

**TROPARAMETARSKO FITOVANJE VOLT-AMPERSKE KARAKTERISTIKE  
ELEKTROSTATIČKE SONDE**

**Miodrag Zlatanović i Ivan Perić**  
*Elektrotehnički fakultet u Beogradu*

**Sadržaj** - Za različite vrednosti parametara magnetronskog pražnjenja snimane su strujno naponske karakteristike Langmuirove elektrostatičke sonde u zavisnosti od položaja sonde u pražnjenju. Klasičan izraz za karakteristiku sonde korigovan je korišćenjem tačnog izraza za zavisnost površine, koja predstavlja granicu prielektrodnog sloja, od potencijala sonde, uz pretpostavku da se uticaj magnetnog polja na karakteristiku sonde može zanemariti. Izvedeni izraz za karakteristiku sonde sadrži kao parametre temperaturu elektrona, koncentraciju jona i potencijal plazme. Primenom Levenberg Marquardt-ove metode rezultati meranja fitovani su dobijenim teorijskim izrazom i određene su vrednosti parametara pražnjenja.

**1. UVOD**

Određivanje parametara plazme u magnetnom polju pomoću jednostruke Langmuirove sonde zahteva korekciju klasične teorije koja daje eksponencijalnu zavisnost elektronske struje od potencijala sonde izvan oblasti zasićenja. Prisustvo spoljašnjeg magnetnog polja dovodi do izmene oblika strujno naponske karakteristike sonde tako da može znatno odstupati od eksponencijalne zavisnosti. Uticaj magnetnog polja na karakteristiku sonde obično se izražava odnosom karakteristične dimenzije sonde i Larmourovog radijusa za jone ili elektrone. Za merenja elektronske temperature, koncentracije elektrona, potencijala plazme i plivajućeg potencijala koriste se sonde malih dimenzija u odnosu na Larmourov radijus, a u slučaju ravne sonde površina sonde postavlja se upravno na pravac magnetnog polja [1].

Kod komercijalnih uređaja za magnetronsku depoziciju tankih slojeva, podloga na kojoj se vrši rast filma polariše se negativno u odnosu na plazmu, tako da predstavlja jednu vrstu elektrostatičke sonde velike površine. Za rast filma od presudnog značaja su fluks i energija pozitivnih jona koji bombarduju površinu filma tokom njegovog formiranja [2,3]. Poznavanje raspodele fluksa upadnih čestica po površini podloge i parametara plazme od suštinskog je značaja za proces reaktivne magnetronske depozicije funkcionalnih prevlaka nitrida i karbida refraktornih materijala.

Pri korišćenju elektrostatičke sonde za merenja u sistemima za magnetronsku depoziciju kao dodatni problem javlja se formiranje električno provodne prevlake na nosaču sonde, što tokom dugotrajnih merenja dovodi do povećanja efektivne površine na kojoj se kolektuju naelektrisanja. Ovaj

efekat može se sprečiti konstruisanjem sonde sa procepom između provodnika i izolatora koji sprečava električni kontakt sonde sa površinom izolatora na kojoj je deponovan provodni sloj.

U ovom radu izvedena je relacija za karakteristiku jednostruke cilindrične elektrostatičke sonde bez linearizacije Child-Langmuirove realcije za zavisnost debljine sloja prostornog naelektrisanja od potencijala sonde. Parametri neravnotežnog magnetronskog pražnjenja u argonu za depoziciju prevlake titana određeni su fitovanjem merenih vrednosti sondne karakteristike funkcijom koja sadrži sledeće parametre: temperaturu elektrona  $T_e$ , koncentraciju jona  $n_i$  i potencijal plazme  $V_p$ .

**2. IZRAZ ZA KARAKTERISTIKU SONDE**

U prisustvu jakog magnetnog polja, za merenje parametara plazme najčešće se koriste ravne Langmuirove elektrostatičke sonde, čija se ravan postavi normalno na pravac polja [1]. U našem eksperimentima cilj je bio određivanje lokalnih vrednosti parametara magnetronskog pražnjenja, pa smo koristili cilindričnu sondu malih dimenzija čija je osa paralelna ravni magnetronske mete.

