文章编号: 1007-2934(2009)03-0027-06

## Langmuir 单探针诊断电子回旋 共振等离子体参数分布特性

符斯列 陈俊芳 王春安

(华南师范大学, 广州, 510006) (广东技术师范学院, 广州, 510665)

摘 要 本文采用 Langmuir 单静电探针法,分析诊断了电子回旋共振等离子体的参数 分布特性,并分析了微波功率、气压对轴向、径向等离子体空间分布的影响。在微波功 率 400W ~ 650W 范围内等离子体具有较高的密度及良好的径向均匀性。 关键词 电子回旋共振等离子体; Langmuir 单静电探; 等离子体分布特性 中图分类号: 0434. 14 \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_ 文献标识码: A

1 介绍

根据电子回旋共振吸收微波能量原理产生的电子回旋共振(Electron Cyclotron Resonance, ECR)等离子体具有无内电极放电无污染、放电气压低、等离于体密度高、能量转化率高、大面积均匀等优点。在等离子体微细干法刻蚀、等离子体辅助化学气相沉积、材料表面处理,尤其是高温材料的低温合成方面具有广泛的应用前景<sup>[1-3]</sup>。相应的,有关等离子体物理知识方面的教学内容也在大学物理专业本科教学中展开。

表征等离子体状态的等离子体参数与等离子体工艺有直接关系。如在 ECR 等离子体化学气相沉积薄膜工艺中,电子温度 Te、等离子体密度 n 等参数对薄膜沉积速率、均匀性、及薄膜结构性能有很大的影响。最早用于等离于体诊断的 Langmuir 单静电探针是一种有效而简单的诊断工具。根据探针的伏安特性曲线就可以得到等离子体参数,且探针结构简单,操作容易,可以作为针对大学高年级本科生的综合创新实验课程,Langmuir 单探针诊断同时也是目前国内外通用的有效诊断方法。最近,Toader 等人应用 Langmuir 单探针发现了 ECR 氮气等离子体中的电子能量分布函数(EEDF)的 dip/ shoulder 结构<sup>41</sup>。 lkushima<sup>[5]</sup>和 Laparde<sup>[6]</sup>等人分别报道 ECR 等离子体的电子双温特性。文献<sup>[7]</sup>首次从实验上给出了 ECR 等离子体的空间分布。

本文采用 Langmuir 单静电探针法,分析诊断了轴对称发散型磁场下的 ECR 等离子体 增强有机金属化学气相沉积(ECR—MOPECVD)装置内的等离子体分布特性,并对轴向、径

收稿日期: 2009-01-07

基金项目: 国家自然科学基金项目[ 10575039] ; 教育部高校博士点专项科研项目[ 20040574008] : 广东省自 然科学基金重点项目[ 05100534] ; 广州市科技计划项目[ 2005Z3-D2031] 向等离子体分布特性随微波功率、气压的变化进行分析。

2 实验原理及装置

实验装置如图 1 所示, ECR—MOPECVD 设备的反应室尺寸  $\Phi$ 320min×400mm, 具体设备说明及 Langthuir 单静电探针法详见文献<sup>[8]</sup>。TE<sub>10</sub>微波沿磁场方向传播并通过石英耦合窗馈入共振腔中, 微波右圆偏振波 (*R* 波)的回旋方向与电子在磁场中的回旋方向一致。 其色散关系:

$$N_R^2 = 1 - \frac{\omega_p^2}{\omega \left(\omega - \omega_{ce}\right)} \tag{1}$$

其中  $\omega_{ce} = \frac{e}{m_e} B$ ,为电子在磁场中的回旋频率; $\omega_p = \sqrt{\frac{ne^2}{\epsilon_0 m_e}}$ 为等离子体振荡频率,n为等离子体密度。当  $\omega = \omega_{ce}$ 时,也就是在共振腔共振点 875 *Gauss* 附近,有  $N_R^2 \rightarrow \infty$ ,将出现电子回旋共振吸收微波能量,产生高密度 ECR 等离子体。ECR 等离子体在磁场梯度导致的双极扩散作用下向下级反应室扩散。薄膜沉积一般在远离磁场的 z=15~30cm 反应室下游区域进行。



图 1 ECR—MOPECV 装置及 Langmuir 探针示意图

图 2 反应室磁场梯度分布(10Gauss/cm)

ECR—MOPECVD 设备励磁电流产生的轴对称发散型磁场在下游反应室中的磁场位 形如图 2 所示,图中出现的轴向磁场梯度 ▽<sub>2</sub>B 将产生轴向附加力<sup>[9]</sup>.

$$F_z = -\frac{mv_2}{2B} \frac{\partial B}{\partial z} = -\mu \nabla_z B$$
<sup>(2)</sup>

