#### РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ



# <sup>(19)</sup> RU<sup>(11)</sup> 2 587 468<sup>(13)</sup> C2

(51) МПК *H05H 1/00* (2006.01)

RU 2587468 C2

#### ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

# (12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

- (21)(22) Заявка: 2013127415/07, 17.06.2013
- (24) Дата начала отсчета срока действия патента: 17.06.2013

Приоритет(ы): (22) Дата подачи заявки: **17.06.2013** 

- (43) Дата публикации заявки: 27.12.2014 Бюл. № 36
- (45) Опубликовано: 20.06.2016 Бюл. № 17
- (56) Список документов, цитированных в отчете о поиске: Spatially resolved optical emission spectroscopy investigation of E and H modes in cylindrical inductively coupled plasmas", Journal of Physics D: Applied Physics, vol. 40 (2007), c.5112-5116. US 8214173B2, 03.07.2012. US 8144328B2 27.03.2012. US 5654796A, 05.08.1997. SU 987864A1, 07.01.1983.

Адрес для переписки:

СПЕКТРОСКОПИИ

119991, Москва, ГСП-1, Ленинские горы, 1, Московский государственный университет имени М.В. Ломоносова, Центр трансфера технологий, Дьяченко О.Г.

# (72) Автор(ы):

Волошин Дмитрий Григорьевич (RU), Зырянов Сергей Михайлович (RU), Ковалев Александр Сергеевич (RU), Лопаев Дмитрий Викторович (RU), Манкелевич Юрий Александрович (RU), Поройков Александр Юрьевич (RU), Прошина Ольга Вячеславовна (RU), Рахимов Александр Турсунович (RU), Ястребов Александр Александрович (RU)

(73) Патентообладатель(и):
 Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего профессионального образования
 "Московский государственный университет имени М.В. Ломоносова" (МГУ) (RU)

(54) СПОСОБ ИЗМЕРЕНИЯ ПЛОТНОСТИ ЭЛЕКТРОНОВ В ПЛАЗМЕ МЕТОДОМ ОПТИЧЕСКОЙ

## (57) Реферат:

2

C

ω

ഗ

4

ω

S

N

Ľ

Изобретение относится к области измерений оптическими методами электрофизических параметров плазмы, в том числе плотности электронов и напряженности электрического поля распределений Способ измерения И ИХ пространственного распределения электронной плазмы включает плотности измерение интенсивности излучения плазмы из различных координате областей межэлектродного по промежутка на длине волны, соответствующей спектральной атомарной линии или молекулярной

полосе, которую выбирают таким образом, чтобы интенсивность излучения такой линии или полосы преимущественно определялась возбуждением излучающего состояния прямым электронным ударом или быстрыми по сравнению с периодом ВЧ-поля каскадными процессами, с последующим определением пространственного распределения электронной плотности плазмы методом численного моделирования плазмы. 1 з.п. ф-лы, 5 ил.



468 C

2

587

2

R U

#### **RUSSIAN FEDERATION**



# <sup>(19)</sup> **RU**<sup>(11)</sup> **2 587 468**<sup>(13)</sup> **C2**

(51) Int. Cl. *H05H 1/00* (2006.01)

FEDERAL SERVICE FOR INTELLECTUAL PROPERTY

### (12) ABSTRACT OF INVENTION

<ul> <li>(21)(22) Application: 2013127415/07, 17.06.2013</li> <li>(24) Effective date for property rights: 17.06.2013</li> <li>Priority:</li> <li>(22) Date of filing: 17.06.2013</li> <li>(43) Application published: 27.12.2014 Bull. № 36</li> <li>(45) Date of publication: 20.06.2016 Bull. № 17</li> <li>Mail address: 119991, Moskva, GSP-1, Leninskie gory, 1, Moskovskij gosudarstvennyj universitet imeni M.V. Lomonosova, TSentr transfera tekhnologij, Djachenko O.G.</li> </ul>	<ul> <li>(72) Inventor(s):</li> <li>Voloshin Dmitrij Grigorevich (RU),</li> <li>Zyryanov Sergej Mikhajlovich (RU),</li> <li>Kovalev Aleksandr Sergeevich (RU),</li> <li>Lopaev Dmitrij Viktorovich (RU),</li> <li>Mankelevich YUrij Aleksandrovich (RU),</li> <li>Porojkov Aleksandr YUrevich (RU),</li> <li>Proshina Olga Vyacheslavovna (RU),</li> <li>Rakhimov Aleksandr Tursunovich (RU),</li> <li>YAstrebov Aleksandr Aleksandrovich (RU)</li> <li>(73) Proprietor(s):</li> <li>Federalnoe gosudarstvennoe byudzhetnoe</li> <li>obrazovatelnoe uchrezhdenie vysshego</li> <li>professionalnogo obrazovaniya "Moskovskij</li> </ul>
	gosudarstvennyj universitet imeni M.V. Lomonosova" (MGU) (RU)

#### (54) METHOD OF MEASURING DENSITY OF ELECTRONS IN PLASMA BY OPTICAL SPECTROSCOPY

(57) Abstract:

2

C

ω

ഗ

4

~

ω

S

2

ר כ FIELD: measuring equipment.

SUBSTANCE: invention relates to measurements by optical methods of electrophysical parameters of plasma, including electron density and electric field intensity and their distribution. Method of measuring spatial distribution of electron density of plasma includes measurement of intensity of plasma radiation from different coordinate areas of spark gap at wavelength, corresponding to spectral line of atomic or molecular band, which is selected so that radiation intensity of said line or band is mainly determined by excitation of radiating state by direct electron impact or fast compared with a period of high-frequency field cascade processes, with subsequent determination of spatial distribution of electron density of plasma by numerical simulation of plasma. EFFECT: measurement by optical methods of electrophysical parameters of plasma.