Pri tome smo imali u vidu da magnetno polje nije mnogo jako, oko 10 mT. Kriterijum za određivanje uticaja magnetnog polja na karakteristiku sonde je količnik Larmour-ovog radijusa naelektrisane čestice  $r_b$  i karakteristične dimenzije oblasti u kojoj se vrši kolektovanje naelektrisanih čestica iz pražnjenja. Tipičan Larmour-ov radijus za jone u našem slučaju je 4 mm, što je veće od poluprečnika sonde. Širina oblasti prostornog naelektrisanja uz sondu u kojoj se oseća električno polje još je manja, reda veličine Debajevog radijusa za elektrone  $\lambda_d$ . Pri prolasku kroz ovu oblast joni praktično ne osećaju delovanje magnetnog polja. Larmourov radijus za elektrone, je mnogo manji i u našem eksperimentu je bio reda veličine  $\lambda_d$ .

Za dovoljno velike negativne potencijale sonde važe relacije,  $(V_p - V_p) \gg kT_e/e$ , gde je  $V_p$  potencijal sonde,  $V_p$  potencijal plazme u odnosu na zid komore,  $k$  Boltzmannova konstanta,  $T_e$  temperatura elektrona, a  $e$  naelektrisanje elektrona, veoma malo elektrona stigne do sonde. Smatraćemo da je bez obzira na prisustvo spoljašnjeg magnetnog polja koncentracija elektrona određena Boltzmann-ovom raspodelom. Pretpostavićemo da je struja elektrona  $I_e$  jednaka proizvodu koncentraciji elektrona uz sondu i neke veličine  $I_{e0}$ , nezavisne od napona,

$$I_e = I_{es} \text{Exp}(e(V_p - V_{pl}) / kT_e) \quad (1)$$

Kako je uslov  $V_{pl} - V_p \gg kT_e/e$  ispunjen za ceo naponski opseg koji nas interesuje, smatraćemo da se uticaj magnetnog polja na elektrone svodi na uticaj na konstantu  $I_{es}$ . U slučaju kada je magnetno polje zanemarljivo može se pokazati da je bez obzira na oblik sonde:

$$I_{es} = en_e \sqrt{\frac{kT_e}{2\pi m_e}} A \quad (2)$$

gde su  $n_e$  i  $m_e$  koncentracija i masa elektrona respektivno, a  $A$  površina sonde [1]. Uticaj magnetnog polja mogao bi se uzeti u obzir množenjem površine nekim parametrom  $m$  koga je moguće odrediti fitovanjem eksperimentalno dobijene karakteristike sonde teorijskim izrazom za sondnu karakteristiku. U ovom radu pretpostavljena je vrednost  $m=1$ .

Pri smanjivanju potencijala sonde u odnosu na plazmu, jonska struja ne ulazi u zasićenje, već po apsolutnoj vrednosti približno linearno raste usled povećavanja efektivne površine prostorne oblasti oko sonde na kojoj dolazi do sakupljanja naelektrisanja. Ovaj efekat se jasno primećuje u svim merenjima koje smo izveli. Zbog toga smo umesto uobičajenog fitovanja sondne karakteristike eksponencijalnom funkcijom, za fitovanje koristili krivu sa tri parametra uz pretpostavku  $m=1$ .

Jonsku struju  $I_j$  određena je relacijom:

$$I_j = -en_e A_{ef} \sqrt{\frac{kT_e}{m_e}} \text{Exp}(-\frac{1}{2}) \quad (3)$$

gde su  $n_e$  i  $m_e$  koncentracija i masa jona, a  $A_{ef}$  je efektivna površina sonde, tj. površina granice između oblasti prostornog naelektrisanja uz sondu i okolne plazme. Kako se formula (3) izvodi posmatranjem jednodimenzionog slučaja ravne sonde, ona će važiti u našem slučaju cilindrične sonde samo ako je širina oblasti prostornog naelektrisanja  $x_s$  mnogo manja od poluprečnika sonde  $r_p$ .