其中 # 是近似常量的等离子体磁矩。这个附加力将影响下游反应室内的等离子体 分布。

图 2 表明反应室磁场分布存在两个不同的区域: J = 0 m 到 15 m 的  $I \subseteq$ , 磁场梯度 高达为 20.6G auss/ m, 该区内等离子体的分布受到磁场位形的影响; J = 15 m 到 z = 30 cm 的  $II \subseteq$ 。磁场变化平缓, 等离子体主要在等离子体密度梯度作用下进行扩散。

用于等离子体诊断的钨探针直径为 lmm,露出部分长 5mm。探针的  $I_p - U_p$  伏安特性曲线如图 3 所示。伏安特性曲线分为三部分:电子饱和区、过渡区、离子饱和区,其中过渡区反映了电子的能量分布情况。根据单探针测得的伏安特性曲线,由该曲线做出对应的

半时数曲线  $In(I_p)$ 与  $U_p$ , 再根据半对数曲线中过渡区对应的直线部分的斜率, 得出电子 温度  $T_e$ [10]:

$$kT_e = \left| \frac{\mathrm{d}(eU_p)}{\mathrm{d}\ln(I_p)} \right| \tag{3}$$

并根据探针收集的饱和离子电流 I<sub>i0</sub>,得到等离子体密度 n:

$$n = \frac{I_{i0}}{0.61 \, e^{S} \, (kT_e/m_i)^{1/2}} \tag{4}$$

上式中 e 是电子电量, mi 是离子质量, k 是玻耳兹曼常数, S 是探针表面积。

3 实验结果与讨论

影响等离子体分布特性的放电条件 主要有微波功率  $P_w$ ,放电气压 p,以及励 磁电流  $I_m$ 。本文主要分析  $P_w$  及p 对等 离于体密度分布的影响。实验采用的放 电气体是氮气,根据在线等离子体发射光 谱分析表明 ECR 氮等离子体中主要是碰 撞电离  $N_2 + e \rightarrow N_2^+ + 2e^{[11]}$ ,离子的主要成 分是  $N_2^+$ ,离子质量数为 28。

3.1 等离子体密度与微波功率的关系

为了研究等离子体密度随微波功率 的关系,对下游反应室 z=25 cm 的中心轴 向位置,在励磁电流  $I_m = 150A, p = 0.03 \sim$ 0.1Pa条件下,诊断了不同工作气压下等 离子体密度与微波功率的关系,结果如图 4 所示。图 4 表明,在一定气压下增加微 波功率,则相应的等离子体密度有一种趋 向饱和的趋势。 气压越低, 等离子体密度 随着微波功率增加而趋向饱和的趋势就 越显著。也就是说, 气压 越低, 等 离子体 密度在较低的微波功率就越容易达到饱 和,气压越高,则等离子体密度趋势饱和 需要更高的微波功率。这是因为,对于一 定的电子平均自由程(即定气压),微波功 率增加到使电子在两次电子-分子碰撞 之间获得超过气体粒子电离的多余能量, 但是这些多余的电子能量又不足以使气



图 4 不同气压下等离子体密度与微波功率的关系

但定这些少求的电子能量又不足以使了 $I_m = 150A, z = 25cm$ 体发生二次电离或离解电离。因而在电子自由程相对较长、碰撞电离几率较低的低气压中,超过了一定的微波功率后,微波功率的增加不再使等离子体密度增加,出现等离子体密度趋近饱和的现象。例如在图4中,当p = 0.03Pa, 0.05Pa时,等离子体密度在微波功率分别增加到约650W, 800W时就达到了饱和。而在电子自由程相对较短、碰撞电离几率

较高的高气压(如p > 0.9Pa)条件下,随着微波功率增加,会出现具有多余能量的电子与 多个气体粒子间的一系列碰撞电离,使得等离子体密度在高气压下,随着微波功率增加, 等离子体密度未出现饱和而是也随着增加的趋势,文献<sup>[12]</sup>的结果也说明了这一现象。 3.2 轴向等离子体密度分布



图 5 不同微波功率下的轴向等离子体密度 p=0.1Pa、 $I_m=150$ A

在 p=0.1Pa、 $I_m=150$ A, 微波功率在 300W-750W 之间变化的条件不测得的等离子 体密度的轴向分布如图 5、6 所示。从图 5 可以看出, 在气压、磁场一定的情况下, 随着加 大微波功率, 在 z=0~15cm 的反应室上游区域内(对应图 2 的 I 区), 由于可以有更多的 电子共振吸收微波的能量, 使得在 z=0cm 的出口处的等离子体密度大幅度增加的同时, 磁场梯度的作用使等离子体密度在轴向方向的下降幅度变大。而在 z=15~30cm 的下游 区域内(对应图 2 的 II 区), 由于受微波和磁场梯度的影响较少, 密度梯度轴向漂移的结果 使轴向的密度分布变化缓慢, 该区域具有良好的轴向均匀性。此外, 从图 6 还可以看出, 相对上游区域而言, 增加微波功率对下游区域等离子体密度的增加影响不大, 特别是常用 于薄膜生长的下游区域(如 z=25cm), 改变微波功率对该处的等离子体密度影响很少。 因此, 从微波功率一等离子体密度转换效率考虑, 在 ECR 等离子体化学气相沉积工艺中, 不提倡高功率等离子体放电以提高薄膜沉积速率。微波功率选取 400W~650W 为最佳。 当然, 微波功率的选取也要考虑到对径向分布均匀性的影响。