1 cl, 5 dwg



N

フ

### Область техники

Изобретение относится к области измерений оптическими методами электрофизических параметров плазмы, в том числе плотности электронов и напряженности электрического поля и их распределений.

5 Предшествующий уровень техники

Отличительной особенностью измерения электрофизических параметров плазмы и в том числе плотности электронов является то, что эти параметры измеряются не напрямую, а вычисляются по достаточно сложному алгоритму, исходя из физической модели плазмы и ее взаимодействия с детектором. Поэтому в общем случае способ их

- измерения включает регистрацию сигнала датчика, его оцифровку и обработку с целью расчета величины требуемого параметра. По типу датчика можно выделить два их типа: зонд, который размещается в непосредственном контакте с плазмой, или детектор электромагнитного излучения, регистрирующий радиочастотное или оптическое излучение плазмы и располагаемый вне области плазмы. В первом случае решение
- 15 задачи определения параметров плазмы усложняется тем, что зонд может вносить искажения в плазму, а во втором требуется решение сложной обратной задачи и не всегда возможно обеспечить достаточную точность измерений. Несмотря на то, что теории зондовых и оптических измерений достаточно хорошо развиты, создание и применение новых способов измерения электронной плотности плазмы активно
- 20 продолжается, поскольку плазменные процессы играют ключевую роль во многих современных промышленных технологиях и поэтому новые варианты конструкций зондов различного типа и способов измерения с их помощью являются предметом интенсивных разработок.

Известен, например, способ измерения плотности электронов по измеряемым 25 сигналам радиочастотного диапазона, описанный в патенте США N5471115 "Method and apparatus for measuring electron density of plasma", опубл. 28.11.1995 г., согласно которому в реакторе возбуждаются плазменные колебания в ВЧ-разряде 13,56 МГц с наложением вспомогательного ВЧ-, СВЧ-потенциала или переменного магнитного поля и снимается сигнал с размещаемой в объеме плазмы антенны и определяется

- <sup>30</sup> частота плазменных колебаний, по которой рассчитывается значение электронной плотности. В патенте США N6744211 "Plasma density information measuring method, probe used for measuring plasma density information, and plasma density information measuring apparatus", опубл. 01.06.2004 г., предложен зонд, являющийся антенной для ввода в область существования плазмы СВЧ-сигнала перестраиваемой частоты. Антенна
- 35 изолирована от плазмы диэлектрическим корпусом. Определяется частота СВЧ-сигнала, при которой резко падает интенсивность отраженной волны (полное поглощение падающей волны), что происходит при достижении плазменной частоты, определяемой плотностью электронов в плазме. Усовершенствованный вариант этой системы описан в патенте США N7061184 "Plasma electron density measuring and monitoring device", опубл.
- 40 13.06.2006 г., по которому СВЧ-зонд, состоящий из размещенных параллельно в одной защищающей от воздействия плазмы диэлектрической трубке передающей и принимающих антенн, позволяет одновременно излучать и принимать зондирующий СВЧ-сигнал. Последующий анализ выявляет частоту, при которой принимаемый СВЧсигнал имеет минимальную амплитуду и вычислять электронную плотность в плазме.
- 45 Зонд может перемещаться для измерения параметров неоднородной плазмы. Более сложный вариант алгоритма вычисления электронной плотности плазмы из данных зондовых измерений, который, благодаря использованию компьютерных методов обработки сигнала, позволяет проводить измерения с повышенной точностью, описан

в патенте США N7339656 "Method and apparatus for measuring electron density of plasma and plasma processing apparatus", опубл. 04.03.2008 г. В нем описан способ определения электронной плотности по данным приемо-передающего СВЧ-зонда, когда по сигналу принимающей антенны формируется частотная зависимость комплексного

- 5 коэффициента отражения СВЧ-волны от плазмы и резонансная частота определяется как частота, при которой мнимая часть комплексного коэффициента отражения переходит через ноль. Вариант этого способа, по которому для определения пространственных распределений электронной плотности осуществляется перемещение зонда, описан в патенте США N7462293 "Method and apparatus for measuring electron
- density of plasma and plasma processing apparatus", опубл. 09.12.2008 г.
   Еще одним характерным примером использования современных компьютерных технологий проектирования зонда является описанный в патенте США N7878045
   "Apparatus and use of the apparatus for the determination of the density of a plasma", опубл. 09.02.2011 г., ленгмюровский зонд для измерений электронной плотности по резонансной
- 15 частоте плазмы, в котором измерительная головка выполнена в форме трехосного эллипсоида и содержит оболочку и сердцевину, на поверхности которой сформированы электроды для подачи на них напряжения противоположной полярности. Варьированием отношением диметров оболочки и сердцевины и геометрическим параметрами изолирующих электроды областей можно добиться обнуления всех компонентов
   20 отклика, кроме дипольного, исключая тем самым искажения при его измерении.
- Но известен и планарный датчик ионного потока с емкостной связью, описанный в патенте США N7822463 "Method and apparatus to detect fault conditions of plasma processing reactor", опубл. 09.11.2010 г., на который подаются импульсное ВЧ-напряжение и который позволяет измерять величину насыщения ионного тока и рассчитывать затем другие
- 25 параметры плазмы. Отслеживание резких отклонений в величине параметра плазмы позволяет выявить появление нарушения рабочего режима.

Другой подход к измерению электронной плотности основан на том, что наличие свободных электронов в среде изменяет эффективное значение диэлектрической постоянной среды и, соответственно, параметры резонансного контура зонда.