Širina  $x_s$  raste sa smanjivanjem potencijala sonde, tako da raste i efektivna površina  $A_{ef}$ , što dovodi do porasta struje jona po apsolutnoj vrednosti (3).

Zavisnost  $x_s(V_p)$  možemo dobiti koristeći formulu:

$$I = \frac{4}{9} \epsilon_0 A \sqrt{\frac{2e}{m_e}} \frac{(V_{pl} - V_p)^{3/2}}{\alpha^2} \left(1 + \frac{2.66}{\sqrt{-\eta}}\right) \quad (4)$$

$I$  je struja sonde,  $\epsilon_0$  dielektrična propustljivost vakuuma,  $A$  površina sonde i  $\eta = e(V_p - V_{pl})/kT_e$ ;  $\alpha$  je modifikovana debljina oblasti naelektrisanja, koja se računa na različite načine u zavisnosti od oblika sonde:

$$\alpha = x_{sav} \quad \text{za ravnju sondu}$$

$$\alpha^2 = r_s^2 (\gamma - 0.4\gamma^2 + 0.09167\gamma^3 - 0.01424\gamma^4 + \dots)^2, \gamma = \ln(\frac{r_p}{r_s}), r_s = r_p + x_{sav}$$

za cilindričnu sondu

$x_{sav}$  i  $x_{cit}$  su širine oblasti prostornog naelektrisanja za ravnju i cilindričnu sondu. Kako formula (4) važi za  $V_{pl} - V_p \gg 0$ , u tim uslovima struja sonde je približno jednaka jonskoj struji, pa možemo pisati:

$$en_e A_{ef} \sqrt{\frac{kT_e}{m_e}} \text{Exp}(-\frac{1}{2}) = \frac{4}{9} \epsilon_0 A \sqrt{\frac{2e}{m_e}} \frac{(V_{pl} - V_p)^{3/2}}{\alpha^2} \left(1 + \frac{2.66}{\sqrt{-\eta}}\right) \quad (5)$$

Efektivna površina sonde  $A_{ef}$  je jednaka  $r_s^2 \pi + 2\pi r_s l$ ;  $l = l_p + x_{sav}$ , gde je  $l_p$  dužina sonde, a  $r_s$  efektivni poluprečnik. Vrednost  $x_{sav}$  dobićemo korišćenjem Langmuir-Blodgettove formule za ravnju sondu (zamenom u (5)  $\alpha = x_{sav}$ ). Rešavanjem jednačine (5) po  $x_{sav}$  (smatraćemo da je  $A_{ef}/A = 1$ ) dobijamo zavisnost:

$$x_{sav} = \sqrt{\frac{4}{9} \text{Exp}(\frac{1}{2}) \frac{\epsilon_0}{n_e} \sqrt{\frac{2}{ekT_e}} (V_{pl} - V_p)^{3/2}} \quad (6)$$

Veličinu  $r_s$  dobićemo korišćenjem Langmuir-Blodgettove formule za cilindričnu sondu uz određene aproksimacije. Kako smo pretpostavili da je  $x_{sav} \ll r_p$ , zadržaćemo samo prvi član reda, pa dobijamo:  $\alpha = r_p n(r_s/r_p)$ . Takođe, smatraćemo da je  $A/A_{ef} = 1$ . Najzad, zanemarićemo član  $2.66/(\sqrt{-\eta})^{0.5}$ , koji je mnogo manji od 1. Ove aproksimacije nam omogućavaju da eksplicitno izrazimo  $r_s$  u funkciji od  $V_p$ . Zamenom  $\alpha$  u (5) i rešavanjem po  $r_s$  dobijamo:

$$r_s = r_p \text{Exp}(\alpha/r_p) \quad (7)$$

pri čemu je:

$$\alpha = \sqrt{\frac{4}{9} \text{Exp}(\frac{1}{2}) \frac{\epsilon_0}{n_e} \sqrt{\frac{2}{ekT_e}} (V_{pl} - V_p)^{3/2}} \quad (8)$$

