

УДК 539.9

ТЕСТИРОВАНИЕ ЭЛЕКТРОДОВ ИЗ ХРОМОНИКЕЛЕВОГО СПЛАВА В ТРОЙНОМ ЛЕНГМЮРОВСКОМ ЗОНДЕ, ПРЕДНАЗНАЧЕННОМ ДЛЯ ДИАГНОСТИКИ ПЛАЗМЫ

М. Я. Наз^{*,**}, С. Шухрулла^{*,**}, А. Джафар^{**},
Н. У. Рехман^{***,****}, Я. Хан^{*****}

* Технологический университет PETRONAS, 31750 Бандар Сери Искандар, Малайзия

** Сельскохозяйственный университет, 38040 Файзалабад, Пакистан

*** Университет короля Сауда, 11451 Рияд, Саудовская Аравия

**** Институт информационных технологий COMSATS, Исламабад, Пакистан

***** Инженерный колледж Университета короля Сауда, 11451 Рияд, Саудовская Аравия

E-mails: yasin603@yahoo.com, zshukrullah@gmail.com, chabdulghaffar@yahoo.com,
Najeeb_ur_rehman@comsats.edu.pk, yasink@ksu.edu.sa

Исследована возможность использования хромоникелевого сплава в качестве материала зондов для диагностики плазмы газовых разрядов. Разработан симметричный тройной ленгмюровский зонд с управляющей схемой, проведено его испытание в индуктивно связанной плазме, которая создавалась радиочастотным генератором (13,56 МГц), включенным в систему автоматического согласования импеданса. С помощью такого зонда получены зависимости электронной температуры, плотности электронов и силы тока ионного насыщения от мощности радиочастотного генератора и давления газа в разрядной камере. Обнаружено, что при увеличении входной радиочастотной мощности температура и плотность электронов увеличиваются, а с увеличением давления азота в камере — уменьшаются. Суммарная погрешность измерений электронной температуры составила $5 \div 12$ %, плотности электронов — $3 \div 13$ %.

Ключевые слова: многоэлектродные зонды, плотность электронов, электронная температура, радиочастотная плазма.

DOI: 10.15372/PMTF20160203

Введение. И. Ленгмюр впервые измерил вольт-амперную характеристику зонда в газовых разрядах, поместив в разряд проводящую проволоку, и предложил теорию, позволяющую определять температуру электронов и плотность плазмы [1, 2]. Этот простой прибор, названный зондом Ленгмюра и использующийся для диагностики плазмы, позволяет получать такую информацию о плазме, как электронная температура, плотность электронов, потенциал плазмы, функция распределения электронов по энергиям. Оценка параметров плазмы, полученных с помощью зонда Ленгмюра, зависит от распределения носителей заряда по скоростям.

В основном для определения плазменных характеристик используются электростатические зонды двух типов: одиночные и двойные ленгмюровские [2, 3]. В последние годы

Работа выполнена при финансовой поддержке отдела научных исследований Университета короля Сауда (Рияд, Саудовская Аравия) (код проекта RG-1436-012).

© Наз М. Я., Шухрулла С., Джафар А., Рехман Н. У., Хан Я., 2016

создан другой тип многоэлектродного зонда — симметричный тройной зонд (СТЗ), работающий даже в турбулентной плазме, в отличие от одиночных и двойных зондов [4–6]. В ряде работ исследовались возмущения в плазме, возникающие при использовании зондов. Предпринимаются попытки обобщить зондовый метод на область параметров, в которой теория Ленгмюра неприменима. Наиболее важным представляется обобщение классической теории зондов для плазмы, находящейся в условиях высокого давления газа и сильного магнитного поля. Зондовый метод диагностики плазмы такого типа является очень сложным, при этом результаты, полученные с его помощью, нельзя интерпретировать как полученные экспериментально характеристики плазмы [1–3].