- 30 Плотность электронов в CBЧ-плазме по способу, описанному в патенте CША N6541982 "Plasma density measuring method and apparatus, and plasma processing system using the same", опубл. 01.04.2003 г., вычисляется по измеряемым и полученных численным моделированием распределениям интенсивности поверхностных волн, возбуждаемых в диэлектрической (кварцевой) пластине, находящейся в контакте с плазмой. Способ
- 35 основан на эффекте зависимости скорости распространения поверхностной волны и, соответственно, ее длины волны от концентрации электронов над диэлектрической пластиной. В другом варианте может определяться разница между резонансными частотами коэффициента отражения СВЧ-мощности с плазмой и без плазмы и по ее изменению рассчитываться локальная электронная плотность в разряде. Этот способ
- 40 описан, например, в патенте США N7582182 "Method and apparatus for measuring electron density of plasma and plasma processing apparatus", опубл. 01.09.2009 г. В патенте США N 8040138 "Planar type frequency shift probe for measuring plasma electron densities and method and apparatus for measuring plasma electron densities", опубл. 18.10.2011 г., описан зонд в форме пластинки с вырезом, формирующим лепесток дипольной антенны длиной,
- 45 близкой к ожидаемой величине λ/4 резонансных плазменных колебаний. Изменение после включения плазмы резонансной частоты такой дипольной антенны, предварительно измеренной в вакууме, позволяет вычислить плазменную частоту и, соответственно, электронную плотность в плазме. Аналогичный подход реализован и

в патенте США N8190366 "LC resonance probe for determining local plasma density", опубл. 29.05.2012 г., по которому измерение собственной резонансной частоты в вакууме и в присутствии плазмы, но резонансный контур состоит из индуктивности и конденсатора, в область между обкладками которого может свободно проникать плазма. Конденсатор

- 5 может быть или в виде двух плоскопараллельных пластинок на конце зонда, присоединенных к электродам кабеля разной полярности, или быть образован центральной жилой и сетчатым (чтобы плазма могла свободно проникать внутрь конденсатора) коаксиальным электродом оплетки.
- Однако использование ленгмюровских зондов неизбежно вносит искажения в однородность плазмы, что негативно влияет и на однородности процессов на поверхности. Такие зонды невозможно использовать в течение длительного периода времени в качестве инструмента для мониторинга технологического режима, поскольку поверхность зонда будет постепенно изменяться под воздействием химически активных частиц плазмы, а его показания искажаться. Более того, даже незначительное распыление
- 15 поверхности зонда, которое неизбежно происходит под действием бомбардировки ионами плазмы и плазмохимических реакций на его поверхности, даже если он изготовлен из тугоплавкого металла, например вольфрама, приводят из-за к технологически недопустимым уровням загрязнения обрабатываемой поверхности и, как следствие этого, к ухудшению рабочих характеристик формируемых
- 20 полупроводниковых структур. Избежать контакта измерительной поверхности позволяет использование защитных покрытий. Так, например, в патенте США N6894474 "Non-intrusive plasma probe", опубл. 17.05.2005 г., также описывается проволочный зонд, покрытый изолирующим неорганическим или полимерным защитным слоем, исключающим воздействие плазмы на зонд и минимизирующем его воздействие на
- 25 плазму. Тем не менее, при проведении таким зондом измерений в среде плазмохимического осаждения функциональных слоев, особенно диэлектрических, изза образования плохо проводящей или изолирующей пленки на поверхности зонда наблюдается сильное искажение измеряемых токов. Кроме того, в современных технологиях, как правило, применяются высокочастотная плазма различной частоты
- 30 или плазма в магнитном поле, что дополнительно усложняет интерпретацию измеряемых зондом величин токов и смещений. Это обстоятельство требует дополнительного усложнения конструкции зонда, например, как это описано в патенте США N7015703 "Radio frequency Langmuir probe", опубл. 21.03.2006 г., согласно которому внутри ножки ленгмюровского зонда для измерения характеристик плазмы ВЧ-разряда располагаются
- 35 индуктивности, а снаружи внешние электроды, формирующие емкости так, чтобы сформировать делитель напряжения и частотный фильтр, что позволяет проводить измерения в разрядах различной частоты и в 2-частотных ВЧ-разрядах (например, 2 МГц и 27 МГц).

Проблемы, связанные с взаимодействием между измерительным зондом и плазмой, 40 могут быть исключены при удалении измерительного датчика от области существования плазмы. Оптимальным вариантом является встройка такого датчика в стенку плазменного реактора. Такой подход описан, в частности, в патентах США N5705931 "Method for determining absolute plasma parameters", опубл. 06.01.1998 г., и N5861752 "Method and apparatus for determining absolute plasma parameters", опубл. 19.01.1999 г., согласно

45 которым измерительный электрод размещается как изолированный элемент малой площади в заземленной стенке плазменного сильно несимметричного ВЧ-реактора, что позволяет избежать внесения в объем плазмы каких-либо чужеродных элементов, измеряется внутрипериодный профиль тока, протекающего через этот измерительный электрод, и определяется спектр его гармоник. Численным решением дифференциального уравнения, описывающего нелинейное движение зарядов в приэлектродном слое, находятся абсолютные значения параметров плазмы, в том числе электронной плотности. Этот же принцип заложен в конструкции и способе измерения,

- <sup>5</sup> описанных в патенте США N7994794 "Methods for measuring a set of electrical characteristics in a plasma", опубл. 09.08.2011 г., по которому дисковый зонд для измерения ионного потока из плазмы на находящуюся в контакте с ним поверхность камеры плазмохимического реактора размещается непосредственно в этой стенке вровень с ее поверхностью, что исключает внесение локальных искажений в ее характеристики.
- *10* Измеряются напряжение, фаза и ток, которые затем могут быть использованы для определения характеристик плазмы.

