

Jan PRZYBYLSKI, Andrzej MAJCHER
Instytut Technologii Eksploatacji – PIB, Radom

MODUŁ OPTYCZNEJ DIAGNOSTYKI PLAZMY STANOWISKA DO BADAŃ TECHNOLOGII PVD

Słowa kluczowe

OES, spektroskopia emisyjna, system sterowania, plazma, PVD.

Streszczenie

Spektroskopia emisyjna plazmy pozwala na precyzyjny dobór składu chemicznego osadzonej powłoki i tym samym otrzymywanie warstw wierzchnich o zakładanym składzie. W artykule przedstawiono realizację modułu spektralnej analizy i diagnostyki plazmy w stanowisku badawczym procesów PVD. Umożliwia on prowadzenia badań związanych z modernizacją istniejących technologii lub opracowywanie nowych, wykorzystujących pętle regulacji z sygnałami spektroskopowymi. Przedstawiono dwa układy sterowania z wykorzystaniem optycznej diagnostyki plazmy. Pierwszym z nich jest sterowanie dozowaniem gazów technologicznych dla utrzymania zadanego stosunku dwóch sygnałów spektralnych w procesie azotowania jarzeniowego. W drugim układzie moduł analizy optycznej zastosowano do kontroli składu plazmy w procesach rozpylania magnetronowego. Opisano możliwości zastosowania modułu także w innych procesach plazmowych.

Wprowadzenie

Stanowisko badawcze dla procesów PVD zbudowane zostało w oparciu o specjalizowaną komorę próżniową [1]. Można w niej prowadzić badania pro-

cesów PVD z wykorzystaniem rozpylania magnetronowego i łukowego, a jednocześnie mogą w niej być prowadzone procesy wykorzystujące wyładowanie jarzeniowe. Stanowisko badawcze przeznaczone jest do opracowywania i testowania nowych rozwiązań w zakresie technologii inżynierii powierzchni. Modularność budowy stanowiska i systemu sterowania pozwala na jego wygodną adaptację do potrzeb wynikających z planowanych badań [2]. Istotnym elementem tego stanowiska jest moduł optycznej diagnostyki plazmy.

Metoda optyczna jest jedną z podstawowych metod badań struktury fizykochemicznej środowiska plazmowego, jak i zmian stechiometrii otrzymanywanych struktur i materiałów. Badania środowiska plazmy polegają na rejestracji i interpretacji widm promieniowania optycznego emitowanego przez wzbudzone elementy plazmy. Natomiast charakterystyki wytwarzanych materiałów obejmują analizę widmową światła odbitego od ich powierzchni [3].

Spektroskopia emisyjna generowanej plazmy polega na detekcji wzbudzonych składników do kolejnych poziomów energetycznych. Można uzyskać informacje o jej składzie, mechanizmach wzbudzenia i temperaturze poszczególnych składników. Ponadto z wykorzystaniem spektroskopii emisyjnej możliwe jest badanie przestrzennej struktury plazmy i jej ewolucji w czasie. Spektroskopia emisyjna nie wnosi do stanu plazmy żadnych zaburzeń.