Для диагностики плазмы газовых разрядов могут применяться различные приборы и методики [7–9], однако электрические зонды считаются наиболее мощной и простейшей в реализации техникой для изучения параметров плазмы в широком диапазоне значений плотности, поскольку при этом не требуется предполагать, что плазма находится в локальном термодинамическом равновесии [10]. Электрические зонды обычно состоят из измерительных цепей постоянного тока и металлических электродов, поэтому зондовый метод является более удобным методом изучения плазмы по сравнению с такими методами, как лазерно-индуцированная флуоресценция, оптическая эмиссионная спектроскопия и микроволновая интерферометрия. Разрядные камеры для низкотемпературной плазмы, как правило, не имеют непосредственного контакта с плазмой. В такой плазме многоэлектродные зонды используются чаще, чем одиночные. Одиночные зонды имеют существенные недостатки, в частности отсутствие электрода, относительно которого подается смещение на зонд, и неопределенный потенциал плазмы. Кроме того, даже если площадь зонда достаточно мала, при работе вблизи потенциала пространства электронный ток на зонд может быть относительно большим, что может вызвать изменение параметров исследуемого разряда. Таким образом, метод одиночного зонда неприменим в случае распадающейся плазмы. Для преодоления трудностей, возникающих при работе одиночных зондов, созданы и испытаны в плазме разрядов низкого давления двойные и тройные зонды различной конфигурации. Установлено, что многоэлектродные зонды практически не воздействуют на исследуемую плазму и позволяют достаточно точно определить различные параметры газового разряда [11].

Материал для электродов зонда выбирается с учетом механической прочности, температуры плавления, шероховатости поверхности, электрической проводимости и других свойств. До настоящего времени для изготовления зондов использовались такие металлы, как вольфрам, молибден, платина и др. [7–11]. Однако не удалось найти публикации, в которых описываются сплавы, в частности хромоникелевый, используемые в качестве материала электродов зондов для изучения плазмы в газовых разрядах. В данной работе описываются эксперименты, в которых в качестве материала электродов зонда для изучения азотной индуктивно связанной плазмы использовалась хромоникелевая проволока. Разработаны СТЗ и соответствующая управляющая схема, в которой использовалась хромоникелевая проволока, а также проведены испытания предложенного метода диагностики плазмы при различных режимах работы зонда. С помощью данного метода зондовой диагностики изучена индуктивно связанная азотная плазма, создаваемая источником высокочастотного (ВЧ) излучения (13,56 МГц). Получены зависимости различных параметров плазмы газового разряда в азоте (электронной температуры kT_e , плотности электронов n_e и силы тока ионного насыщения I_{io} от входной мощности и давления газа в разрядной камере.

1. Теория симметричного тройного зонда. Несмотря на то что одиночный и двойной зонды предназначены для изучения плазмы, при их использовании необходима развертка напряжения для получения соответствующей вольт-амперной характеристики,

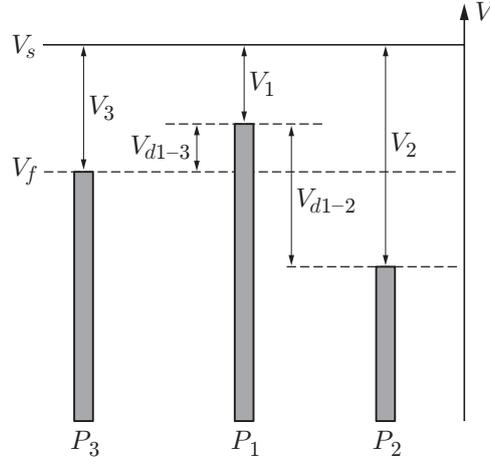


Рис. 1. Потенциалы электродов тройного зонда относительно однородного пространственного потенциала V_s