Особый интерес представляют способы измерения характеристик плазмы, основанные на бесконтактных измерениях, например различные варианты СВЧ-зондирования плазмы. Существуют три подхода к использованию СВЧ-методов определения

- 15 электронной плотности в плазме, которые основываются, соответственно, на получении и измерении параметров получаемых интерференционных распределений зондирующего СВЧ-излучения, как описано, например, в патенте США N6861844 "Electron density measurement and plasma process control system using changes in the resonant frequency of an open resonator containing the plasma", опубл. 01.03.2005 г., в котором используется
- 20 перестраиваемый СВЧ-генератор, который, плавно меняя частоту, находит частоты всех резонансных мод в резонаторе до и после включения плазмы, после чего рассчитывается порядок интерференционных максимумов, сдвиги частот всех резонансных мод и по ним находится электронная плотность плазмы в резонаторе; измерения коэффициентов отражения и поглощения зондирующего СВЧ-излучения в
- 25 плазме, как это описано, например, в патенте США N7404991 "Device and control method for microwave plasma processing", опубл. 29.07.2008 г., согласно которому по измеренным мощности отраженной волны и отклонения частоты СВЧ-генератора активируется система автоматической подстройки вкладываемой в возбуждаемый в плазменном реакторе СВЧ-разряд мощности; или измерении изменения резонансных частот
- <sup>30</sup> резонатора при возбуждении в нем электроразрядной плазмы, как описано в патенте США N6573731 "Electron density measurement and control system using plasma-induced changes in the frequency of a microwave oscillator", опубл. 03.06.2003 г., согласно которому область плазмы располагается на пути CBЧ-пучка, возбуждеемого в генераторе с самовозбуждением. Соответственно, частота возбуждения такого CBЧ-генератора
- 35 варьируется в зависимости от плотности плазмы, а сравнение ее с частотой опорного СВЧ-генератора и измерение частоты разностного сигнала позволяет вычислить электронную плотность в плазме вдоль направления возбуждаемого СВЧ-пучка. Особенности устройства стабилизированного СВЧ-генератора, используемого для формирования разностной частоты с СВЧ-колебаниями, возбуждаемыми в содержащем
- 40 область возбуждения плазмы открытом резонаторе, а затем и для выработки сигнала на изменение мощности возбуждающего плазму генератора детализируется в патенте США N6646386 "Stabilized oscillator circuit for plasma density measurement", опубл. 11.11.2003 г. При этом возможен вариант реализации системы возбуждения СВЧ-генератора с открытым резонатором с настройкой на другую моду после ухода начальной моды из
- 45 условий резонанса при включении плазмы, как это описано в патенте США N6741944 "Electron density measurement and plasma process control system using a microwave oscillator locked to an open resonator containing the plasma", опубл. 25.95.2004 г. Поскольку длина волны СВЧ-излучения, как правило, значительно короче характерных размеров

плазмохимического реактора, особый интерес представляет возможность проведения измерений с пространственным разрешением. Так, в патенте США N6713969 "Method and apparatus for determination and control of plasma state", опубл. 30.03.2004 г., описывается открытый резонатор, содержащий область возбуждения плазмы и используемый для

- <sup>5</sup> измерения расстройки его резонансной частоты, который выполняется подвижным или же устанавливается множество таких резонаторов с направлением оси резонатора параллельно поверхности обрабатываемой в плазме пластины. А в патенте США "Method and apparatus for electron density measurement" N7544269, опубл. 09.06.2009 г., предлагается вариант, когда каждый СВЧ-резонатор образован зеркалом и
- обрабатываемой подложкой так, что его ось перпендикулярна обрабатываемой поверхности. Измеряются частотные зависимости коэффициента прохождения СВЧсигнала в образованных многомодовых резонаторах в вакууме и в плазме. По изменению резонансной частоты вычисляется плотность электронов в разных точках вдоль обрабатываемой пластины. Полученные данные измерений позволяют
- 15 восстановить пространственное распределение плотности электронов в объеме реактора и, например, подстраивать вкладываемую в поддержание электрического разряда ВЧмощность или подачу газов в реактор, чтобы заданные параметры технологического процесса оставались неизменными.
- Интересный вариант способа определения характеристик плазмы по изменениям 20 параметров зондирующего сигнала предложен в патенте США N8214173 "Plasma system and measurement method", опубл. 14.08.2012 г., по которому возмущающим сигналом различной формы модулируется напряжение питания плазменного реактора постоянного тока и измеряются изменения импеданса, фазы токов и определяется не только наступление сбоя в режиме работы, но и его тип (пробой изоляции, износ 25 электрода и т.п.).

Однако важно отметить, что все описанные выше СВЧ-методы хоть и являются бесконтактными, но тем не менее предполагают по своей сути определенную, хоть и сравнительно невысокую степень воздействия на плазму. Поэтому идеальным был бы вариант измерений, полностью исключающий воздействие на плазму зондирующего

- 30 сигнала. Наиболее близким к этому могли бы быть методы, основанные на анализе спектров эмиссионного излучения плазмы. На практике используются либо упрощенные методы оптической диагностики, либо они комбинируются с традиционными электрофизическими методами измерений. Возможные варианты такого подхода и сравнение применимости различных способов диагностики плазмы описаны, например,
- *з*<sup>5</sup> в статье "An overview of diagnostic methods of low-pressure capacitively coupled plasmas", Thin Solid Films, vol.521 (2012), p.141-145.