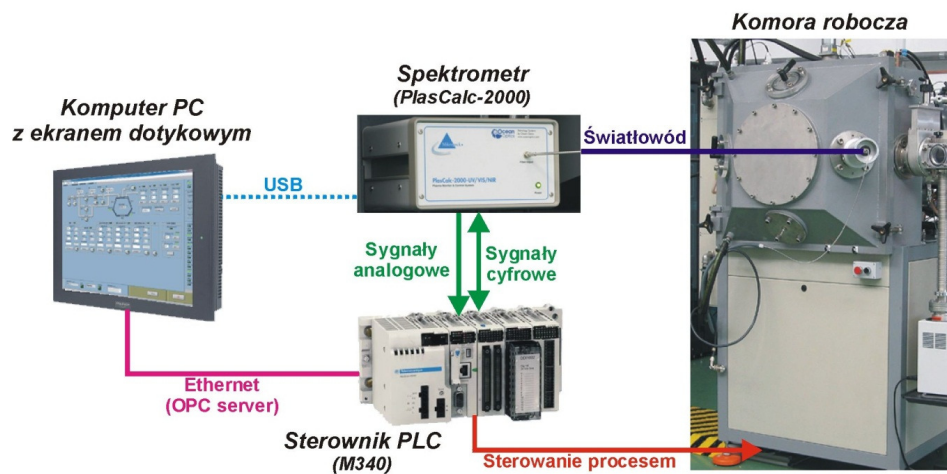
Możliwość jednoczesnego korzystania (monitorowania) z wielu znaczących fal w całym spektrum częstotliwości, umożliwia budowanie receptur, które mogą obsługiwać najtrudniejsze warunki procesów, nawet w otwartej przestrzeni roboczej. Głównymi obszarami zastosowania są technologie plazmowe wykorzystywane do: azotowania plazmowego (plasma nitriding) [3], osadzania powłok cienkowarstwowych (film deposition) [3, 7, 10], wytrawiania plazmowego (plasma etching) [4], czyszczenia powierzchni (surface cleaning) [8, 11], tworzenia powłok ochronnych (protection coating) [5], impulsowego magnetronowego rozpylania (pulsed magnetron sputtering) [3, 6, 9] oraz monitorowania innych procesów (kontrola nieprawidłowych zjawisk procesowych, zanieczyszczenia, wycieki gazów itp.). Inspekcja optyczna umożliwia łatwą i kompletną optymalizację nowych procesów oraz maksymalizuje zdolności procesowe zachodzące w komorze reaktora.

Dla przeprowadzenia testów nowych rozwiązań z udziałem diagnostyki optycznej należy zaadaptować istniejącą technologię do konfiguracji stanowiska badawczego. Zastosowane rozwiązania z wykorzystaniem metody spektralnej mogą być podstawą modernizacji i modyfikacji testowanego rozwiązania technologicznego. Modernizacja rozwiązania może dotyczyć wprowadzania zmian w technologii na podstawie przeprowadzonych testów z wykorzystaniem modułu optycznego lub opracowania technologii z udziałem takiego modułu.

1. Budowa modułu diagnostyki spektralnej w stanowisku badawczym PVD

Do sterowania stanowiskiem badawczym opracowano i wykonano system sterowania oparty o modułowy sterownik PLC typu M340 (Schneider-Electric) [12]. Do komunikacji pomiędzy systemem sterowania a operatorem wykorzystywany jest komputer PC z ekranem dotykowym. Sterowanie odbywa się poprzez specjalistyczną aplikację utworzoną z wykorzystaniem pakietu LabView (National Instruments) [13–15]. Komunikacja pomiędzy systemem sterowania opartym o sterownik PLC a komputerem PC odbywa się poprzez sieć Ethernet. Wymiana danych pomiędzy oboma systemami odbywa się z wykorzystaniem technologii OPC [16]. Na podstawie parametrów spektralnych ich odpowiedniki sygnałów analogowych sterownik PLC wykorzystuje do kontrolowania wybranych parametrów procesu technologicznego.

Schemat blokowy układu monitorowania i kontroli procesów plazmowych z wykorzystaniem spektroskopu przedstawiony jest na rys. 1. Optyczna spektroskopia emisyjna jest metodą diagnostyczną, która może określić: gęstość cząstek, gęstość elektronową oraz temperaturę elektronu. Intensywność linii koreluje z gęstością cząstek i gęstością elektronową [17].



