

Technická univerzita v Liberci

Fakulta pedagogická

**PROBLEMATIKA SONDOVÉ DIAGNOSTIKY STEJNOSMĚRNÉHO,
VYSOKOFREKVENČNÍHO A MIKROVLNNÉHO VÝBOJE
V TECHNOLOGICKÝCH PROCESECH**

Habilitační práce

PaedDr. Petr Adámek, Ph.D.

PF České Budějovice

Katedra fyziky

LFY

OBSAH

Poznámky, použité symboly a zkratky	6
1 ÚVOD A CÍLE PRÁCE	9
1.1 Cíle práce	11
Literatura 1	12
2 SONDOVÁ DIAGNOSTIKA PLAZMATU	13
2.1 Konstrukce sond používaných pro měření sondové charakteristiky	14
2.2 Vliv znečištění diagnostické sondy a způsoby jejího čištění	17
2.3 Vliv nestabilit plazmatu a dalších střídavých složek proudů na sondová měření	19
2.4 Sondové teorie pro nízkoteplotní plazma	20
2.4.1 Pracovní režimy sondy	22
2.4.2 Model sondového proudu pro bezesrážkový pracovní režim sondy	26
2.4.3 Tok nabitých částic na sondu v akceleračním potenciálu sondy	27
2.4.4 Tok elektronů na sondu v retardačním potenciálu sondy	29
2.4.5 Určení potenciálu plazmatu.....	30
2.5 Určení parametrů plazmatu pro ne-Maxwellovské plazma	32
Literatura 2	34
3 SONDOVÁ DIAGNOSTIKA PLAZMATU S PROSTOROVÝM ROZLIŠENÍM V PLANÁRNÍM REAKTORU S NEVYVÁŽENÝM MAGNETICKÝM POLEM VE STEJNOSMĚRNÉM VÝBOJI PŘI DEPOZICI TVRDÝCH VRSTEV Ti	36
3.1 Problémy spojené s aplikací sondové diagnostiky <i>in situ</i> při depozici vrstev Ti	36
3.2 Experimentální zařízení	38
3.3 Zpracování naměřených dat	41
3.4 Výsledky sondových měření v magnetronovém reaktoru s prostorovým rozlišením	43
3.5 Závěr	47
Literatura 3	49
4 SONDOVÁ DIAGNOSTIKA V NESTABILNÍM STEJNOSMĚRNÉM VÝBOJI (DC) V PLAZMOCHEMICKÉM REAKTORU MAGNETRONOVÉHO TYPU VE SMĚSI Ar + UHLOVODÍK n – HEXAN	50
4.1 Problémy spojené s aplikací sondové diagnostiky <i>in situ</i> v polymerním časově nestabilním plazmatu	51
4.2 Celkové uspořádání experimentálního zařízení	52
4.3 Ověření metody sondové diagnostiky v polymerním plazmatu	56
4.4 Sondová měření s časovým rozlišením v časově proměnném plazmatu v plazmochemickém reaktoru magnetronového typu	59
4.5 Srovnávací měření v reaktoru magnetronového typu v argonu bez příměsi uhlovodíku .	63
4.6 Zpracování naměřených dat - určení koncentrace n_e a střední energie E_{sf}	64