Очень часто методы эмиссионной спектроскопии используются просто для мониторинга нормального хода процесса, как, например, описанная в группе патентов США с общим названием "Method and apparatus for monitoring plasma processing operations"

- 40 (N6134005, опубл. 17.10.2000 г., N6221679, опубл. 24.04.2001 г., N6419801, опубл. 16.07.2002 г., N6805810, опубл. 19.10.2004 г.) система регистрации и автоматического анализа оптических эмиссионных спектров плазмы в процессе обработки кремниевых пластин. Способ основывается на сравнении наблюдаемого спектра с контрольным и позволяет по заданному алгоритму определять моменты окончания процесса,
- 45 нерегулярность процесса, появление загрязнений камеры реактора и т.п. При этом также учитываются искажения, привносимые при прохождении излучения через окно в камере, в том числе загрязненное. Для более точного определения состояния плазмы в реакторе в патенте США N 7695987 "Method for automatic determination of semiconductor

plasma chamber matching and source of fault by comprehensive plasma monitoring", опубл. 13.04.2010 г., предлагается решение, когда контролируется по совокупности оптических спектральных и ВЧ-характеристик и методом многовариантного анализа сравнивается с ранее накопленными результатами измерений в контрольном реакторе для

<sup>5</sup> обнаружения существенных отклонений в режиме работы реактора. В этом же ряду находится и система мониторинга излучения по разным линиям или другим параметрам плазмы с тем, чтобы на основании измерений оперативно подстраивать согласующее устройство для поддержания уровня вкладываемой в разряд мощности, описанная в патенте США N 8144329 "Low power RF tuning using optical and non-reflected power methods", опубл. 27.03.2012 г.

Характерными примерами подхода совмещения оптических и электрофизических измерений являются методы спектрометрии, в которых для регистрации локального оптического излучения используются зондовые конструкции. Например, согласно патенту США N6034781 "Electro-optical plasma probe", опубл. 07.03.2000 г., внутри ножки

- 15 ленгмюровского проволочного зонда дополнительно располагается оптическое волокно для сбора излучения плазмы. Наконечник проволочного зонда на выходе из несущей ножки имеет U-образную форму так, чтобы его конец перекрывал оптическую ось оптоволокна, что позволяет собирать излучение только из области непосредственно примыкающей к ленгмюровскому зонду. А по патенту США "Particle density measuring
- 20 probe and particle density measuring equipment" N7782463, опубл. 24.08.2010 г., оптический зонд на конце которого навешивается держатель с отражателем на некотором расстоянии от торца волоконного световода так, что свет из световода проходит заданное расстояние через плазму и отражается обратно. По спектру поглощения определяется концентрация атомов или молекул в плазме. Система на основе волоконно-
- 25 оптических датчиков, используемых для построения пространственного распределения интенсивности излучения плазмы для разных участков спектра, описана также в патенте США N7532322 "Method and apparatus for measuring electron density of plasma and plasma processing apparatus", опубл. 12.05.2009 г.

Но несмотря на то, что в оптических зондах не используются электрические сигналы

- 30 и поэтому они не вносят непосредственных искажений в распределения и движение заряженных частиц плазмы, тем не менее сам факт помещения в плазму инородного тела нежелателен. Поэтому наибольший интерес представляют системы оптической диагностики, в которых информация о пространственных распределениях интенсивности свечения плазмы регистрируется при помощи датчиков, располагаемых вне области
- 35 плазмы или вообще вне реактора. Сложность реализации такого подхода заключается в том, что для извлечения информации о величине электронной плотности из оптических спектров необходимо использование сложных алгоритмов и компьютерных программ, в которых реализуется численное моделирование процессов в плазме.
- Известен, например, способ измерения электронной температуры плазмы, описанный в патенте США N8214173 "Plasma electron temperature measuring method and device", опубл. 03.07.2012 г. Согласно этому способу по измерениям изменения поглощения настроенных на линии поглощения метастабильных состояний гелия в плазме определяется плотность этих метастабильных состояний, а по добавленной интенсивности излучательных переходов с лазерно-возбужденных верхних состояний рассчитывается электронная
- 45 температура плазмы. Однако существенным недостатком этого способа является то, что он по своей сути работоспособен только в плазме, в котором присутствует и эффективно возбуждается гелий. Но такие газовые смеси имеют очень ограниченное применение.

Известен также способ определения величины электрического поля в азотной плазме на основе измерения отношения интенсивностей полос спектральных переходов  $C^{3}\Pi_{u}$ ,  $v=0\rightarrow B^{3}\Pi_{g}$ , v=0 и  $C^{3}\Pi_{u}$ ,  $v=2\rightarrow B^{3}\Pi_{g}$ , v=5 второй положительной системы  $N_{2}$  с <sup>5</sup> максимумами 337,1 нм и 394,3 нм соответственно и полосы спектрального перехода  $B^{2}\sum_{g} + v=0 \rightarrow X^{2}\sum_{g} + v=0$  первой отрицательной системы  $N_{2}^{+}$  с максимумом 391,4 нм, описанный в статье "Intensity ratio of spectral bands of nitrogen as a measure of electric field strength in plasmas", Journal of Physics D: Applied Physics, vol. 38 (2005), p.3894-3899. Hедостатком этого способа является использование для диагностики сравнительно

слабой линии электронно-возбужденного молекулярного иона  $N_2^+$ , концентрация которого значительно меньше концентраций электронно-возбужденных состояний нейтральных молекул  $N_2$ .

- Известен способ измерения электронной плотности в плазме методом оптической спектроскопии, по которому измеряют интенсивности спектральных линий и полос, соответствующих оптическим переходам с различными верхним и нижним состоянием частиц плазмы в различных спектральных диапазонах, производят обработку этих интенсивностей при помощи численного моделирования плазмы при помощи системы
- 20 кинетических уравнений, описывающих процессы возбуждения и релаксации таких состояний частиц плазмы, определяют электронную, колебательную и газовую температуры плазмы и по соотношению интенсивностей двух линий рассчитывают плотность электронов в плазме. Наиболее детально этот способ разработан для диагностики азотной плазмы. Случай азотной плазмы низкого давления описан в статье
- "A novel method to determine electron density by optical emission", Physics of Plasmas, vol.13, 123501 (2006). Случай азотной плазмы высокого давления описан в статье "Electron density and temperature measurement method by using emission spectroscopy in atmospheric pressure nonequilibrium nitrogen plasmas", Physics of Plasmas, vol.13, 093501 (2006). При этом для определения электронной температуры использовано отношение суммарных
- <sup>30</sup> интенсивностей первой ( $B^3\Pi_g \rightarrow A^3\sum_u^+$ ) и второй ( $C^3\Pi_u \rightarrow B^3\Pi_g$ ) положительной систем азота, как это описано, например, в статье "Determining the electron temperature in inductively coupled nitrogen plasmas by optical emission spectroscopy with molecular kinetic effects", Physics of Plasmas, vol.12, 103501 (2005), а колебательная и газовая температуры определялись методом сравнения экспериментально наблюдаемых и смоделированных

спектров.