Rys. 1. Schemat blokowy modułu spektralnej diagnostyki plazmy

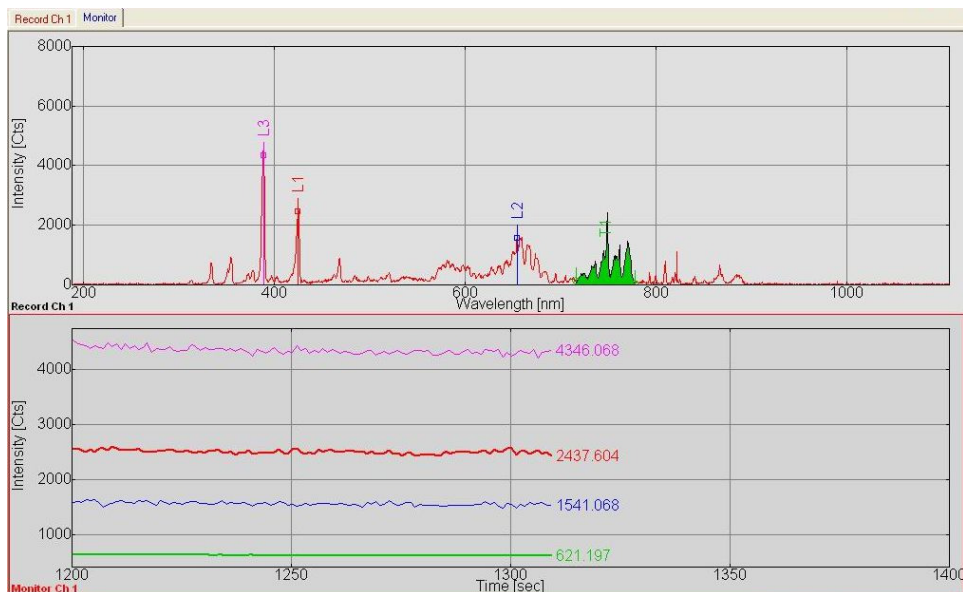
Do konfiguracji spektroskopu (typ PlasCalc-2000, Ocean Optics) wykorzystywane jest specjalistyczne oprogramowanie zainstalowane na komputerze PC poprzez łącze USB. Połączenie to wymagane jest wyłącznie na czas dokonywania zmian ustawień spektrometru. Po odpowiednim ustawieniu parametrów sterowanie procesem diagnostyki i wytwarzania plazmy odbywa się bezpośrednio pomiędzy spektrometrem a sterownikiem PLC. Pozwala to na sterowanie parametrami procesu.

System wyposażony jest w światłowodowy spektrometr umożliwiający akwizycję danych w czasie rzeczywistym o szerokim paśmie częstotliwości mierzonych [15]. Dzięki wysokiej rozdzielczości miniaturowego spektrometru światłowodowego wyposażonego w czujnik CCD o rozdzielczości 2048 pikseli i szybkie elementy akwizycji umożliwia on monitorowanie plazmowej emisji światła od 200 do 1100 nm w 3 ms. Spektrometr umożliwia pomiary z rozdzielczością optyczną 1nm FWHM (full width half maximum). Analogowe sygnały wyjściowe w zakresie 0–10 V wytwarzane są w oparciu o 14-bitowy przetwornik cyfrowo/analogowy. Spektrometr może pracować w zakresie temperatur od 5 do 35°C oraz w wilgotności powietrza 5–95% (bez kondensacji pary wodnej).

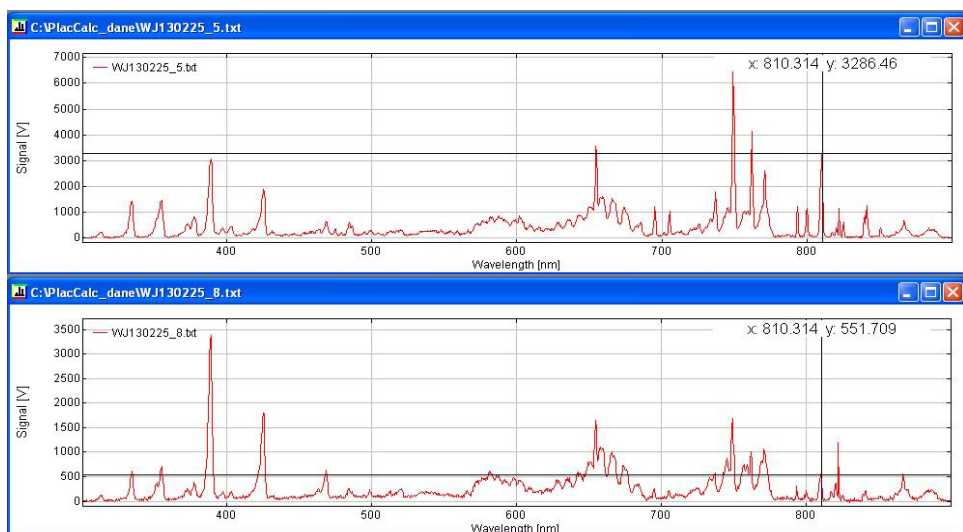
W zastosowanym rozwiązaniu wykorzystywane są 2 układy optyczne. Pierwszy z nich ma średnicę 6 mm i ogniskową 10 mm, natomiast drugi jest o średnicy 30 mm i ogniskowej 30 mm. Oba układy optyczne wykonane są z materiałów zapewniających przenoszenie sygnału optycznego w paśmie 200–2000 nm. Istnieje możliwość zastosowania własnych układów optycznych przystosowanych do podłączenia światłowodu zakończonych konektorami typu SMA 905.