4.7 Závěr	64
Literatura 4	66
5 SONDOVÁ DIAGNOSTIKA VE STEJNOSMĚRNÉM A VYSOKOFREKVENČNÍM VÝBOJI V SYSTÉMU „PLASMA JET“ PŘI DEPOZICI VRSTEV ZnO	
5.1 Problémy spojené s aplikací sondové diagnostiky <i>in situ</i> při depozici vrstev ZnO	69
5.2 Experimentální uspořádání	71
5.3 Zpracování naměřených dat	75
5.4 Výsledky sondové diagnostiky ve stejnosměrném výboji v systému „plasma jet“	76
5.5 Výsledky sondové diagnostiky ve vysokofrekvenčním výboji v systému „plasma jet“ ...	77
5.6 Závěr	80
Literatura 5	81
6 SONDOVÁ DIAGNOSTIKA MIKROVLNNÉHO VÝBOJE GENEROVANÉHO POVRCHOVOU VLNOU – SURFATRONU	
6.1 Problémy spojené s aplikací sondové diagnostiky v mikrovlnném výboji	83
6.2 Uspořádání experimentálních zařízení	85
6.3 Zpracování naměřených dat	88
6.4 Výsledky sondových měření v mikrovlnném výboji	89
6.5 Výsledky sondových měření v mikrovlnném výboji s prostorovým rozlišením v závislosti na pracovním tlaku a přiváděném vysokofrekvenčním výkonu	90
6.6 Závěr	93
Literatura 6	94
7 MĚŘICÍ SYSTÉMY PRO SONDOVOU DIAGNOSTIKU PLAZMATU	
7.1 Realizované měřicí systémy	96
7.2 Rychlý měřicí systém 96	98
7.2.1 Popis měřicího systému vyvinutého v letech 1995 – 1996	98
7.2.2 Dosažené parametry měřicího systému vyvinutého v letech 1995 – 1996	100
7.2.3 Aplikace systému	101
7.3 Univerzální měřicí systém pro sondovou diagnostiku plazmatu	102
7.3.1 Karty A/D převodníků	103
7.3.2 Karty digitálních výstupů	106
7.3.3 Karta paměti digitalizovaných dat SRAM (Static Random Acces Memory)	108
7.3.4 Karta tříkanálového programovatelného generátoru číslicového signálu	109
7.3.5 Blok číslicově řízených zdrojů napětí	110
7.3.6 Synchronizační obvod	112
7.3.7 Zdroj stejnosměrného napětí pro čištění sondy	114
7.3.8 Optoelektrické izolační bloky	114
7.3.9 Vstupní zesilovače, převodníky proud/napětí	115
7.3.10 Izolační zesilovače s aktivními filtry typu dolní propust	117
7.4 Komunikační vstupní a výstupní karty do sběrnice ISA a vnitřní sběrnice systému ,	118

7.5	Programové vybavení měřicího systému	120
7.6	Dosažené parametry univerzálního systému pro sondovou diagnostiku plazmatu ...	122
7.7	Závěr	123
	Literatura 7	126
8	ZÁVĚR	129
8.1	Vyvinuté měřicí systémy a jejich aplikace v sondové diagnostice plazmatu	129
8.2	Sondová diagnostika plazmatu v magnetronovém reaktoru ve stabilním stejnoseměrném výboji při depozici tvrdých vrstev	131
8.3	Sondová diagnostika v polymerním plazmatu v nestabilním stejnosměrném výboji	132
8.4	Sondová diagnostika plazmatu v tryskovém systému „plasma jet“ v podmínkách depozice vrstev ZnO ve stejnosměrném a vysokofrekvenčním výboji	133
8.5	Sondová diagnostika plazmatu v mikrovlnném výboji generovaném povrchovou vlnou – surfatronu	134
	Literatura 8	136

PŘÍLOHY

- I. Mapping of the internal plasma parameters of an unbalanced magnetron DC discharge.
- II. Contribution to the Application of the Probe technique for Plasma Monitoring in the Ar and n-Hexane Mixture Plasma during the Polymerization Process.
- III. Investigation of RF and DC plasma – jet system during deposition of highly oriented ZnO Films.
- IV. A surfatron plasma source for material processing and biomedical application.
Electron temperature in surfatron-generated plasma-jet in argon measured by double Langmuir probe.
Probe measurement of the characteristics of surfatron generated argon plasma.
- V. Zdrojový text programu pro měření sondové charakteristiky v kontinuálním režimu.

Poznámky, použité symboly a zkratky

Grafická úprava předložené práce vychází z normy ČSN 01 6910/2002, která nahrazuje normu ČSN 01 6910 z roku 1997. Citace literatury odpovídá normě ČSN ISO 690/1996, která vychází z normy ČSN 010197/1970.

V práci je použito symbolů pro označování fyzikálních veličin jež používá fyzika plazmatu, soustava jednotek je SI. Níže je uveden výčet nestandardních zkratk s vysvětlivkami, které jsou původem z anglické terminologie ať už plazmových technologií, fyziky plazmatu nebo elektroniky a výpočetní techniky.

Přesto, pro pohodlnější orientaci čtenáře v textu práce, je většina zkratk a označení veličin přímo v textu opětovně popsána, respektive přeložena.