Варианты применения способа измерения электронной плотности в плазме методом оптической спектроскопии по соотношению интенсивностей двух линий эмиссионного спектра аргона описаны для случая плазмы низкого давления в статье "Using OES to determine electron temperature and density in low-pressure nitrogen and argon plasmas", Plasma

- determine electron temperature and density in low-pressure nitrogen and argon plasmas, Plasma
   Sources Science and Technology, vol.17, 024002 (2008), а для случая плазмы высокого давления в статье "Measurement of the electron density in atmospheric-pressure low-temperature argon discharges by line-ratio method of optical emission spectroscopy", Journal of Physics D: Applied Physics, vol.42, 142003 (2009).
- 45 Ключевым элементом этого способа, определяющим условия его применимости, является используемая численная модель плазмы. Различные режимы плазмы и применяемые для осуществления этого способа модели и варианты его экспериментальных реализаций подробно рассмотрены в статье "Optical emission spectroscopy in low-temperature plasmas containing argon and nitrogen: determination of the

electron temperature and density by the line-ratio method", Journal of Physics D: Applied Physics, vol.43, 403001 (2010).

Существенным недостатком этого способа является ограниченность его применения только условиями стационарной плазмы, которая существует вне формирующегося

- 5 вблизи обрабатываемой плазмой поверхности приэлектродного слоя. Так, измерения, описанные в статье "Determination of the electron temperature and density in the negative glow of a nitrogen pulsed discharge using optical emission spectroscopy", Journal of Physics D: Applied Physics, vol.43, 015202 (2010), показали, что применение этого способа для точек, удаленных от электрода на 6 мм и 18 мм при межэлектродном промежутке 67 мм,
- *п*риводит к существенным ошибкам в определении электрофизических параметров плазмы.

Однако измерение значений параметров плазмы именно вблизи электрода, на котором располагается обрабатываемая подложка, является важнейшим фактором, определяющим совершенствование технологий плазмохимических технологий

- 15 современной микроэлектроники. При этом, как описано, например, в статьях "Phase resolved optical emission spectroscopy: a non-intrusive diagnostic to study electron dynamics in capacitive radio frequency discharges", Journal of Physics D: Applied Physics, vol.43, 124016 (2010) и "Measurement of electron temperatures and electron energy distribution functions in dual frequency capacitively coupled CF4/02 plasmas using trace rare gases optical emission
- 20 spectroscopy", J. Vac. Sci. Technol. A, vol.27, 2009, p.1159-1165, использование для возбуждения плазмы многочастных емкостных разрядов и сложнокомпонентных газовых смесей приводит к сильному усложнению связи между оптическими спектрами и динамикой электронов плазмы и требует использования дополнительных экспериментально измеряемых параметров, а именно измерения пространственных
- 25 распределений интенсивности линий оптического эмиссионного спектра и учет этих распределений при проведении численного моделирования приэлектродных областях плазмы.

Известны различные способы измерения пространственных распределений интенсивности линий оптического эмиссионного спектра. Оптическая система сбора

30 излучения с пространственным разрешением на основе узкоколимированной линзовой системы описана в патенте США N5654796 "Apparatus and method for mapping plasma characteristics", опубл. 05.08.1997 г. Излучение плазмы выводится через небольшое отверстие малого диаметра в стенке реактора и поворотным зеркалом направляется на систему оптического приемника. Поворот зеркала позволяет изменять направления

35 наблюдения и вычислить трехмерное распределение интенсивности отдельных линий. Распределение интенсивности излучения вдоль луча зрения при угловом сканировании вычисляется, используя соответственно модифицированное преобразование Абеля.

Другой вариант оптической системы, которая включает множественные точки контроля эмиссионного спектра плазмы вдоль реактора, описан в патенте США

40 N6677604 "Optical system and method for plasma optical emission analysis", опубл. 30.04.2004 г. Представляет интерес и способ по патенту США N8144328 "Methods and apparatus for normalizing optical emission spectra", опубл. 27.03.2012 г., в котором предлагается использовать калиброванный источник света, излучение которого регистрируется в одном цикле измерений с исследуемыми оптическими эмиссионными спектрами плазмы

45 и используется для относительной нормировки интенсивности излучения плазмы. Это позволяет численно измерять изменения интенсивности при изменении режима или условий в плазме. Для целей настоящего изобретения могут быть использованы любые системы оптических систем, позволяющих провести измерения профилей интенсивности выбранных для диагностирования электрофизических параметров плазмы линий или полос оптического излучения в требуемом спектральном диапазоне.

Способ измерения пространственного распределения электронной плотности плазмы, включающий измерение интенсивностей спектральных атомарных линий или

- <sup>5</sup> молекулярных полос с различной длиной волны, излучаемых из различных по координате областей плазмы, вычисление распределения по такой координате отношения интенсивностей одной или более пар выбранных линий, проведение численного моделирования плазмы и вычисление распределение плотности электронов в плазме по отношению интенсивностей упомянутой пары линий описан в статье
- "Spatially resolved optical emission spectroscopy investigation of E and H modes in cylindrical inductively coupled plasmas", Journal of Physics D: Applied Physics, vol.40 (2007), p.5112-5116. В указанной статье по этому способу измерялось пространственное, с шагом 2 мм, распределение интенсивностей различных спектральных линий и полос в спектральном диапазоне от 330 до 850 нм вдоль оси индуктивно связанного ВЧ-разряда в смеси Ar/N<sub>2</sub>
- <sup>15</sup> с частотой возбуждения 13,56 МГц на длине 36 мм и при различных уровнях вкладываемой мощности.