Wykorzystując oprogramowanie zainstalowane na komputerze PC, można prowadzić analizę i rejestrację przebiegu procesu sterowania optycznego plazmą w komorze roboczej. Na rys. 2 przedstawiono przykładowy widok ekranu programu w czasie rejestracji zmian wybranych parametrów spektralnych. Program pozwala na analizę wartości dla wybranych prążków (oznaczonych jako L1, L2 i L3). Przebieg zmian w czasie wartości wysokości tych prążków przedstawiony jest na dolnym diagramie. Poza wartością wielkości prążków możemy analizować również całą dla wybranego zakresu widmowego zmiany sygnału optycznego (oznaczonej jako T1). Dodatkowo program pozwala na analizę zależności matematycznej wybranych parametrów (np. stosunek dwóch sygnałów). Wartość wybranego parametru może być przypisana do jednego z czterech wyjściowych sygnałów analogowych przyrządu. Zaprezentowane na rysunku przebiegi zostały zarejestrowane w przykładowym procesie wyładowania jarzeniowego. Proces prowadzony był przy ciśnieniu $5 \cdot 10^{-1}$ mbarów i napięciu polaryzacji podłoża wynoszącym 550 Vdc. W czasie procesu stosunek wartości przepływu azotu i argonu był ustalony na 1:1 i wynosił ok 80 cm³/min.

Wyładowanie jarzeniowe jest procesem losowym stacjonarnym, w którym chwilowa gęstość prądu wyładowania w danym obszarze nie jest stała. Powoduje to, iż wartości amplitud prążków mogą ulegać zmianom (rys. 2 i 3). W praktycznych zastosowaniach informacją o stanie plazmy są zależności pomiędzy wartościami amplitud poszczególnych prążków. W typowych procesach technologicznych wykorzystuje się stosunek amplitud wybranych prążków. Innym rodzajem wykorzystywanej informacji mogą być zależności pola powierzchni wybranych zakresów widmowych. Zadaniem urządzenia jest stworzenie narzędzia diagnostycznego dla opracowywania nowatorskich rozwiązań w dziedzinie technologii wykorzystywanych w inżynierii powierzchni.



Rys. 2. Widok ekranu w procesie monitorowania plazmy w komorze roboczej



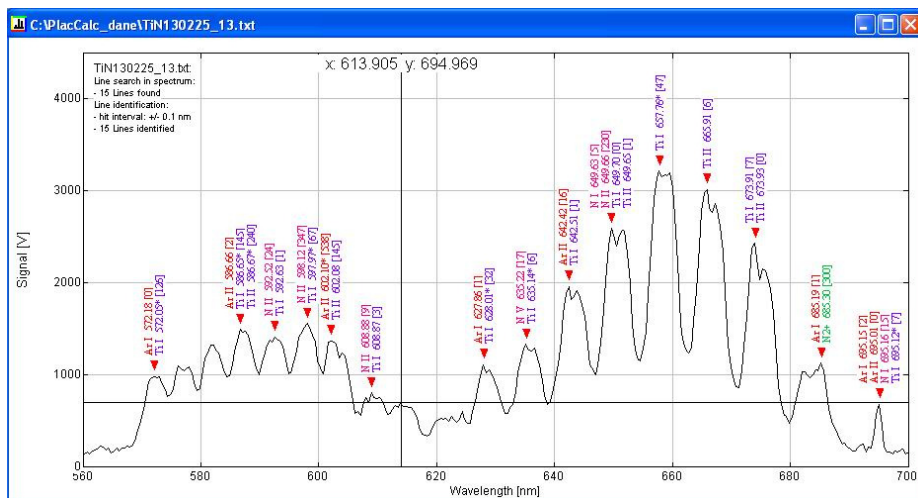
Rys. 3. Przykładowe zarejestrowane widma optyczne dla różnych wartości przepływu gazów: u góry $N = 80 \text{ cm}^3/\text{min}$ $Ar = 80 \text{ cm}^3/\text{min}$, u dołu $N = 130 \text{ cm}^3/\text{min}$ $Ar = 28 \text{ cm}^3/\text{min}$

Program pozwala też na zapisanie wybranych widm w komputerze w celu ich późniejszej analizy. Przykładowe widma zapisane w pamięci komputera przedstawiono na rys. 3. Widmo górne zostało zarejestrowane w takich samych

warunkach jak wyniki poprzednie, natomiast widmo dolne zostało zarejestrowane przy innym stosunku gazów. Widmo przedstawione w dolnej części rysunku zostało zarejestrowane przy przepływie azotu wynoszącym $130\text{cm}^3/\text{min}$ i argonu równym $28\text{cm}^3/\text{min}$.