$c = 2,998 \cdot 10^8 \text{ ms}^{-1}$	 rychlost světla ve vakuu
$q_0 = 1,602 \cdot 10^{-19} \text{ C}$	 elementární náboj, náboj elektronu
q	 náboj nabitě částice
$m_e = 9,109 \cdot 10^{-31} \text{ kg}$	 hmotnost elektronu (klidová)
m_i	 hmotnost iontu
$\epsilon_0 = 8,854 \cdot 10^{-12} \text{ Fm}^{-1}$	 permitivita vakua
$k = 1,38 \cdot 10^{-23} \text{ JK}^{-1}$	 Boltzmannova konstanta
$\vec{B}$	 vektor magnetické indukce
B	 magnetická indukce (hodnota)
$\vec{E}$	 vektor intenzity elektrického pole
E_{st}	 střední hodnota energie částice
λ_e, λ_i	 střední volná dráha elektronu, iontu
R_p	 poloměr sondy
R_s	 poloměr vrstvy prostorového náboje v okolí sondy
l_p	 délka sondy
λ_D	 Debyeova stínící délka
$\vec{v}_d$	 vektor driftové rychlosti
u, v, w	 složky rychlosti částice v prostoru
v_i, v^*	 složky rychlosti
κ	 variabilní konstanta

τ	stupeň anizotermicity
η	bezrozměrný normovaný potenciál
D_λ	Debyeovo číslo
$K_{i,e}$	Knudsenovo číslo pro ionty nebo elektrony
n_e, n_i, n	koncentrace elektronů, iontů, nabitých částic
$X_i, X_e, X_{i,e}$	počet srážek iontů, elektronů s neutrálními částicemi
J	proud nabitých částic
J_p	sondový proud, jednosondové měření
J_e	elektronová složka sondového proudu
J_i	iontová složka sondového proudu
I_d	sondový proud při měření dvojicí sond
I_v	proud výboje
I_{pi1}, I_{pi2}	iontové složky proudu při měření dvojicí sond
I_{pe1}, I_{pe2}	elektronové složky proudu při měření dvojicí sond
t_d	doba zpoždění při postupném vzorkování
U_{AK}	napětí na výbojových elektrodách, anodě a katodě
U_d	potenciál sondy při měření dvojicí sond
U_1, U_2	hodnoty napětí získané z extrapolace I_{pi1}, I_{pi2} a $U_d = 0$
V_p	potenciál sondy
V_{fl}	potenciál izolované sondy, plovoucí potenciál
V_s	potenciál plazmatu
V	potenciál $V = V_s - V_p, V = V_s - V_p $
p, p_t	tlak pracovního plynu, nebo pracovní směsi
P	výkon generátoru nebo napájecího zdroje přiváděný do výboje
$\mathbf{r}$	horizontální souřadnice (radiální vzdálenost) ve vertikální ose rovině prostoru pod magnetronem (výstupem trysky surfatronu)
$\mathbf{z}$	vertikální souřadnice (axiální vzdálenost) ve vertikální ose rovině prostoru magnetronu (výstupu trysky surfatronu)
Q_{Ar}, Q_{O2}	průtok pracovního plynu (v přístrojové technice používané

jednotce „sccm“ - Standard Cubic Centimeter per Second), pro zachování ilustrativních hodnot průtoku byly hodnoty průtoku v „sccm“ zachovány v textu a především v popise os grafických závislostí a pro převod do SI násobeny, respektive děleny převodní konstantou $1,69 \cdot 10^{-3} [\text{Pa m}^3 \text{s}^{-1}]$