что ограничивает временное разрешение измерений. Это вызывает затруднения в случае применения двойных зондов для изучения плазмы с изменяющимися во времени параметрами. Данных затруднений можно избежать при использовании СТЗ [11], состоящего из трех взаимодействующих с плазмой электродов (рис. 1). На рис. 1 V_{d1-2} — напряжение смещения, приложенное между электродами 1 и 2; I_1 — соответствующая сила тока зонда; V_{d1-3} — разность потенциалов между электродом 1 и плавающим электродом 3. При проведении прецизионных измерений kT_e величина напряжения смещения должна удовлетворять условию $V_{d1-2} \geq 2kT_e$. В данной работе предполагалось, что в изучаемой области плазмы имеется однородный потенциал пространства V_s . Отличия потенциалов трех электродов-зондов от потенциала V_s также показаны на рис. 1. Сила тока через каждый зонд определяется следующим образом:

$$I_{p1} = I_1 = I_{io} + I_{eo} e^{-eV_1/(kT_e)}; \quad (1)$$

$$I_{p2} = I_2 = I_{io} + I_{eo} e^{-eV_2/(kT_e)}; \quad (2)$$

$$I_{p3} = 0 = I_{io} + I_{eo} e^{-eV_3/(kT_e)}. \quad (3)$$

После деления (1) на (2) и упрощения результата получаем

$$2 \exp\left(-\frac{eV_{d1-3}}{kT_e}\right) = 1 + \exp\left(-\frac{eV_{d1-2}}{kT_e}\right). \quad (4)$$

При $eV_{d2} \gg 2kT_e$ уравнение (4) переходит в уравнение

$$kT_e = \frac{eV_{d1-3}}{\ln 2} = \frac{e(V_1 - V_f)}{\ln 2}. \quad (5)$$

В случае $eV_{d2} \gg 2kT_e$ не следует пренебрегать членом $\exp(-V_{d1-2}/(kT_e))$ в (4), не рассматривая отношение V_{d1-2}/V_{d1-3} .

Плотность электронов может быть получена из выражения для силы тока ионного насыщения с использованием известного критерия Бома — Шита. Согласно этому критерию скорость ионов v_i , достигающих границы слоя, может быть выражена через разность потенциалов в области перед слоем. В предположении, что ионы заряжены однократно, их скорость можно вычислить по формуле

$$v_i = \sqrt{kT_e/m_i}. \quad (6)$$

Выражение для силы тока ионного насыщения можно представить в виде произведения плотности тока и площади рабочей части зонда:

$$I_{io} = J_i A. \quad (7)$$

Предполагается, что поток частиц сохраняется в слое, при этом плотность ионного тока вычисляется с использованием уравнения

$$J_i = 0,61 n_i e v_i. \quad (8)$$

Подставляя (6) в (8), получаем

$$J_i = 0,61 n_i e \sqrt{kT_e/m_i}.$$

Уравнение (7) можно записать в виде

$$I_{io} = 0,61 n_i e A \sqrt{kT_e/m_i}. \quad (9)$$

Поскольку обычно плотность ионов в слое равна плотности электронов ($n_i = n_e$), уравнение (9) принимает вид

$$I_{io} = 0,61 n_e e A \sqrt{kT_e/m_i}. \quad (10)$$

Наконец, из уравнений (5), (10) можно определить n_e :

$$n_e = \frac{1}{0,61 A e \sqrt{kT_e/m_i}} I_{io}. \quad (11)$$

В случае СТЗ сила тока I_{io} может быть получена после вычитания уравнения (3) из (1) и упрощения результата:

$$I_{eo} = I_1 \frac{\exp(-eV_{d1-3}/(kT_e))}{1 - \exp(-eV_{d1-3}/(kT_e))}.$$

Подставляя величину I_{eo} в уравнение (11), имеем

$$n_e = \frac{-I_1}{0,61 A e \sqrt{kT_e/m_i}} \frac{\exp(-eV_{d1-3}/(kT_e))}{1 - \exp(-eV_{d1-3}/(kT_e))}, \quad -I_{io} = I_{eo}. \quad (12)$$

Уравнение (12) используется для определения n_e в разрядной плазме методом СТЗ.