Dodatkowe oprogramowanie pozwala na automatyczne wyszukiwanie i identyfikowanie prążków w zarejestrowanym widmie (rys. 4). Przedstawiony przykład został zarejestrowany w procesie nakładania warstwy TiN. W czasie procesu w komorze roboczej ciśnienie wynosiło $1,0 \cdot 10^{-3}$ mbarów. Przepływ azotu wynosił $80\text{cm}^3/\text{min}$, zaś argonu był na poziomie $20\text{cm}^3/\text{min}$. W czasie procesu prąd źródła łukowego był ustawiony na wartość 80 A. W spektrometrii przyjęto zasadę na oznaczenie danego pierwiastka rzymską cyfrą jeden, np. Ti I. Konsekwentnie, jon jednokrotnie zjonizowany oznaczany jest cyfrą dwa, np. Ar II itd.

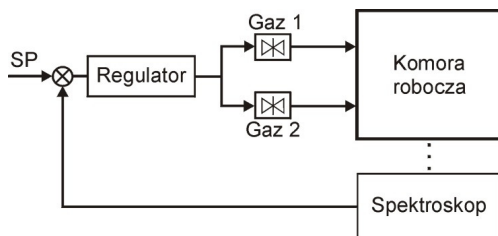
Dla przeprowadzenia analizy spektralnej należy odpowiednio skonfigurować opcję wyszukiwania atomów. W pierwszej kolejności należy dokonać wyboru pierwiastków. W następnej kolejności należy określić czy poza atomami będą również wyszukiwane ich jony. W zakresie wyszukiwania jonów istnieje możliwość wyboru opcji wyszukiwania prążków dla jonów jednokrotnie bądź wielokrotnie zjonizowanych. Po skonfigurowaniu zakresu obiektów przeprowadzany jest proces identyfikacji poszczególnych prążków widma spektralnego. Uzyskane rezultaty pozwalają na wybór prążków niosących istotną informację dla prowadzonych badań.



Rys. 4. Przykład analizy widma spektralnego

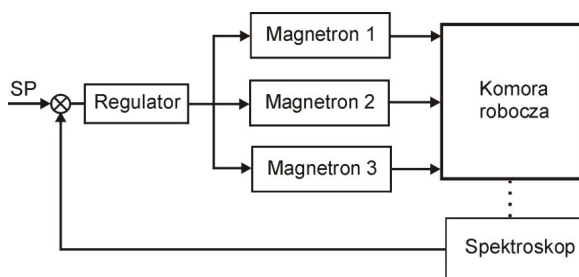
Jednym z obszarów wykorzystania modułu optycznej diagnostyki plazmy jest proces azotowania w wyładowaniu jarzeniowym. Opracowany moduł anali-

zy i kontroli spektralnej umożliwia między innymi utrzymywanie na stałym poziomie stosunku wartości prążków widmowych określających poziomy ilościowe zjonizowanych jonów dla wybranych gazów. Układ takiego sterowania procesem przedstawiono na rys. 5. Na podstawie wartości wybranych sygnałów widmowych programowy regulator zrealizowany w sterowniku PLC utrzymuje zadany stosunek sygnałów poprzez system dozowania gazów.



Rys. 5. Struktura sterowania procesem azotowania jarzeniowego z utrzymywaniem stałego stosunku wybranych sygnałów widmowych

Innym obszarem wykorzystania modułu optycznej diagnostyki plazmy jest utrzymywanie składu plazmy w procesie rozpylania magnetronowego. W zrealizowanej komorze roboczej można zainstalować do trzech źródeł magnetronowych usytuowanych tak, że ich osie symetrii przecinają się w jednym punkcie znajdującym się w centralnym miejscu komory. Taki układ rozmieszczenia magnetronów pozwala na wytwarzanie plazmy o specyficznym składzie materiałowym. Na rys. 6 przedstawiono system sterowania zespołem źródeł magnetronowych.