Zamenom (6) i (7) u izraz za efektivnu površinu sonde, zamenom efektivne površine u izraz za jonsku struju (3) i sabiranjem jonske struje i struje elektrona (1) dobijamo traženu zavisnost struje sonde od napona sonde  $V_p$ , pri čemu su parametri koncentracija jona (elektrona)  $n_e = n_e$  u  $m^{-3}$ , temperatura elektrona  $T_e$  u elektronvoltima, potencijal plazme  $V_{pl}$  i parametar  $m$  koji opisuju uticaj magnetnog polja (broj kojim se množi površina sonde u izrazu (2)). Kada se zamene fizičke konstante i masa jona (argon) dobija se:

$$\alpha = 7570(t_e)^{-0.25} (n_e)^{-0.5} (V_{pl} - V_p)^{3/4}$$

$$l = l_p + \alpha$$

$$r_s = r_p \text{Exp}(\alpha/r_p)$$

$$A = r_s^2 \pi + 2\pi r_s l$$

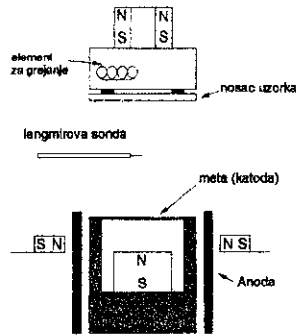
$$A_m = mA$$

$$I = -1.51 \cdot 10^{-16} n_e \sqrt{t_e} A + 2.68 \cdot 10^{-14} n_e \sqrt{t_e} A_m \text{Exp}(\frac{V_p - V_{pl}}{t_e}) \quad (9)$$

Eksperimentalno određene karakteristike sonde za različite uslove magnetronskog pražnjenja fitovane su pomoću relacije (9) koja se svodi na jednačinu sa tri nepoznata parametra  $n_e$ ,  $T_e$  i  $V_p$  ako se usvoji vrednost  $m=1$ .

## 2. EKSPERIMENT

U eksperimentima je korišćen sistem za depoziciju tankih filmova sa neravnotežnim magnetronom koji je prikazan na slici 1.



Sl. 1. Magnetronski sistem sa elektrostatičkom sondom

Sistem se sastoji od vakuumske komore dimenzija  $\Phi$  250x600mm u kojoj je smešten sistem sa tri jednostruka cilindrična magnetrona sa metom prečnika 40mm. Držač uzorka sa postoljem može se postaviti iznad svakog od magnetrona i može se zgrejati do 300°C. Magnetron se napaja jednosmernim naponom u impulsnom režimu frekvencije 100Hz. Kombinacija mehaničke i difuzione pumpe omogućuje postizanje graničnog pritiska od  $1,3 \cdot 10^{-6}$  Pa, a rastojanje meta - uzorak se može menjati. Neravnotežno magnetno polje ostvaruje se sistemom permanentnih magneta montiranih oko magnetnoske katode i iznad držača uzorka.

Za merenje temperature uzorka koristi se termopar, a za određivanje karakteristika magnetronskog pražnjenja cilindrična Langmuirova sonda. Intenzitet magnetne indukcije u oblasti između mete i podloge meri se pomoću Hallove sonde. Detalji konstrukcije sistema i voltamperske karakteristike pražnjenja prikazani su u radovima [4,5].

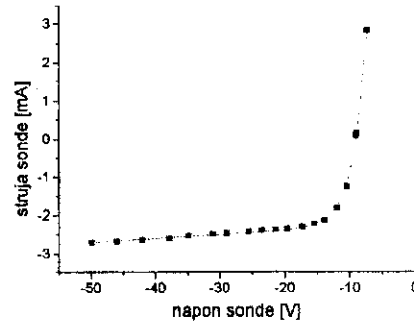
Pri merenjima je kao referentni nivo korišćen potencijal uzemljenog zida vakuuma komore koji je jednak potencijalu anode magnetronskog pražnjenja.

Magnetron je prstenastog oblika i sastoji se od katode (mete) u obliku diska i cilindrične anode. Meta je od titana tako da se u inertoj atmosferi argona na podlozi formira metalni film titana.