AC, Alternating Current střídavý proud
A/D, ADC, Analog - to - Digital Converter analogově - digitální převodník
ASCII, American Standard Code for Information Interchange standardní znakový kód
Bd, KBd,... MBd, Mega Baud přenosová rychlost toku dat, bit s^{-1}
CTR, Coefficient of Transmission koeficient přenosu
D/A, DAC, Digital - to - Analog Converter digitálně - analogový převodník
DC, Direct Current stejnosměrný proud
GAL, Generic Array Logic řada programovatelných logických obvodů
ISA, Industry Standard Architecture označení průmyslově standardizované sběrnice
Mega, Kilo,... Samples per Second - jednotka rychlosti vzorkování a převodu A/D převodníků za sekundu, respektive zápisu řídících slov (dat) do D/A převodníků
MOCVD - Metal Organic Chemical Vapor Deposition ...depozice metal - organických vrstev
PAVD, Plasma Activated Vapor Deposition - depozice vrstev s probíhající chemickou reakcí
PEVD, Plasma Enhanced Vapor Deposition - depozice vrstev s probíhající chemickou reakcí
PLD, Programmable Logical Device programovatelné logické obvody
PVD, Physical Vapor Deposition depozice vrstev ve výboji za nízkých tlaků
RF, Radio Frequency vysokofrekvenční, radiofrekvenční – signál, proud
RAM, Random Access Memory paměť s libovolným přístupem
SRAM, Static Random Access Memory statická paměť s libovolným přístupem
TTL, Transistor – Transistor – Logic řada číslicových logických obvodů
HCT řada rychlých číslicových logických obvodů MOS s výstupní úrovní TTL
CMOS, Complementary Metal Oxide Semiconductor...obvody technologie MOS s doplňkovými MOS tranzistory

1 ÚVOD A CÍLE PRÁCE

Aplikace plazmových technologií jejichž částečný výčet je následně uveden, jsou využívány už více než sedmdesát let od doby kdy došlo ve dvacátých letech minulého století k jejich rozvoji a širšímu uplatnění, především v osvětlovací technice a obloukovém sváření. Více než padesát let jsou tyto technologie výroby používány v elektrotechnice převážně v planárních technologiích výroby polovodičových součástek, integrovaných obvodů například [1, 2, 3, 4]. Tyto technologické postupy získávaly a získávají stále širší uplatnění v mnoha dalších oborech lidské činnosti, zvláště v posledních desetiletích dvacátého století a počátkem jedenadvacátého století. Principiálně využívají elektrického výboje, který svými účinky vytváří a ovlivňuje chemické a fyzikální procesy, které probíhají ve vhodných prostředích a technologických konfiguracích. Pracovní prostředí výboje mohou tvořit plyny, páry různých prvků, kovů, organických i anorganických sloučenin nebo jejich směsí. Vzájemným působením výboje a uvedených směsí za určitých podmínek vznikají materiály a speciální vrstvy, které nelze jinými, klasickými postupy buď vůbec nebo jen ztěží vytvořit. Vlastností výboje je možno také využít k čištění povrchu materiálu nebo odstraňování povrchových vrstev materiálu, které by byly chemicky opět velmi těžko odstranitelné. Ve výboji, respektive plazmatu lze tedy povrch materiálu čistit, či přesně zahlubovat dle nanesené matrice (plasma etching) [4, 5]. Plazmových technologií je též stále více využíváno i tam, kde byly dříve používány klasické technologie reaktivních chemických a galvanických lázní. Technologie s aplikacemi plazmatu s sebou přinášejí též ekologické aspekty výroby. Mohou uspořit energii, omezovat nebo úplně odstranit některé chemicko - technologické postupy s toxickými komponentami nebo meziprodukty, které zatěžují životní prostředí. V posledních desetiletích jsou standardně používány odlučovače pevných i plyných složek exhalací a v současnosti pomáhají plazmové technologie účinně likvidovat nebo neutralizovat nebezpečné chemické látky a odpady [6]. Jako konkrétní příklady [4, 5] je možno uvést depozice vrstev materiálů s mimořádnými fyzikálními i chemickými vlastnostmi, jako jsou v nejjednodušším případě tenké vrstvy kovů a jejich slitin při procesu naprašování (sputtering), polovodivé či tenké vrstvy vysokoteplotních supravodičů [7]. (MOCVD - **M**etal **O**rganic **C**hemical **V**apor **D**eposition), dále polymerní vrstvy [8] vytvářené ve výboji (PECVD - **P**lasma **E**nhanced **C**hemical **V**apor **D**eposition) organického i anorganického charakteru (PVD - **P**hysical **V**apor **D**eposition, PAVD - **P**lasma **A**ctivated **V**apor **D**eposition), jejichž produktem jsou vrstvy a sloučeniny, které nevznikají klasickou chemickou reakcí za běžných reakčních podmínek. Tyto produkty jsou stále více vyžadovány v technických, biologických

