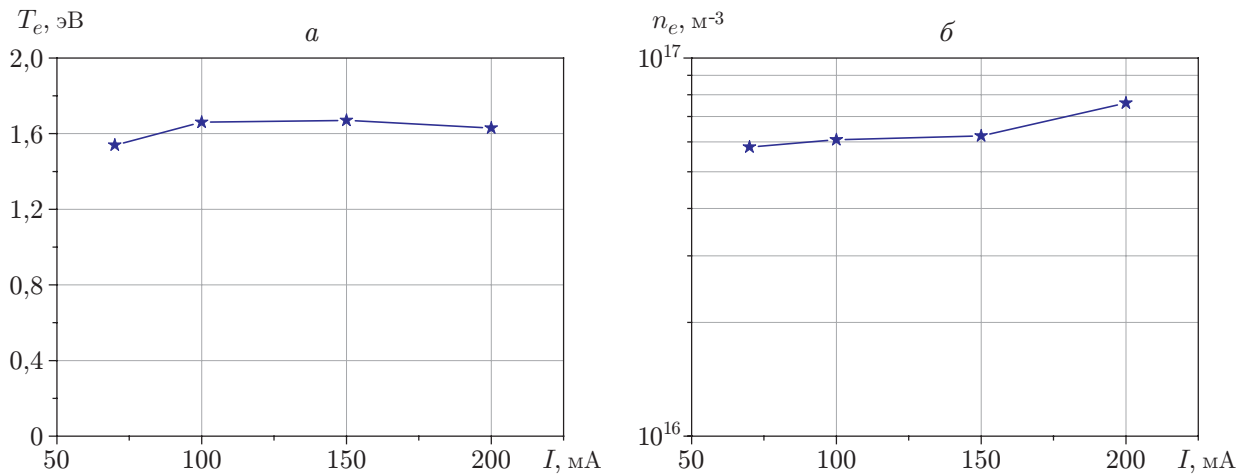


Рис. 5. Зависимости температуры (а) и концентрации (б) вторичных электронов от силы тока пучка

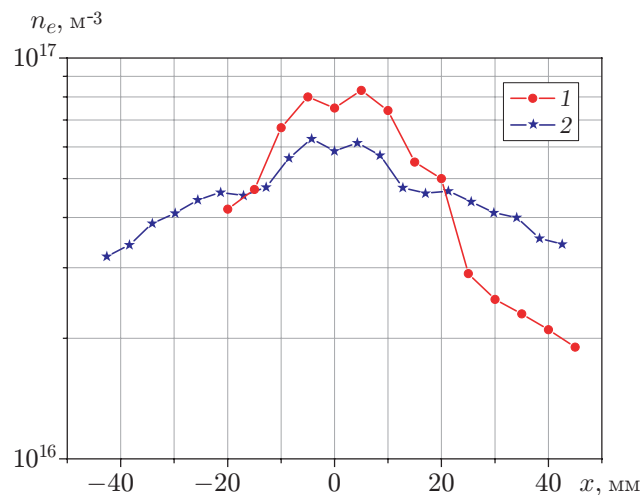


Рис. 6. Зависимость концентрации электронов от поперечной координаты, полученная на разных плазматронах при различных значениях энергии: 1 — макет ($E = 0,6$ кэВ), 2 — прототип ($E = 1,0$ кэВ)

Это обусловлено тем, что температура электронов определяется рассеиванием первичных электронов на газовой мишени и характеризуется энергией первичного пучка и плотностью газовой мишени, которые в данном эксперименте являлись постоянными величинами.

Концентрация электронов увеличивается при больших значениях силы тока пучка [13]. Увеличение количества вторичных электронов непосредственно зависит от концентрации первичных электронов, т. е. с увеличением концентрации первичных электронов растет плотность плазменных электронов. Зависимость концентрации от силы тока в электронно-пучковой плазме при постоянной температуре позволяет изменять концентрацию электронов без существенного изменения функции распределения электронов по энергии.

На рис. 6 приведены распределения по поперечной координате концентрации вторичных электронов в электронно-пучковой плазме в режимах 8 и 9 для макета и прототипа соответственно. Различие значений концентрации электронов по обе стороны от оси пучка

обусловлено неидеальной юстировкой источника газа и электронного пучка. На прототипе холодного плазмотрона размер области генерации плотной плазмы удалось увеличить до поперечного размера (80 мм) подложки, на которой осаждаются слои кремния, при этом пространственная неоднородность концентрации уменьшена приблизительно в два раза.

Закключение. С использованием зондовой диагностики измерены температура и концентрация вторичных электронов в электронно-пучковой плазме аргона, сформированной в сверхзвуковой газовой струе. Установлено, что при увеличении расхода аргона температура электронов уменьшается, а концентрация растет. При увеличении силы тока пучка температура электронов остается неизменной, а их концентрация возрастает. Следовательно, в электронно-пучковой плазме можно варьировать концентрацию электронов без изменения функции распределения электронов по энергии.

Уменьшение энергии первичного пучка электронов приводит к уменьшению температуры вторичных электронов. Также установлено, что увеличение плотности газовой мишени приводит к уменьшению температуры электронов и увеличению их концентрации.