Langmirova sonda je cilindričnog oblika, prečnika 0.4 mm i dužine 1.5 mm. Izrađena je od volframove žice i izolovana pireks staklom. Prilikom merenja sonda je bila u horizontalnom položaju sa osom paralelnom površini mete i držača podloge na kojoj se vrši rast filma. Merenja su vršena u blizini nosača podloge i na različitim udaljenostima od nosača i od ose magnetrona. U ovoj oblasti dominira vertikalna komponenta magnetnog polja, što znači da je vektor polja u pravcu normalnom na osu sonde.

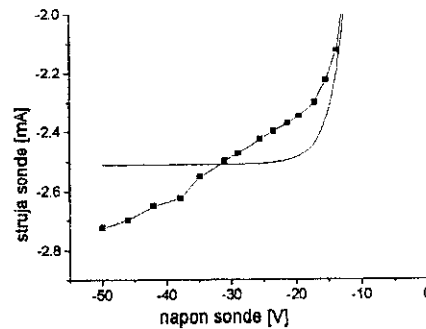
Izvršena su merenja sondne karakteristike na različitim mestima u oblasti magnetronskog pražnjenja za dve snage pražnjenja. U prvom eksperimentu parametri pražnjenja su bili sledeći: napon katode  $U_k=275V$ , struja

katode  $I_k=250mA$  i pritisak  $p=5Pa$ . Sonda je postavljena na rastojanju 6,24cm ispod držača uzorka na mestu maksimalne struje sonde, u ravni paralelnoj ravni uzorka.



Sl. 2. Fitovanje merenih vrednosti struje i napona sonde funkcijom (9)

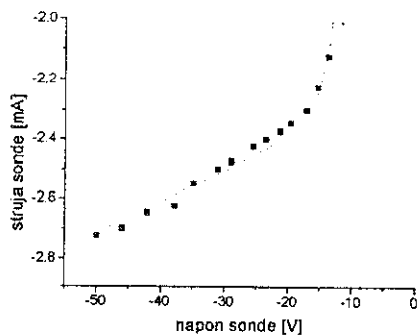
Rezultati fitovanja eksperimentalnih vrednosti funkcijom (9) prikazani su na slici 2. Kao kriterijum fitovanja korišćena je  $\chi^2$  funkcija. Dobijene su sledeće vrednosti parametara plazme:  $n=1,76 \cdot 10^{18} m^{-3}$ ,  $T_e=2,04eV$  i  $V_p=1,58V$ .



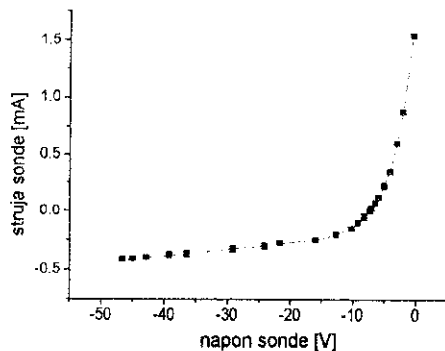
Sl. 3. Fitovanje sondne karakteristike u oblasti jonske struje eksponencijalnom zavisnošću

Slika 3 prikazuje deo sondne karakteristike koji odgovara jonskoj struji fitovan eksponencijalnom funkcijom. Jonska struja ne pokazuje tendenciju zasićenja, odnosno eksponencijalni tok. Primena funkcije (9) daje mnogo bolje rezultate fitovanja od ekponencijalne, što se vidi sa slike 4, i na zadovoljavajući način opisuje proces kolektovanja naelektrisanja u oblasti sonde.

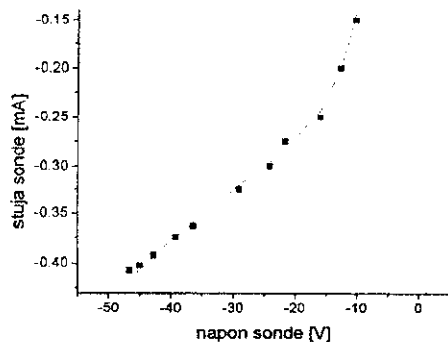
U drugom eksperimentu parametri magnetronskog pražnjenja su bili sledeći:  $U_k=300V$ ,  $I_k=300mA$  i  $p=5Pa$ . Sonda je postavljena na rastojanju 3,5cm od vertikalne ose sistema, na mestu gde se očekuje smanjenje koncentracije naelektrisanja.