Rys. 6. System sterowania źródłami magnetronowymi w trybie optycznej diagnostyki plazmy

Wybrane sygnały widmowe poszczególnych pierwiastków rozpylanych w komorze roboczej stanowią nośnik informacji o składzie plazmy. Są one podstawą sterowania zasilaczami źródeł magnetronowych. Rozwiązanie to pozwala na dynamiczną kontrolę zasilania magnetronów dla utrzymania zadanego składu mieszanki plazmy. Umożliwia to między innymi korektę zmian wydajności procesu rozpylania poszczególnych źródeł magnetronowych.

2. Możliwości zastosowania w innych procesach plazmowych

Analiza optyczna procesów PVD daje duże możliwości kształtowania składu plazmy i charakteru jej zmian w czasie. Jest ona jedną z ważnych metod badania środowiska plazmowego, jego struktury fizykochemicznej i zmian stechiometrycznych. Daje to możliwości wykorzystania w opisanych przykładach azotowania jarzeniowego i rozpylania magnetronowego. Innym obszarem wykorzystania modułu optycznej diagnostyki plazmy mogą być procesy opierające się na wyładowaniu łukowym lub w procesach osadzania powłok z plazmy impulsowej.

W metodzie z wykorzystaniem wyładowania łukowo-próżniowego do osadzania warstw metaliczny składnik materiału powłoki jest odparowywany w niskociśnieniowym wyładowaniu łukowym z zimną katodą. Prąd łukowy skoncentrowany jest w tzw. plamkach katodowych o powierzchni kilkudziesięciu mikrometrów. Zachodzące procesy fizyczne powodują, że o jakości napylania decyduje ciśnienie i skład atmosfery roboczej. W technologii tej spektrometr może być wykorzystany jako układ analizy zachodzących w plazmie procesów, struktury i składu chemicznego napylanych powłok, jak również do kontroli składu atmosfery gazowej.

Plazmę impulsową charakteryzuje jej występowanie w postaci krótkotrwałych plazmoidów, poruszających się często z prędkością naddźwiękową. W procesach z wykorzystaniem tej technologii konieczna jest analiza ewolucji charakterystyk plazmy impulsowej, zarówno w czasie, jak i przestrzeni. Do badań czasowych zmian charakterystyk emisyjnych plazmy impulsowej można wykorzystać moduł diagnostyki optycznej. Jedną z metod takiej analizy polega na rejestracji czasowego rozkładu sumarycznej intensywności linii spektralnej jonu węgla C^+ o długości fali 426.73 oraz fragmentu widma wokół tej długości fali [3]. Fluktuacje intensywności widma ciągłego są spowodowane zmianami koncentracji składników plazmy, co pozwala na identyfikację obszarów występowania najwyższych koncentracji jonów C^+ . Ponadto charakterystyki emisyjności plazmy oraz ich analiza może być wykonana z użyciem spektrometru jako systemu porównującego przebiegi intensywności sumarycznych zarejestrowanych w różnych strefach obserwacji oraz w różnych warunkach procesu generacji plazmy.

Podsumowanie

Zrealizowany moduł spektralnej diagnostyki plazmy urządzenia do badań procesów PA- PVD umożliwi efektywną implementację algorytmów regulacji i diagnostyki optycznej dla szerokiego zakresu procesów.

Implementacja może polegać na przeniesieniu procesu do środowiska urządzenia. Jego wyposażenie sprzętowe i programowe pozwala na odtworzenie większości procesów plazmowych inżynierii materiałowej. Następnie przenie-

siony proces jest testowany z wykorzystaniem modułu optycznej diagnostyki plazmy. Wyniki testów wykorzystywane są do opracowania układu regulacji. Jego elementami wykonawczymi mogą być zawory proporcjonalne gazów procesowych (np. w procesie azotowania jarzeniowego) lub układy zasilania źródeł plazmy (np. w procesie rozpylania magnetronowego).

Procedura taka prowadzi do precyzyjnego doboru składu chemicznego osadzonej powłoki poprzez dynamiczną kontrolę i zmianę parametrów procesu lub otrzymywanie warstw wierzchnich o specyficznych parametrach technicznych.

