窒素放電中の粒子種*

畑 野 東 一**

(受付1990年12月3日, 掲載決定1991年2月2日)

Particle Species Arrived in Substrate During Nitrogen Discharge

Touichi HATANO

(National Institute for Reserch in Inorganic Materials, Tsukuba, Ibaraki)

(Received December 3, 1990, Accepted February 2, 1991)

1. はじめに

スパッタリング法による製膜中に基板や電極に入射する粒子の種類やエネルギーの測定に関しては多くの研究が報告されているが¹⁻⁸⁾, 窒素の直流グロー放電中に陽極に入射する粒子について, その種類とエネルギー分布を知るためにサンプリングプローブ法⁹⁾によって測定を行った. その結果陰イオンは検出されず, 陽イオンと中性で活性な粒子が検出された¹⁰⁾. 通常プラズマ内に存在する陽イオンのエネルギーは比較的低く, プラズマ陽極間の電位差に逆らって陽極に到達し得る陽イオンの量は僅かであると考えられる. 従ってこれらの粒子がプラズマ内で発生し陽極に拡散すると考えるより, プラズマと陽極の間の遷移領域で発生すると考える方が自然である. この考えを実証するためにはサンプリングプローブ法によって検出された粒子とプラズマ因子の関連を調査しなければならない. そこで平板型プローブを用いた探針法によってプラズマ因子の測定を試み, プローブ特性の経時変化及び粒子発生について二三の知見得たので報告する.

2. 実験方法

実験に用いた装置の概略と実験条件は前報¹⁰⁾と同じであり, 放電気体に高純度窒素ガスを用い, 圧力27 Pa, 平均電流密度0.16 mA/cm²で放電を行った. 今回は電子

温度や電子密度等のプラズマ因子を測定するために, 陽極に平板型のプローブを設けた. プローブと陽極の仕事関数を一致させるために, プローブは陽極と同じAl製とした. 陽極及び診断用プローブの概略をFig. 1に示す. 中心電極は直径5 mmの円板であり円周端における電場の乱れを減少させるために, 外周電極を設けた. 両電極の電位 ψ が常に同一となる様にして実験を行い, 中心電極を流れる電流のみをプローブ電流 i として測定した.

陽極に入射する電子のエネルギー分布を測定するために, 引き出し電極の電位を陽極に対し負とし, 引き出し電極を通過する電子電流の計測を行った. この際電子電流が微弱であるため, 引き出し電極の後方に二次電子増倍管を設けて電子電流を計測した. また二次電子増倍管

Fig. 1 Schematic sketch of anode and diagnostic probe

* 平成2年10月25日 第31回真空に関する連合講演会において講演 (25Bp-9)

** 無機材質研究所 (茨城県つくば市並木1-1)

Fig. 2 Plasma diagnosis (a): i - v characteristic of prob, (b): $\ln(i)$ - v characteristic

にイオンが入射し測定誤差となる事を防ぐために、増倍管の入射口の電位を+100 Vとした。

3. 実験結果

a) プラズマの電子温度

陽極の電位を0 Vとしてプローブ測定により得られた i - v 特性を Fig. 2(a)に示す。既知の様に図の右側部分は主に電子のエネルギー分布に起因する曲線であり、原点の近傍を除いて左側部分の曲線の絶対値より充分大きい。つまり図の右側部分においてイオン電流の影響を無視しても大きな誤差とはなり得ない。そこで最も簡単な無衝突近似⁹⁾によって電子温度を求めるために、Fig. 2(a)の右側部分の $\ln(i)$ - v 特性を算出し、Fig. 2(b)に示した。図の直線部分の傾きから概略の電子温度が17000 Kである事が解った。

b) プローブの経時変化

Fig. 2(a)に示した様な i - v 特性は放電の初期に得られるが、時間の経過と共に電流の絶対値は減少し、電流が0となる電圧値は負方向に移動する。これは測定中にプローブの表面に窒化物膜が堆積し、プローブ表面の電気抵抗が増加するためと考えられる。そこでプローブ表面の窒化物膜をスパッタリングによって除去するために放電気体をアルゴンとし圧力27 Paで約3時間、プローブの電位を-600 Vに保持した。その後 i - v 特性を測定したところ、電流の絶対値や電流が0となる電圧値はかなり回復したが Fig. 2(a)と一致する事はなかった。プローブのスパッタリング時間を変えても得られる i - v 特性はほとんど変わらなかった。スパッタリング後プローブの使用時間と共に電流の絶対値が減少する傾向は同じであった。

c) 陽極に入射する電子の温度

陽極に入射する電子のエネルギー分布を二次電子増倍管を用いて測定した結果を Fig. 3に示す。図の上の曲線は反射電位 E_r に対する透過電子電流であり、下はそ

Fig. 3 Energy distribution of electrons arrived in anode

の微分曲線であり入射電子のエネルギー分布を示している。下の曲線について $\ln(i)$ - v 特性を求めその直線部分の傾きから無衝突近似⁹⁾によって算出した概略の電子温度は110000 Kであった。