Этот способ измерения распределений электронной плотности в плазме приняты в качестве прототипа, однако реализованный в нем подход, при котором в каждой пространственной точке производится полномасштабное моделирование, что требует

<sup>20</sup> либо применения упрощенных численных моделей, что может приводить к недостаточной точности измерений, либо использование избыточных вычислительных и временных ресурсов.

Целью предлагаемого изобретения является достижение необходимой точности и достоверности измерения распределений электронной плотности в приэлектродной

- <sup>25</sup> области ВЧ-разрядов, определяющих состав и основные параметры взаимодействующих с обрабатываемой подложкой частиц и при этом лишенных упомянутых выше недостатков. Указанный технический результат достигается за счет использования при проведении численного моделирования невычисленного распределения отношения интенсивностей пары выбранных линий, а уникальных пространственных профилей <sup>30</sup> интенсивности таких линий.
  - <sup>0</sup> интенсивности таких линий.

Раскрытие изобретения

Указанный технический результат достигается следующим образом: плазмохимический реактор оборудуется необходимыми средствами (оптической системой) для измерения профилей интенсивности эмиссионного излучения плазмы в

- <sup>35</sup> выбранных спектральных диапазонах. Например, если предполагается использовать для диагностики излучение линий в ультрафиолетовом диапазоне, то используемые оптические элементы и детекторы должны обеспечивать прохождение и регистрацию излучения в этом диапазоне. В частности, должен быть правильно подобран материал, из которого изготавливаются такие элементы. Или если в процессе эксплуатации
- <sup>40</sup> плазмохимического реактора происходит деградация оптических свойств таких элементов, то можно предусматривать меры по очистке их рабочих поверхностей или дополнительной калибровки, поскольку скорость деградации свойств элементов оптической системы для разных длин волн может происходить неравномерно и с разной скоростью. Важным условием для достижения технического результата является
- <sup>45</sup> обеспечение пространственной селективности сбора излучения оптической системой, исключающей засветку детектора излучением отличных от наблюдаемой областей плазмы или отражений от электродов или стенок камеры реактора. Также диагностическая система может включать и средства измерения электрофизических

параметров плазмы, в том числе электронной плотности, и другими способами. Например, измерителями напряжений и протекающих через плазму электрических токов. Кроме того, в удаленных от обрабатываемой подложки областях, в которых реализуется стационарная плотность плазмы, могут быть расположены зонды любой

- <sup>5</sup> упомянутой выше или иной конструкции, средства СВЧ-диагностики электронной плотности или даже средства определения электронной плотности описанным выше методом отношение интенсивностей пары линий. Полученные такими средствами измерения электрофизических параметров плазмы результаты могут быть применены для калибровки или привязки получаемых по заявляемому способу профилей
- Электронной плотности в плазму к опорным значениям и тем самым повышения точности измерений. Затем в плазмохимическом реакторе инициируется электрический разряд. При этом на электроде или ином месте реактора может находиться обрабатываемая подложка. Изменяя настройки оптической системы так, чтобы на ее детекторе последовательно или параллельно регистрировались пространственные
- 15 распределения интенсивностей, выбранных для осуществления заявляемого способа диагностики плазмы атомарных линий или молекулярных полос, излучаемых электронно-возбужденными частицами плазмы, получают профили их интенсивности. После этого осуществляют численное моделирование плазмы, при этом сложность и детальность модели выбирают исходя из необходимости обеспечить необходимую или
- 20 достаточную точность измерения, а также учитывая состав используемой газовой смеси и реализуемых режимов горения электрического разряда, формирующего плазму в плазмохимическом реакторе. Отличительным признаком применяемого при осуществлении заявляемого способа численного моделирования является вычисление по измеренным профилям интенсивности выбранных для диагностики плазмы линий
- 25 или полос профилей электрического поля в межэлектродном промежутке, а вычисление распределения плотности электронов в плазме производят на основе таких профилей электрического поля в межэлектродном промежутке. С целью дальнейшей оптимизации используемых при численном моделировании вычислительных и временных ресурсов для диагностики выбирают линии или полосы эмиссионного спектра плазмы так, чтобы
- 30 их интенсивности преимущественно определялись возбуждением соответствующих состояний прямым электронным ударом или быстрыми по сравнению с периодом ВЧполя каскадными процессами. В другом варианте осуществления заявляемого способа для повышения точности измерения электронной плотности проводят численное моделирование с использованием профилей линий или полос с близкими значениями
- *зэ* энергии излучающих уровней и профилей линий или полос с существенно разными значениями энергии излучающих уровней.

Краткое описание чертежей

Изобретение поясняется чертежами.

На фиг.1 показана схема экспериментальной установки.

40 На фиг.2 представлены спектры эмиссии ВЧ-плазмы в Ar/N<sub>2</sub> газовой смеси, регистрируемые вблизи электрода, в приэлектродном слое и центре межэлектронного промежутка.

На фиг.3 изображены измеренные профили интенсивности различных линий и полос в эмиссионном спектре плазмы.

<sup>45</sup> На фиг.4 представлены результаты численного моделирования распределения амплитуды электрического поля в межэлектродном промежутке.

На фиг.5 изображено полученное численным моделированием распределение электронной плотности.

Осуществление изобретения

Предлагаемое изобретение может быть осуществлено используя различные типы электрических разрядов, составы рабочих газовых смесей, в которых возбуждается электроразрядная плазма, различные способы детектирования спектральных и пространственных распределений оптического излучения плазмы.