i medicínských aplikacích např. [9, 10]. Výše uvedené plazmochemické procesy jsou nejčastěji, jak v základním výzkumu, tak aplikovaném výzkumu i ve výrobních technologiích prováděny v tak zvaných plazmochemických reaktorech. Jsou to zpravidla kovové nádoby o objemu několika litrů až desítek krychlových metrů, jež umožňují pomocí připojené vakuové aparatury a napouštěcího systému vytvářet výše zmíněné pracovní podmínky – pracovní tlaky a přivádění různých pracovních směsí plynů a par. V reaktorech vzniká připojením napájecích zdrojů na různě konfigurovaný systém elektrod odpovídající druh výboje. Fyzikálních vlastností výbojem generovaného plazmatu je pak využíváno k uvedeným technologickým postupům. Plazma vytvářené výbojem může být v reaktorech požadovaným způsobem ovlivňováno magnetickým polem, tento typ reaktorů se nazývá magnetronový reaktor. Taktéž čerpací vakuový systém a napouštěcí systém umožňují různá uspořádání. Reaktor může být osazen systémem jedné nebo více trysek - dutých výbojových elektrod, ve kterých vzniká intenzivní výboj a navíc proud přiváděného v trysce ionizovaného plynu je usměrňován žadáním směrem. Tento systém se nazývá „plasma jet“. Navíc dochází k odprašování materiálu trysky, který pak může reagovat s pracovní náplní a vytvářet vrstvy s požadovanými speciálními vlastnostmi.

Pro vývoj a další zdokonalení výše uvedených technologických postupů je nezbytné stále přesněji a, pokud možno, v co nejkratším čase definovat optimální podmínky, při kterých k uvedeným procesům dochází. Během projektování technologického postupu výroby je potřeba zjistit za jakých podmínek je dosaženo nejlepších požadovaných parametrů získaných produktů a též zabezpečit spolehlivou opakovatelnost výroby těchto produktů. Definice podmínek pro opakovatelnost výrobních procesů a dosažené kvality výstupních produktů vyžaduje stanovení pracovních tlaků, druh pracovní náplně a poměr komponent reakčních směsí, které jsou použity a dále určení parametrů plazmatu, respektive parametrů výboje ve kterém uvedený proces optimálně probíhá.

Pro účely stanovení parametrů plazmatu slouží diagnostika plazmatu, která je rozdělena dle použitých fyzikálních principů na mikrovlnnou, případně radiofrekvenční (RF) diagnostiku [4, 5], optickou emisní spektroskopii a hmotovou spektrometrii, a tak zvanou sondovou diagnostiku plazmatu [1, 5, 11, 12]. Sondová diagnostika, která je používána přímo v aktivním prostředí technologických procesů je též nazývána - *in situ* (*In situ* Diagnostics). Pokud hovoříme v následujících souvislostech, máme na mysli převážně sondovou diagnostiku nízkoteplotního plazmatu. Tato principiálně jednoduchá metoda spočívá ve měření volt-ampérové charakteristiky na systému dvou elektrod, sond, které jsou umístěny

do výboje. Pokud má jedna z elektrod mnohonásobně větší plochu než druhá, nazýváme tuto elektrodu zpravidla referenční elektrodou a hovoříme o jednosondovém měření, někdy též o měření Langmuirovou sondou. Pokud je plocha elektrod - sond srovnatelná nebo stejná a jejich rozměry jsou nepatrné ve srovnání s rozměry elektrod výboje, respektive pracovní nádoby výboje, hovoříme o metodě dvou sond nebo měření dvojicí sond. Sondy mohou mít různý tvar, například kulový, plochý nebo válcový. Tvar sondy též ovlivňuje průběh naměřené volt-ampérové charakteristiky. Nejčastěji je používána válcová elektroda, protože je její výroba relativně snadná a zpravidla se jedná o drát z wolframu, tantalu nebo platiny o průměru desítek až stovek mikrometrů a délce několika milimetrů.