2. Оборудование и методы исследования. На рис. 2 представлена схема экспериментальной установки для генерации индуктивно связанной плазмы с азотом в качестве рабочего газа. Плазма разряда в азоте создавалась и поддерживалась с помощью радиочастотного источника (13,56 ГГц) [12] с сопротивлением 50 Ом, подключенного к медному электроду в виде плоской спиральной катушки. Этот электрод с 13 витками, имеющий диаметр 30 см, расположен на верхнем вакуумном порте цилиндрической плазменной камеры. Плазменная камера с четырьмя многофункциональными портами диаметром 9,8 см имела диаметр 31 см и высоту 24 см. Камера изолирована от плоского спирального электрода с помощью кварцевой пластины толщиной 1,2 см, помещенной между ними. Кварцевая пластина не только играла роль изолятора между электродом и плазменной камерой, но и поддерживала вакуум внутри камеры. Для того чтобы поддерживать мощность отражения на уровне менее 2 % и максимизировать передачу мощности от ВЧ-генератора к газовому разряду, между источником ВЧ-излучения и медным электродом была помещена цепь автоматического согласования мощности, состоящая из модуля настройки и модуля управления. Для работы в режиме генерации плазмы при низком давлении к плазменной камере был подсоединен роторно-лопастный насос, обеспечивающий давление до 10^2 Па. Поток газа в плазменную камеру регулировался с помощью массового расходомера, а давление

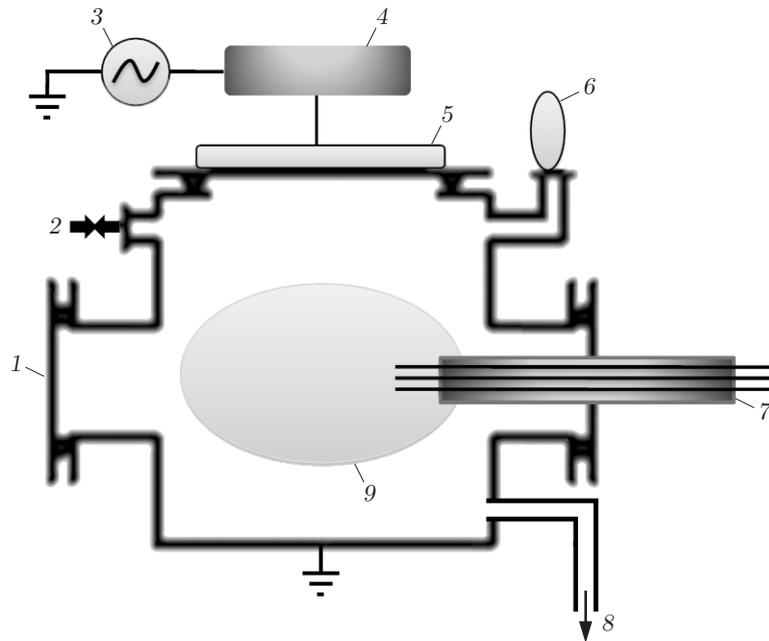


Рис. 2. Схема экспериментальной установки:

1 — смотровое окно, 2 — азот, 3 — источник радиочастотного излучения, 4 — согласующая цепь, 5 — индуктивная катушка, 6 — манометр, 7 — тройной зонд, 8 — вакуумный насос, 9 — плазма

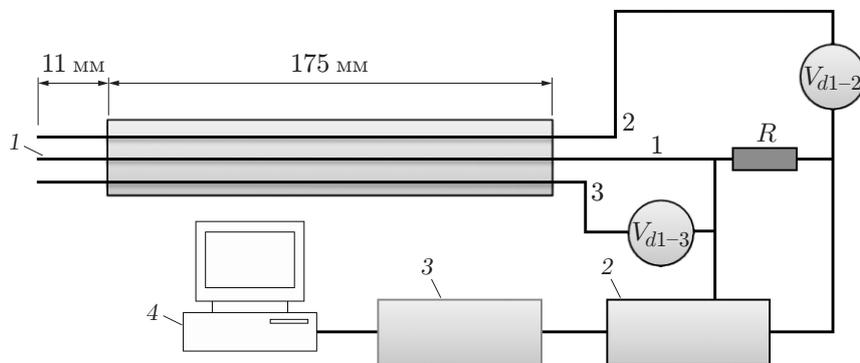


Рис. 3. Схема тройного зонда:

1 — концы симметричного тройного зонда, 2 — фильтр низких частот, 3 — осциллограф, 4 — система сбора данных; 1-3 — номера зондов

в камере контролировалось датчиком Пирани. В данном эксперименте скорость поступления азота была постоянной и составляла 50 см^3 .