- <sup>5</sup> пространственных распределений оптического излучения плазмы. В примере реализации заявляемого способа использовалась экспериментальная установка, схема которой показана на Фиг.1. Напряжение с частотой 5,28 МГц подавалось от высокочастотного (ВЧ) электрического генератора 1 на электродную систему камеры плазмохимического реактора 3. Напряжение постоянного смещения
- № шунтировалось частотным фильтром 2, представляющим собой отрезок короткозамкнутого кабеля длиной λ/4. Амплитуда приложенного к электродам напряжения и протекающего через плазму тока измерялось по стандартной схеме при помощи емкостного делителя напряжения и измерительного резистора соответственно.
- Использовались плоские электроды цилиндрической формы площадью 50 см<sup>2</sup>, ширина
   <sup>15</sup> межэлектродного промежутка, в котором возбуждалась плазма, составляло 22 мм.
   Плазма зажигалась в аргоне Ar с добавкой 1-3% азота N<sub>2</sub> при давлениях в диапазоне
   P=0,5-9 Торр.
- Спектры собственного свечения плазмы регистрировались многоканальным оптическим анализатором 4, входная щель полихроматора которого устанавливалась параллельно плоскости электродов. Для подавления засветок между разрядной камерой и анализатором размещалась дополнительная щель-диафрагма. Перемещением анализатор и щели-диафрагмы обеспечивалось пространственное сканирование разрядного промежутка и получение распределений оптического излучения плазмы с разрешением ~1 мм.
  - Спектры собственного свечения плазмы, регистрируемые в центре разрядного промежутка, в слое и вблизи электрода приведены на Фиг.2.

Профили пространственных распределений интенсивности излучения линий Ar  $\lambda$ = 696,5 нм и 811,5 нм с энергией излучающего уровня  $E_{B036}$ =13,3 и 13,1 эB соответственно,

- <sup>30</sup> полосы (5→2) первой положительной (1+) системы азота с  $E_{BO36}$ =8,5 эВ в области  $\lambda$ = 668 нм и полосы (0→2) второй положительной (2+) системы азота с  $E_{BO36}$ =11,0 эВ в области  $\lambda$ =380 нм показаны на Фиг.3 (точки). Параметры электрического разряда в приводимом примере осуществления способа составили: давление 2,5 Торр, напряжение
- <sup>35</sup> 110 В и плотность тока 0,4 мА/см<sup>2</sup>. Пространственная неоднородность газовой температуры плазмы оценивалась по степени изменения формы огибающей полосы (0→2) второй положительной системы азота с неразрешенной вращательной структурой и максимумом λ=380 нм. Разница температуры газа в центре разряда и у поверхности электрода не превышала 50 К. Абсолютная ее калибровка не проводилась.
- 40 Существующая однозначная связь между измеряемой в эксперименте плотностью тока разряда и концентрацией заряженных частиц плазмы, с одной стороны, и связь их профилей и профиля электрического поля в плазме с профилями интенсивности ее свечения, с другой стороны, позволяют рассчитать величину и пространственные зависимости концентрации заряженных частиц.
- Для восстановления профиля пространственного распределения плотности
   электронов плазмы использовалось численное моделирование профилей интенсивности
   излучения Ar и N<sub>2</sub> с последующим их сопоставлением с измеряемыми в эксперименте.
   Для проведения моделирования могут использоваться различные численные модели,

но в описываемом примере использовалась численная модель, разработанная для описания элементарных процессов в многокомпонентных газовых смесях в BU-разрядах и описанная в статье "Experimental and Theoretical Studies of Radical Production in RF CCP Discharge at 81 MHz Frequency in  $Ar/CF_4$  and  $Ar/CHF_3$  Mixtures", IEEE Trans, on Plasma

<sup>5</sup> Science, Vol.37, p.1683-1696, 2009.

Результат моделирования профилей интенсивности излучения Ar и N<sub>2</sub> для описываемого случая представлен на Фиг.3 (сплошные линии). Их хорошее совпадение с экспериментальными данными свидетельствует об адекватности используемой численной модели, поскольку большое различие в величинах энергии возбуждения

- <sup>10</sup> излучающих уровней Ar и N<sub>2</sub> накладывают достаточно жесткие ограничения на допустимые при моделировании вариации в распределении плотности электронов.
   Физический смысл этого утверждения становится понятным из получаемой численным моделированием распределения амплитуды электрического поля в межэлектродном
- промежутке, приведенном на Фиг.4. Действительно, учитывая сильную и существенно нелинейную зависимость скорости возбуждения излучающих уровней от амплитуды электрического поля, непосредственно связанного с градиентом концентрации заряженных частиц плазмы, использование в качестве объекта моделирования профилей интенсивности позволяет достичь необходимой точности и достоверности измерения
- 20 распределений электронной плотности. Соответствующий представленным на Фиг.3 профилям интенсивности излучения Ar и N<sub>2</sub> восстановленный профиль электронов плазмы показан на Фиг.5.

## Формула изобретения

- 1. Способ измерения пространственного распределения электронной плотности плазмы, включающий измерение интенсивности излучения плазмы из различных по координате областей межэлектродного промежутка на длине волны, соответствующей спектральной атомарной линии или молекулярной полосе, которую выбирают таким образом, чтобы интенсивность излучения такой линии или полосы преимущественно
- 30 определялась возбуждением излучающего состояния прямым электронным ударом или быстрыми по сравнению с периодом ВЧ-поля каскадными процессами, с последующим определением пространственного распределения электронной плотности плазмы методом численного моделирования плазмы.

2. Способ по п. 1, характеризующийся тем, что численное моделирование проводят с использованием профилей линий или полос с близкими значениями энергии излучающих уровней и профилей линий или полос с существенно разными значениями энергии излучающих уровней.

40



ФИГ. 1



ФИГ. 2



ФИГ. 3



ФИГ. 4



ФИГ. 5