Sondovou diagnostiku plazmatu popsali a vytvořili její základní teorii a metodiku pro určení parametrů zkoumaného výboje již ve dvacátých letech minulého století Irving Langmuir a Mott-Smith [11]. Tato teorie popisuje sondovou charakteristiku v bezesrážkovém izotropním plazmatu s Maxwelllovským rozdělením energie částic. Uvedená fundamentální teorie je výchozím a prvotním vodítkem při posuzování naměřených dat sondové diagnostiky plazmatu, i když je s dostatečnou přesností použitelná pouze v některých případech a to převážně za nízkých tlaků pracovního plynu v nízkoteplotním plazmatu bez přítomnosti magnetického pole. Proto byla během uplynulých více než osmdesáti let stále rozšiřována, doplňována a její platnost experimentálně ověřována celou řadou fyziků. Přesto doposud neexistuje univerzální teorie, která by pokrývala celou škálu parametrů prostředí, tlaků, pracovních směsí a procesů ve kterých je potřeba sondovou diagnostiku provádět a umožňovala tak standardní a dostatečně přesné vyhodnocení naměřených dat. Při technologických procesech je nutné se při sondové diagnostice přizpůsobit pracovním podmínkám, napájení výboje, chemicky aktivním pracovním náplním, nestabilitám výboje i různým jiným druhům rušení elektromagnetické podstaty, jehož zdrojem může být jak zkoumané plazma tak i zdroje cizího původu. Tyto technologické podmínky zpravidla komplikují nebo znemožňují získání validních experimentálních dat, která by byla dobře zpracovatelná a poskytla tak parametry plazmatu, které odpovídají diagnostikovanému výboji přímo v technologickém procesu. Předložená habilitační práce si dává za cíl přispět k řešení těchto problémů.

1.1 Cíle práce

Hlavním cílem předkládané práce bylo přispět ke zdokonalení sondové diagnostiky plazmatu v systémech využívaných v technologických aplikacích, kde je její

provádění komplikované jak z hlediska napájení výboje, tak probíhajícími fyzikálními a fyzikálně chemickými procesy. Za tím účelem bylo nutno provést:

1. Na základě získaných zkušeností s vývojem měřicích systémů byla zdokonalena a rozšířena měřicí aparatura pro sondovou diagnostiku plazmatu autorem realizovaná v roce 1996.
2. V roce 2000 byl zkonstruován zcela nový, výkonnější a přesnější měřicí systém, s rozšířenými možnostmi aplikací a konfigurací.
3. Pro oba měřicí systémy naprogramovat odpovídající obslužné programové vybavení dle požadavků vycházejících z vlastního experimentu - typu výboje a konfigurace měřicího systému. Vytvořit a ověřit funkčnost a spolehlivost nových programů pro řízení obou měřicích systémů dle potřebných režimů sběru a předzpracování dat. Ověřit funkčnost zdokonaleného a rozšířeného systému a funkčnost a přesnost nového měřicího systému testovacími měřeními.
- 4. Oba měřicí systémy pro sondovou diagnostiku plazmatu využít pro studium parametrů plazmatu při experimentech, ve kterých bude použito různých napájení výboje a různých pracovních náplní, odpovídající technologickým aplikacím.**