Bibliografia

1. Przybylski J., Majcher A.: Modułowe stanowisko badawcze dla procesów PVD pozwalające na wdrażanie nowatorskich technologii. *Problemy Eksploatacji* 3, 197–204 (2011).
2. Przybylski J., Majcher A., Gut P.: Concept of Electron Beam Physical Vapour Deposition Test Stand with Specific Functional Properties, *Tribologia* 2/2013 (248), 151–158, Radom 2013.
3. Walkowicz J.: Fizykochemiczna struktura plazmy a skład chemiczny i fazowy warstw wytwarzanych technikami inżynierii powierzchni. Wydawnictwo i Zakład Poligrafii Instytutu Technologii Eksploatacji, Radom 2003.
4. Chen L., Luciani V., Miao H.: Effect of alternating Ar and SF₆/C₄F₈ gas flow in Si nano-structure plasma etching. *Microelectronic Engineering*, Vol. 88, Issue 8, (2011), pp. 2470–2473.
5. Chiu K-F., Chen C.C., Chen C.L., Leu H.J.: Pulsed plasma induced protection coatings on composite LiMn₂O₄ powder cathodes. *Surface & Coatings Technology*, 2012 (in press).
6. Osorio-Vargasa P., Sanjinesb R., Rualesa C., Castroa C., Pulgarina C., Rengifo-Herrerac A-J., Lavanchyd J.-C., Kiewe J.: Antimicrobial Cu-functionalized surfaces prepared by bipolar asymmetric DC-pulsed magnetron sputtering (DCP). *Journal of Photochemistry and Photobiology A: Chemistry*, Vol. 220, (2011), pp. 70–76.
7. Willmott P.R.: Deposition of complex multielemental thin films. *Progress in Surface Science*, Vol. 76, Issues 6–8, (2004), pp. 163–217.
8. Belkind A., Gershman S.: Plasma Cleaning of Surfaces. *Jinghoung Vacuum Thin Film (Shenzhen)*, www.jh-vac.com.
9. Sarakinos K., Alami J., Konstantinidis S.: High power pulsed magnetron sputtering: A review on scientific and engineering state of the art. *Surface & Coatings Technology* Vol. 204, 2010, pp. 1661–1684.
10. Kułakowska-Pawlak B., Zyrmicki W.: Spectroscopic investigations into plasma used for nitriding processes of steel and titanium. *Thin Solid Films*, Volume 230, Issue 2, 10 August 1993, pp. 115–120.

11. Satoa S., Araia Y., Yamashitab N., Kojyob A., Kodamab K., Ohtsuc N., Okamotod Y., Wagatsuma K.: Surface-nitriding treatment of steels using microwave-induced nitrogen plasma at atmospheric pressure. *Applied Surface Science* Vol. 258, 2012, pp. 7574–7580.
12. Modicon M340 automation platform Catalog 2010 <http://static.schneider-electric.us>.
13. LabView User Manual, 2013, National Instruments Corporation, <http://ni.com/labview>.
14. Wagner C., Armenta S., Lendl B.: Developing automated analytical methods for scientific environments using LabView. *Talanta*, vol. 80, no. 3, 2010, pp. 1081–1087.
15. Wu Q., Wang L., Zu L.: A LabView – based virtual instrument system for laser – lindeduced fluorescence spectroscopy. *Journal of Automated Methods and Management in Chemistry*, vol. 2011, ID 457156, pp. 1–7.
16. OPC Foundation. OLE for process control, OPC overview, <http://www.opcfoundation.org>.
17. User's Manual, Plasma Monitoring & Process Control System, Ocean Optics GmbH, PlasCalc 2000, 2005.

Optical plasma diagnostics module stand for PVD processes research

Key words

OES, Emission Spectroscopy, control system, plasma, PVD.

Summary

Plasma emission spectroscopy allows for the precise selection of the chemical composition of the deposited coating to obtain the surface layers of the intended composition.

The article presents the analysis and diagnostic module of a PVD process research stand. It allows conducting research related to the upgrading of existing technologies or developing new technologies, using control loops with spectroscopic signals. Two control systems using optical plasma diagnostics are presented. The first is the control of technological gases to maintain a specified ratio of two spectral signals in the plasma nitriding process. In the second, an optical analysis module is used for checking the composition of plasma in the magnetron sputtering process. The applicabilities of the other plasma processes are also described.