При использовании плазмотрона нового типа размер области существования плотной плазмы удалось увеличить до размера подложки, на которой происходит осаждение пленок кремния, при этом пространственная неоднородность концентрации электронов была уменьшена приблизительно в два раза.

Таким образом, на усовершенствованном макете холодного плазмотрона (прототипе) при энергии первичного пучка 1 кэВ получена струя плотной холодной плазмы с поперечным размером, приблизительно равным 80 мм, и параметрами, позволяющими осаждавать слои кремния требуемого качества, при этом рабочее давление соответствовало форвакуумному диапазону и составило 15 Па.

ЛИТЕРАТУРА

1. **Behrisch R.** Sputtering by particle Bombardment. Berlin: Springer, 1981.
2. **Van de Sanden M. C. M., Severens R. J., Kessels W. M. M., et al.** Plasma chemistry aspects of a-Si:H deposition using an expanding thermal plasma // *J. Appl. Phys.* 1998. V. 84. P. 2426–2435.
3. **Zhang J. L., Yu S. J., Ma T. C.** Optical emission kinetics of argon inductively coupled plasma and argon dielectric barrier discharge // *Vacuum.* 2002. V. 65. P. 327–333.
4. **Ohshita Y., Yamaguchi K., Motegi H., Yamaguchi M.** Effects of ions and electrons in electron-beam-excited plasma assisted CVD on nanocrystalline silicon film properties // *J. Cryst. Growth.* 2002. V. 237–239. P. 1394–1398.
5. **Sharafutdinov R. G., Khmel S. Ya., Shchukin V. G., et al.** Gas-jet electron beam plasma chemical vapor deposition method for solar cell application // *Solar Energy Material Solar Cells.* 2005. V. 89, N 2/3. P. 99–111.
6. **Parashar A., Kumar S., Dixit P. N., et al.** High-pressure condition of $\text{SiH}_4 + \text{Ar} + \text{H}_2$ plasma for deposition of hydrogenated nanocrystalline silicon film // *Solar Energy Material Solar Cells.* 2008. V. 92. P. 1199–1204.
7. **Konstantinov V. O., Sharafutdinov R. G., Shchukin V. G.** Influence of electron beam plasma parameters on crystallinity degree and silicon layers deposition rate // *Contributed papers of the 6th Intern. conf. on plasma physics and plasma technology, Minsk (Belarus), 28 Sept. — 2 Oct. 2009.* Minsk: Polifakt, 2009. V. 2. P. 413–416.
8. **Лохте-Хольтгрениен В.** Методы исследования плазмы. М.: Мир, 1971.
9. **Blackwell D. D., Walton S. G., Leonhardt D., et al.** Probe diagnostic development for electron beam produced plasmas // *J. Vacuum Sci. Technol. A.* 2001. V. 19, N 4. P. 1330–1335.

10. **Alcott G. R.** Plasma deposition of nanocomposite thin films: Process concept and realization: PhD Thesis. Eindhoven, 2004.
11. **Summers S., Reehal H. S., Shirkoohi G. H.** The effects of varying plasma parameters on silicon thin film growth by ECR plasma CVD // *Appl. Phys.* 2001. V. 34. P. 2782–2791.
12. **Щукин В. Г., Константинов В. О., Морозов В. С.** Высокоэффективный источник электронов с полым катодом для технологий осаждения тонких пленок и обработки поверхностей при форвакуумных давлениях // *Журн. техн. физики.* 2018. Т. 88, вып. 6. С. 914–919.
13. **Константинов В. О., Хмель С. Я.** Исследование потоков газов, активированных в электронно-пучковой плазме // *ПМТФ.* 2007. Т. 48, № 1. С. 3–10.
14. **Konstantinov V. O., Sharafutdinov R. G., Karsten V. M.** Electrons source with the plasma cathode for plasmachemistry // *Contributed papers of the 5th Intern. conf. on plasma physics and plasma technology, Minsk (Belarus), 18–22 Sept. 2006.* Minsk: Usluga, 2006. V. 1. P. 276–279.
15. **Константинов В. О., Шарафутдинов Р. Г.** Источник электронов для струйных плазмохимических технологий // *Сб. трудов 4-й Межрегион. науч.-техн. конф. студентов и аспирантов “Информационные технологии, энергетика и экономика”, Смоленск, 12–13 апр. 2007 г.* Смоленск: Универсум, 2007. Т. 1. С. 77–80.
16. **Пат. 2612267 РФ, МПК В 01 J 19/08, С 23 С 14/00, С 23 С 16/513, С 23 С 16/54, С 23 С 26/00, Н 01 J 37/32.** Способ ввода пучка электронов в среду с повышенным давлением / Р. Г. Шарафутдинов, П. А. Сковородко, С. А. Городецкий, В. М. Карстен, В. О. Константинов, В. Г. Щукин. Опубл. 03.03.2017, Бюл. № 7.

*Поступила в редакцию 20/XII 2017 г.,
в окончательном варианте — 22/III 2018 г.*