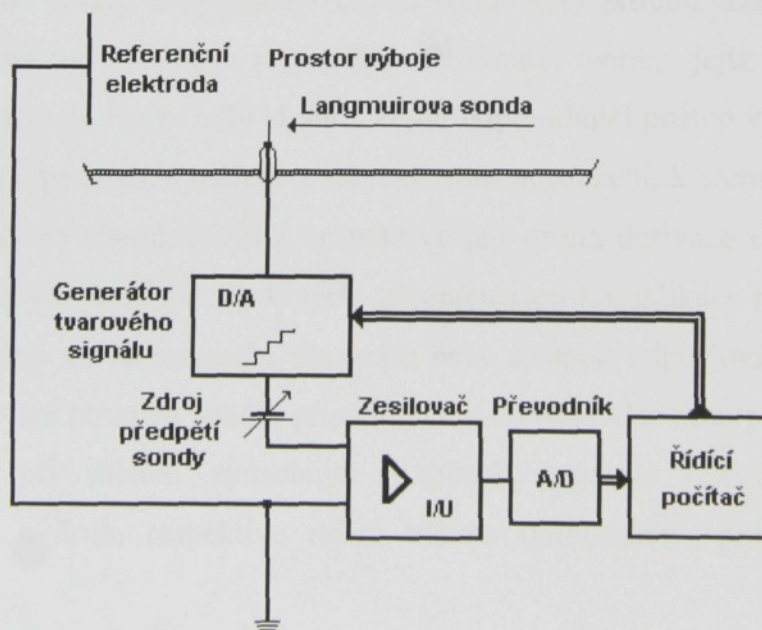
Literatura 1

- [1] LIEBERMANN, M., LICHTENBERG, A. J. Principles of plasma discharges and material processing. New York: John Wiley & Sons, 1994.
- [2] ANDERSON, G. S. et. al. J. Appl. Phys. 33, (1962) p. 2991.
- [3] HOLLAND, L. Thin Film Microelectronics. London: Chapman and Hall, 1965.
- [4] LLOYD, P. Microel. and. Rel. 6 (1967) p. 177 ÷ 187.
- [5] HUDDLESTONE, R. H., LEONARD, S. L. Plasma diagnostic techniques. New York, London: Academic press, 1965.
- [6] MOREAU, S. et. al. Using the flowing afterglow plasma to inactivate Bacillus subtilis spores: Influence of the operating conditions, J. Appl. Phys., 88 (2000) p. 1166.
- [7] MÜLLER, K. A., BEDNORZ, J. G. Zeitschrift für Physik, B 64 (1986) p. 189.
- [8] YASUDA, H. Plasma Polymerization. New York: Academic Press, 1985.
- [9] RICARD, A. Reactive plasmas. Paris: Societe Francaise du Vide, 1996.
- [10] OHL, A., SCHROEDER, K. Surface and Coatings Technology, 116 - 119 (1999) p. 820.
- [11] LANGMUIR, I., MOTT-SMITH, H. M. Gen. Elec. Rev. 26 (1923) p. 731.
- [12] HIPPLER, R. et. al. Low Temperature Plasma Physics - Fundamental Aspects and Applications. Berlin: Wiley - VCH Verlag, 2001.

2 SONDOVÁ DIAGNOSTIKA PLAZMATU

Jak již bylo uvedeno v části 1. [1] sondová diagnostika plazmatu je známa a využívána téměř 80 let. Přesto dochází v posledních deseti letech k jejímu širšímu uplatnění, díky její relativní jednoduchosti, prostorovému rozlišení parametrů a možnosti současného získání poměrně velkého počtu parametrů plazmatu [2].

Princip měření volt-ampérové [3], respektive sondové charakteristiky ve zkoumaném výboji je patrný z obr. 2.1. Uvedené schéma, převzaté ze [4] a upravené, vychází ze současných měřicích aparatur pro sondovou diagnostiku, řízených zpravidla osobním počítačem. Vidíme zde prostor výboje, do kterého je umístěna sonda, diagnostická elektroda nebo též Langmuirova sonda. Do obvodu, který tvoří sériové zapojení sondy, dvou zdrojů napětí a referenční elektrody, je vložen zesilovač - převodník proud/napětí. Uvedený převodník proud/napětí zde slouží k převodu proudu procházejícího obvodem sondy na napětí, které je pak zesíleno na hodnotu zpracovatelnou použitým ADC (Analog - to - Digital Converter), nadále A/D převodníkem. Obvod mezi referenční elektrodou a sondou je uzavírán diagnostikovaným plazmatem. Jeden ze zdrojů napětí slouží k nastavení pevného předpětí, které vyrovnává rozdíl potenciálů mezi sondou a referenční elektrodou.



Obr. 2.1 Obvod pro měření sondové charakteristiky.

Druhý číslicově řízený napěťový zdroj tvoří generátor tvarového signálu vhodného tvaru pro měření volt-ampérové charakteristiky, nejčastěji lineárně rostoucího schodovitěho napětí. Tento schodovitý signál může mít různý tvar, symetrický nebo nesymetrický

trojúhelník, v některých případech i harmonický signál a jiné. Vlastní měření sondové, volt-ampérové charakteristiky probíhá tak, že na řízeném zdroji napětí je nastaveno napětí a hodnota proudu procházejícího obvodem sondy je digitalizována a zaznamenána. Programově je pak zpravidla přiřazena hodnota proudu procházejícího sondovým obvodem výsledné hodnotě součtu pevného předpětí a nastavovaného schodovitého napětí druhého zdroje. Takto získanou sondovou charakteristiku je pak nutno dle vhodné teorie a metodiky zpracovat a vyhodnotit.