4. 考察

平板型のプローブを用いて測定した i - v 特性は経時変化し、主に縦軸方向に縮小する。従って i - v 特性の右側部分から得られる電子に関する $\ln(i)$ - v 特性は下方に移動するのみで、その傾きはほとんど変化しない。つまり i - v 特性が変化しても算出された電子温度はほぼ一定である。しかしながら i - v 特性の絶対値からプラズマの電子密度を求める事はできなかった。反応性気体の放電によって生じたプラズマの各種因子を測定する際に、プローブ表面が変質し特性に経時変化が現れる事は避けがたい。サンプリングプローブ法の様に壁面に設けた小孔から高真空中に流出する粒子の測定によってプラズマ因子を推定し得ればこの欠点を補える。

プラズマ中で発生した粒子が陽極に到達する過程につ

Fig. 4 Schematic diagram of potential in transition region

いて考察する。プラズマと陽極の間には遷移領域が存在するが、この領域内で粒子は衝突しないと仮定する。陽極の電位 E_a はプラズマ電位 E_p に対して正であり、プラズマから引き出される主な粒子は電子であるから、遷移領域では電子による空間電荷制御電流が流れる事になる。この様子を Fig. 4 に示した。図の左側はプラズマ内の粒子のエネルギー分布であり、プラズマ電位 E_p を基準にしている。イオンのエネルギーは上方に行く程大きく、電子のエネルギーは下方に行く程大きい。横軸は粒子数を現し左方程多い。図の中央部分は遷移領域を示しており電子電流による空間電荷のために生ずる極小電位 E_s を有するポテンシャル曲線を現している。右側部分は陽極に到達した粒子のエネルギー分布を示しており、イオンのエネルギーは上方に行く程、電子のエネルギーは下方に行く程大きい。横軸は粒子数を現し、右方程多い。

Fig. 4 によれば次の結論が導きだされる。陽極の電位を 0 V とした場合、陽極に到達した電子のエネルギー分布は 0 V から $E_a - E_s$ V の間にも存在しない事になる。さらにプラズマの電子温度と陽極に入射する電子の

温度は一致しなければならない。この結論は Fig. 3 と矛盾するばかりでなく、プラズマの電子温度と入射電子の温度の大きな差を説明できない。つまり遷移領域内における無衝突と言う仮定は本実験の放電圧力においては成り立たず、プラズマから引き出されて陽極に達する粒子よりも遷移領域で発生する粒子の方が支配的である事を示している。

5. ま と め

活性気体の放電によって生じたプラズマの因子を測定するために探針法を用いるとプローブの表面が時間と共に変質し、 $i-v$ 特性が経時変化するためイオン及び電子の密度測定はできないが、電子温度は算出し得る事が解った。本実験の放電圧力ではプラズマから引き出されて陽極に到達する粒子は僅かであり、サンプリングプローブ法を用いてプラズマ因子の測定をする事は困難である事が予測される。サンプリングプローブ法によって検出し得た粒子¹⁰⁾は遷移領域で発生した粒子である事が判明した。

【文 献】

- 1) J. W. Coburn: Rev. Sci. Instruments, 41 (1970) 1219
- 2) K. Hiraoka and H. Kamada: Japan. J. Appl. Phys., 10 (1971) 339
- 3) J. W. Coburn and E. Kay: Appl. Phys. Letters, 18 (1971) 435
- 4) D. J. Ball: J. Appl. Phys., 43 (1972) 3047
- 5) J. W. Coburn and E. Kay: J. appl. Phys., 43 (1972) 4965
- 6) J. W. Coburn, E. Taglauer and E. Kay: J. Appl. Phys., 45 (1974) 1779
- 7) J. Chang, S. Matsumura and S. Chen: J. Phys. E, 10 (1977) 1225
- 8) 篠木藤敏, 電総研研究報告, 806 (1980).
- 9) 堤井信力: プラズマ基礎工学, (内田老鶴圃, 東京 1989).
- 10) 畑野東一, 真空, 33 (1990) 188.