Для исследования параметров разряда в азоте разработан СТЗ, схема которого приведена на рис. 3. Зонд содержал три хромоникелевых электрода длиной 11 мм, имеющих диаметр 0,22 мм и площадь поверхности $7,59 \text{ мм}^2$. Корпус зонда изготовлен из эрталоновой трубки длиной 175 мм с внутренним диаметром 6 мм. С внешней стороны плазменной камеры электроды зонда были присоединены к коаксиальным кабелям, проложенным вдоль держателя зонда, а затем вниз к изолированным проходным разъемам. Коаксиальные кабели передавали электрический сигнал от электрода зонда к цифровому осциллографу через дополнительные электронные устройства. Источник постоянного напряжения ($+120 \div -120 \text{ В}$) также был подключен к зонду для сканирования в ручном режиме в диа-

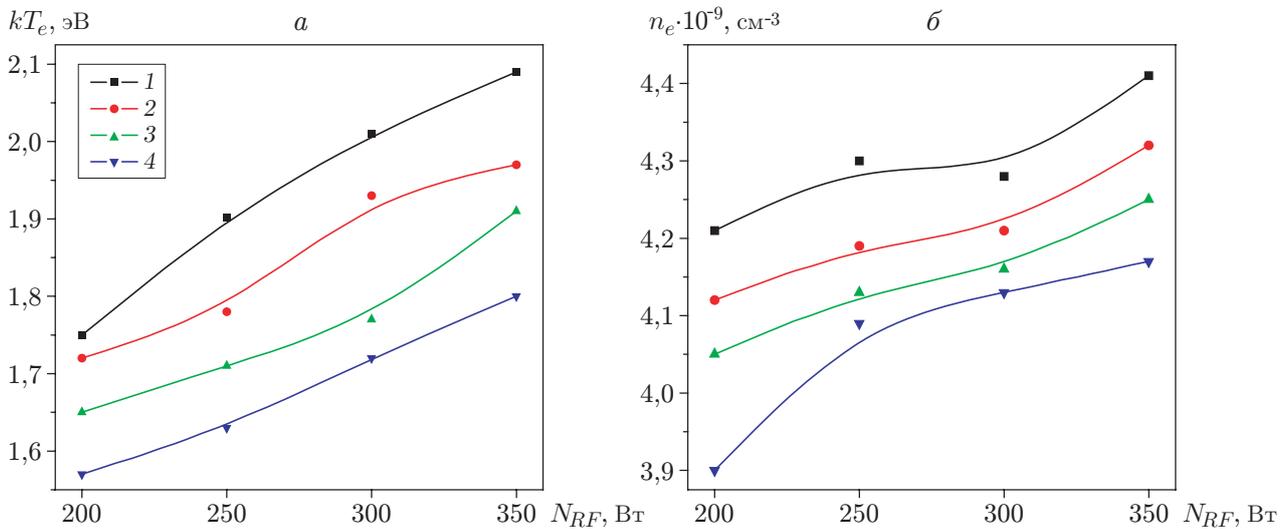


Рис. 4. Зависимости электронной температуры (а) и плотности электронов (б) от входной мощности источника ВЧ-излучения N_{RF} при различных значениях давления газа-наполнителя:

1 — $p = 20$ Па, 2 — $p = 30$ Па, 3 — $p = 40$ Па, 4 — $p = 50$ Па

пазоне от +26 до −26 В и измерения соответствующей силы тока в цепи зонда [13, 14]. Для предотвращения ВЧ-наводки на кабели на входах осциллографа использовались RC-фильтры. Оплетки кабелей были соединены с камерой снаружи, и для всей установки было использовано общее заземление.