Sl. 4: Primena funkcije (9) za fitovanje u oblasti jonske struje sonde. Uslovi magnetronskog pražnjenja dati su u tekstu



Sl. 5: Fitovanje sondne karakteristike funkcijom (9) u oblasti manje koncentracije elektrona (vidi tekst).



Sl. 6: Sondna karakteristika u oblasti jonske struje fitovana funkcijom (9)

Fitovanje sondne karakteristike funkcijom (9) prikazano je na slici 5. Dobijene su sledeće vrednosti parametara plazme:  $n=9.98 \cdot 10^{16} \text{ m}^{-3}$ ;  $T_e=3.13 \text{ eV}$  i  $V_p=8.9 \text{ V}$ . Fitovanje sondne karakteristike u oblasti jonske struje prikazano je na slici 6.

## ZAKLJUČAK

Izvedena relacija za strujno naponsku karakteristiku elektrostatičke Langmuirove sonde korektno opisuje proces kolektovanja naelektrisanja u oblasti sonde i može se koristiti za određivanje parametara magnetronskog pražnjenja fitovanjem eksperimentalnih vrednosti. U poređenju sa funkcijom za fitovanje datom u radu [6], pri izvođenju funkcije fitovanja nije vršena linearizacija Langmuir-Blodgettove formule za zavisnost oblasti prostornog naelektrisanja od potencijala sonde i pri fitovanju se ne vrši nikakva selekcija eksperimentalnih vrednosti. Temperatura i koncentracija elektrona određeni ovim postupkom odgovaraju očekivanim vrednostima za slučaj ispitivanog magnetronskog pražnjenja.

## LITERATURA

- [1] D. Desideri, G. Serriani, "Four parameter fit for Langmuir probes with nonsaturation of ion current", *Rev. Sci. Instruments*, vol. 69, No 6, pp.2354-2356, 1998.
- [2] M. Zlatanović, "Deposition of (Ti,Al)N coatings on plasma nitrided steel", *Surface & Coatings Technology*, vol. 48, pp.19-24, 1991.
- [3] M. Zlatanović, N. Popović, Ž. Bogdanov, R. Beloševac, A. Kunosić, B. Gončić, "Microstructural modification of TiN deposited by magnetron ion plating: Influence of magnetic field configuration", *Thin solid films*, vol. 317, pp.464-469, 1998.
- [4] M. Zlatanović, M. Gajić, Đ. Đukić. "Characteristics of a simple magnetron deposition system in metallic mode of operation", in *Proc. 19<sup>th</sup> SPIG*, 1998, pp.275-278.
- [5] M. Zlatanović, M. Gajić, U. Kaščak, I. Popović, V. Godevac. "Voltage-current characteristics of the unbalanced magnetron for reactive deposition of thin films" accepted for publication in *Advanced Materials and Processes*, Transtech publications, 2000.
- [6] M. Spolaore, V. Antoni, M. Bagatin, A. Buffa, R. Cavazzana, D. Desideri, E. Martines, N. Pomaro, G. Serriani, L. Tramontin. "Automated Langmuir probe measurement in a magnetron sputtering system", *Surface & Coatings Technology*, vol. 116-119, pp.1083-1088, 1999.

## THREE PARAMETER FUNCTION FOR FITTING LANGMUIR PROBE CHARACTERISTICS

Abstract - A three parameters function for fitting the data obtained by the cylindrical electrostatic probe in an unbalanced magnetron discharge is given. By applying the Levenberg-Marquardt fitting procedure it has been shown that the fitting formula accurately describes the measured data and can successfully be used for measuring the ion concentration, electron temperature and plasma potential in an magnetron discharge.