3.3 径向等离子体密度分布

为了分析用于薄膜沉积的反应室下游区域等离子体密度分布的均匀性,在z = 25cm的径向截面上,以每 2cm为一径向间隔,即在R = 0.4.6.8.10.12cm的径向半径上,在p = 0.09Pa、 $I_m = 145$ A、微波功率  $P_w = 300 \sim 750$ W条件下采用 Langmuir 探针测量并分析了径

向等离子体密度随微波功率变化的关系,结果如图7所示。



图 6 轴向等离子体密度在与微波功率的关系 p=0.1Pa  $p_w=650$ W

图7显示径向等离子体密度分 布呈钟罩型分布,在高微波功率下 呈现中心轴线附近密度高、边缘密 度低的趋势。此外,径向等离子体 密度随着微波功率的增加也有所增 加,其约从 300W 的 1.3×10<sup>10</sup> cm<sup>-3</sup> 增加到 750W 的 3.5×10<sup>10</sup> cm<sup>3</sup>,分析 表明增加微波功率对该下游区域的 等离子体密度影响不是很大,但径 向的均匀性却有很大的改善。均匀 性分析表明,在直径 16cm 的范围 内, P<sub>w</sub>=500, 600, 750W 时等离子体 径向均匀性分别为 81%, 88.2%, 95.2%。另外, 微波功率较低(Pw =300W、400W)时相应的径向等离 子体密度曲线随着半径增加而上





翘,这可能和低气压下微波在反应室的传播模式有关。因此,为了在适用于薄膜生长的反 应室下游区域获得良好的径向均匀性的同时得到高的等离子体密度,镀膜时采用较高的 微波功率是可取的。

## 参考文献

- Bernard M, Deneuville A, Lagarde T. et al., Etching of p<sup>-</sup> and n<sup>-</sup> type doped monocrystalline diamond usingan ECR oxygen plasma source[ J]. Diamond and Related Materials, 2002
- [2] SungY M, Kim H J. Optimum substrate bias condition for TiN thin film deposition using an ECR sputter system
   [J]. Surface and Coatings Technology, 2002
- [3] 杜小龙、陈厂超、江德仪等.电子回旋共振等离子体特性及其对生长氮化镓晶膜的影响[J].物理学 报,1999
- [4] Toader E I. Experimental electron energy distribution functions in argon, nitrogen and oxygen high—density and low—pressure reflex and microwave plasma sources[J]. Plasma Sources Sci. Technol. 2004
- [5] Ikushima T. Tochitani G, Fuiita H. Low-pressure deposition of diamond by electron cyclotron resonance microwave plasma chemical vapor deposition. J. Crystal. Growth, 2000
- [6] Laparde T. Amal Y. Lacoste A. High Performance Electron Cyclotron Resonance Plasma Etching with Control of Magnetic Field Gradient JJ. Jpn. J. Appl. Phys. 1991
- [7] Silie Fu Junfang Chen, et al. Study on the characteristics of ECR plasma spatial distribution [J]. Plasma Sonrces Science and Technology. 2006
- [8] 符斯列、陈俊芳等. 等离子体参数诊断及其特性研究[J]. 华南师范大学学报(自然科学版), 2004
- [9] Musil J. Deposition of thin films using microwave plasmas: present status and trends[J]. Vacuum, 1996
- [10] 甄汉生. 等离子体加工技术[M]. 北京: 清华大学出版社, 1990
- [11] FU Silie, CHEN Junfang, LI Yun et al. Optical Emission Spectroscopy of Electron Cyclotron Resonance—Plasma Enchanced Metalorganic Chemical Vapor Deposition Process for Deposition of GaN Film[J]. Plasma Science and Technology, 2008
- [12] Angra S K, Kumar P. Characterization of electron cyclotron resonance source plasma for etching and deposition
   [J] Thin Solid Film, 1997

## DIAGNOSE OF THE DISTRIBUTION OF ELECTRON CYCLOTRON RESONANCE PLASMA BY SINGLE LANGMUIR PROBE

Fu Silie Chen Junfang

(South China Normal University, Guangzhou, 510006)

## Wang Chunan

(GuangDong Polytechnic Normal University, Guangzhou, 510665)

Abstract: A Langmuir probe was applied to investigate the axial and radial distributions of electron cyclotron resonance plasma. The results show that a saturation tendency of plasma density presents with the increasing of microwave power. Such saturation tendency will be evident at lower gas pressure. In addition, the effect of power increasing on distribution in downstream is minute, but get rise to the improvement of radial uniformity. The proper microwave power is in the range of 400W~ 650W. High plasma density and fine radial uniformity are satisfied in such power range. Key words: ECR plasma Langmuir single probe; plasma distribution diagnose