3. Результаты исследования и их обсуждение. Помещенный внутрь вакуумной камеры СТЗ использовался для получения данных о плазме индуктивно связанного разряда в азоте. Получены сглаженные зависимости параметров плазмы (электронной температуры, силы тока ионного насыщения и плотности электронов) от давления заполняющего газа и мощности источника ВЧ-излучения при постоянной скорости газового потока $50 \text{ см}^3/\text{мин}$. Величина kT_e получена из соотношения (5) как функция входной мощности и давления газа. Значения kT_e использовались в уравнении (12) для получения n_e при $eV_{d1-2} \gg 2kT_e$. Разность потенциалов V_{d1-3} и сила тока через зонд 1 являются функциями напряжения смещения V_{d1-2} , приложенного между зондами 1 и 2. Предполагается, что при $eV_{d1-2} \gg 2kT_e$ токи зондов в эксперименте насыщаются при максимальных напряжениях 4,2 В и −4,2 В. Таким образом, потенциал плазмы должен быть меньше 4,2 В, поскольку электроны двигались в плазме к зонду под действием электрического поля приложенного потенциала насыщения.

На рис. 4 приведены зависимости kT_e и n_e от мощности источника ВЧ-излучения. Видно, что при увеличении входной мощности с 200 до 350 Вт для различных давлений в плазме значения kT_e и n_e монотонно увеличиваются [15]. Рост kT_e может быть обусловлен увеличением кинетической энергии электронов с увеличением мощности источника ВЧ-излучения. Из теории зонда следует, что параметр n_e зависит от kT_e . В данном случае увеличение n_e может быть вызвано увеличением скорости ионизации в разрядной плазме при увеличении мощности. Это, в свою очередь, приводит к увеличению силы тока ионного насыщения, зависящей от плотности [16]. При увеличении входной мощности энергия, достаточная для плазменного разряда, также увеличивается с увеличением количества ионизационных событий, что приводит к увеличению вероятности ионизации, особенно при низких давлениях газа-наполнителя. В данной работе пространственный потенциал

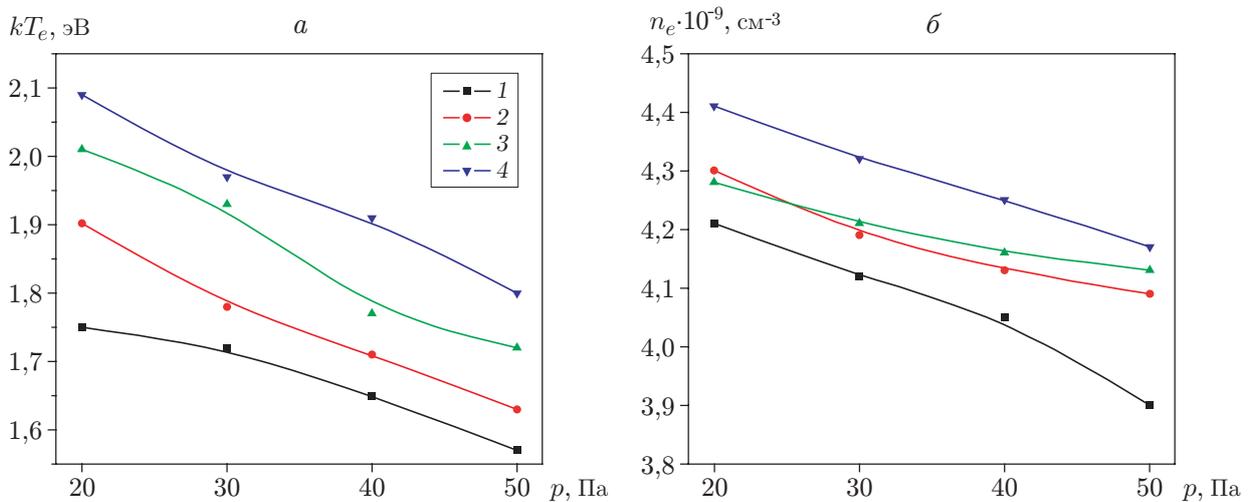


Рис. 5. Зависимости электронной температуры (а) и плотности электронов (б) от давления газа-наполнителя при различных значениях входной мощности источника ВЧ-излучения:

1 — $N_{RF} = 200$ Вт, 2 — $N_{RF} = 250$ Вт, 3 — $N_{RF} = 300$ Вт, 4 — $N_{RF} = 350$ Вт

между зондами полагается однородным, но в действительности он может быть неоднородным, что приводит к увеличению погрешности результатов вследствие наличия электрического поля, направленного параллельно электродам зонда. Влияние электрического поля можно минимизировать, добавляя в конструкцию зонда четвертый электрод (метод квадрупольного зонда). Относительная погрешность измерения электронной температуры составляет $5 \div 11$ %, плотности электронов — $4 \div 13$ %. Погрешности измерений, выполненных с помощью сконструированных зондов, могут быть вызваны рядом причин. Например, поверхность электрода, контактирующая с плазмой, через некоторое время загрязняется. Загрязненные поверхности электродов действуют как резисторы, ограничивая течение тока к зондам, вследствие чего искажаются результаты измерений. Данная проблема обычно решается путем очистки зонда электронной или ионной бомбардировкой либо омическим нагревом до стадии покраснения. Метод нагрева, реализованный в данных экспериментах, был малоэффективным и приводил к неточности воспроизведения результатов измерений, проведенных при одних и тех же условиях. Многие виды плазмы генерируются источниками радиочастотного излучения, которые создают значительные помехи. При этом зонды обычно не оснащены компенсирующими цепями для исключения наводок. Поэтому большое внимание должно быть уделено разработке электрических схем зондовых диагностик для проведения достоверных измерений параметров плазмы.

На рис. 5 приведены зависимости величин kT_e и n_e от давления газа-наполнителя при различных значениях постоянной мощности источника. Видно, что с увеличением давления газа kT_e уменьшается. По-видимому, уменьшение электронной температуры обусловлено увеличением давления газа-наполнителя внутри камеры, что приводит к увеличению частоты столкновений в плазменной камере и как следствие к уменьшению энергии электронов и величины kT_e [16]. Зависимость средней энергии электронов $\langle \varepsilon \rangle$, а значит, и kT_e от давления наполняющего газа и входной мощности может быть также объяснена с помощью уравнения стационарного баланса частиц, которое имеет место в силу линейной зависимости между средней энергией электронов и эффективной электронной температурой. При увеличении давления газа внутри камеры частота столкновений электронов с компонентами плазмы увеличивается, а средняя длина свободного пробега между столк-

новениями уменьшается. Это означает, что электроны теряют свою энергию в разряде. Таким образом, с увеличением давления в камере увеличивается доля энергии, передаваемой от электронов к компонентам плазмы. В этом случае глобальный баланс между всеми ионизационными событиями и потерями частиц на стенках камеры [10] недостижим, что приводит к уменьшению kT_e и увеличению температуры нейтрального компонента при увеличении давления наполняющего газа [15–17]. При увеличении давления газа-наполнителя и постоянной входной мощности величина n_e уменьшается. Это может быть обусловлено тем, что вследствие увеличения давления газа внутри плазменной камеры плазма в разряде охлаждается, в результате уменьшаются сила тока ионного насыщения и плотность электронов n_e [16]. При высоком давлении и относительно малой входной мощности упругие столкновения могут приводить к уменьшению скорости ионизации. Также при высоком давлении высокоэнергетичный “хвост” функции распределения электронов “истощается”, количество электронов с энергией, достаточной для осуществления процессов столкновительной ионизации, и соответственно плотность электронов n_e уменьшаются. Это “истощение хвоста” функции распределения электронов по энергиям может быть вызвано также быстрой диффузией и рекомбинацией высокоэнергетичных электронов на стенках камеры [10, 16]. Относительная погрешность измерений электронной температуры составляла $5 \div 12$ %, плотности электронов — $3 \div 9$ %.

Заключение. В работе представлено описание тройного зонда с управляющей схемой, предназначенного для изучения индуктивно связанной плазмы низкого давления. С помощью предложенного метода диагностики измерены электронная температура и плотность электронов как функции давления газа-наполнителя и входной мощности источника ВЧ-излучения. Из анализа полученных результатов следует, что и электронная температура, и плотность электронов возрастают с увеличением мощности источника ВЧ-излучения. Относительная погрешность измерений электронной температуры и плотности электронов составила $5 \div 11$ % и $4 \div 13$ % соответственно. Изучена также зависимость электронной температуры и плотности электронов от давления наполняющего газа. Обнаружено, что с увеличением давления уменьшается не только электронная температура, но и плотность электронов. Относительная погрешность измерений электронной температуры составила $5 \div 12$ %, плотности электронов — $3 \div 9$ %. Результаты эксперимента подтверждают, что с использованием разработанного многоэлектродного зонда можно получать достаточно точные параметры плазмы ВЧ-разряда.

ЛИТЕРАТУРА

1. **Grill A.** Cold plasmain materials fabrication. N. Y.: IEEE Press, 1993.
2. **Chen F. F.** Plasma diagnostic techniques. N. Y.: Acad. Press, 1965.
3. **Hwang K. T., Oh S. J., Choi I. J., Chung C. W.** Measurement of electron temperature and ion density using the self-bias effect in plasmas // Phys. Plasmas. 2010. V. 17. 063501.
4. **Jang S. H., Kim G. H., Chung C. W.** In situ method for real time measurement of dielectric film thickness in plasmas // J. Appl. Phys. 2010. V. 107. 023303.
5. **Sobolewski M. A.** Measuring the ion current in high-density plasmas using radio-frequency current and voltage measurements // J. Appl. Phys. 2001. V. 90. P. 2660–2671.
6. **Mehs D. M., Niemczyk T. M.** Plasma models applicable to low pressure discharges // Spectrochim. Acta. Pt B. 1981. V. 36. P. 965–971.
7. **Pei-Liang X., Yu-Zhi W., Yun W. F., et al.** Preionization electron density measurement by collecting electric charge // J. Appl. Phys. 1985. V. 57. 1615.
8. **Lee M. H., Jang S. H., Chung C. W.** Floating probe for electron temperature and ion density measurement applicable to processing plasmas // J. Appl. Phys. 2007. V. 101. 033305.

9. **Yamaguchi S., Sawa G., Ieda M.** Variation of ion current flowing into double probes with coating of organic thin film in rf discharge plasma // J. Appl. Phys. 1987. V. 26. P. 728–733.
10. **Itagaki N., Iwata S., Muta K., et al.** Electron-temperature dependence of nitrogen dissociation in 915 MHz ECR plasma // Thin Solid Films. 2003. V. 435. P. 259–263.
11. **Huddleston R. H.** Plasma diagnostic technique / R. H. Huddleston, S. L. Leonard. N. Y.: Acad. Press, 1965.
12. **Godyak V. A., Demidov V. I.** Probe measurements of electron-energy distributions in plasmas: what can we measure and how can we achieve reliable results? // J. Phys. D. Appl. Phys. 2011. V. 44. 233001.
13. **Manory R. R., Carmi U., Avni R., Grill A.** A comparative study of silicon deposition from SiCl_4 in cold plasma using argon, H_2 or $\text{Ar} + \text{H}_2$ // Thin Solid Films. 1988. V. 156. P. 79–92.
14. **Lieberman M. A.** Principles of plasma discharges and materials processing / M. A. Lieberman, A. J. Lichtenberg. 2nd ed. N. Y.: Wiley, 2005.
15. **Rossnagel S. M.** Handbook of plasma processing technology / S. M. Rossnagel, R. J. Cuomo, W. D. Westwood. Park Ridge: Noyes Publ., 1910.
16. **Yong-ik S., Lim H. B., Houk R. S.** Diagnostic studies of low-pressure inductively coupled plasma in argon using a double Langmuir probe // J. Analyt. Atom. Spectrometry. 2002. V. 17. P. 565–569.
17. **Husarik J., Siry M., Kando M.** Double probe characteristics in high-energy electron flux pressure // J. Appl. Phys. 2008. V. 47. P. 7334–7338.

*Поступила в редакцию 18/XI 2013 г.,
в окончательном варианте — 31/I 2014 г.*