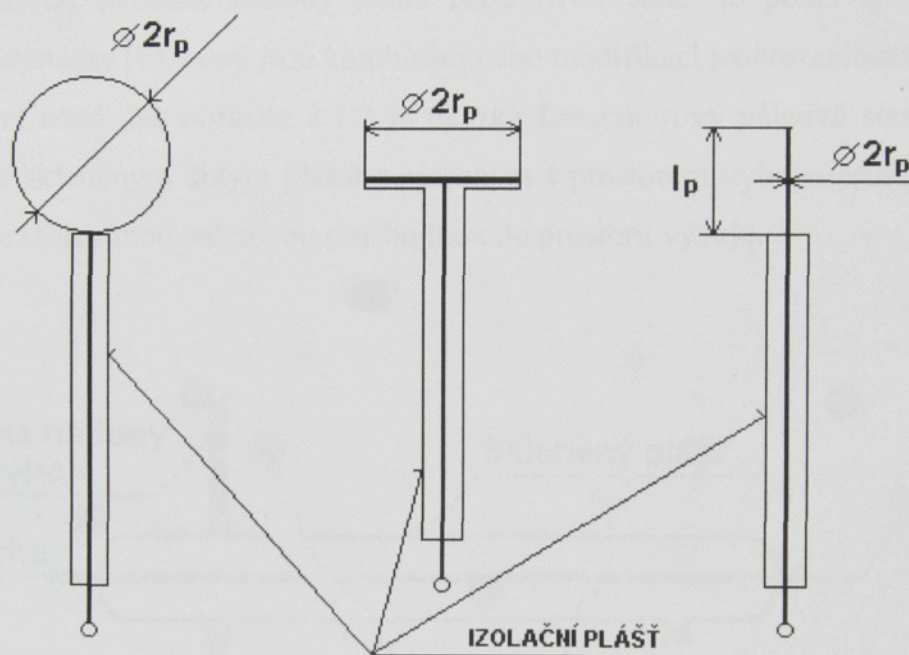
Při sondovém měření získáme informace o výboji pouze v nejbližším okolí sondy. Sondová diagnostika je tedy metodou, která umožňuje měřit lokální parametry zkoumaného výboje. Plochá sonda, případně sonda speciálního tvaru poskytuje informace i o anizotropii plazmatu a driftech nabitých částic. Přesto, že se jedná o metodu relativně jednoduchou, poskytuje možnost určení hned několika veličin. Jsou to například teploty nabitých částic elektronů a iontů T_e , T_i , respektive jejich energie, koncentrace n_e , n_i , rozložení potenciálu ve výboji a rozdělovací funkce elektronů podle energie.

Jednou z nevýhod této metody je částečné lokální ovlivňování parametrů plazmatu v okolí sondy. Jinou nevýhodou je nemožnost přesného určení proudu, který vzniká emisí elektronů z povrchu sondy a způsobuje chybu sondového proudu. Další nevýhodou této principiálně jednoduché metody je složitá fyzikální teorie, jejíž volba je závislá na parametrech plazmatu. Nelze tedy předem zvolit odpovídající postup vyhodnocení měření. Toto je možné až po provedení měření a subjektivním posouzení, kterému modelu odpovídá například tvar sondové charakteristiky, respektive její druhá derivace (metoda postupných iterací). Dalšími nevýhodami při sondových měřeních jsou komplikace při pokrývání sondy vrstvami vytvářenými ve zkoumaném plazmatu nebo naopak odprašování materiálu sondy a následné zmenšování povrchu sondy, případně kontaminace vlastního plazmatu materiálem sondy. Problémy při měření způsobuje i způsob napájení (stejnoseměrný, střídavý, vysokofrekvenční) a druh, respektive režim výboje (kontinuální, pulzní), což vyžaduje speciální přístupy.

2.1 Konstrukce sond používaných pro měření sondové charakteristiky

Jak již bylo zmíněno v úvodu, princip sondové diagnostiky plazmatu spočívá v měření volt-ampérové charakteristiky obvodu s elektrodami, sondami, které jsou vloženy do plazmatu. Jedním z důležitých požadavků na parametry sondy jsou její rozměry. Sonda by svou funkcí sběru nabitých částic v plazmatu měla co nejméně ovlivňovat okolní plazma.

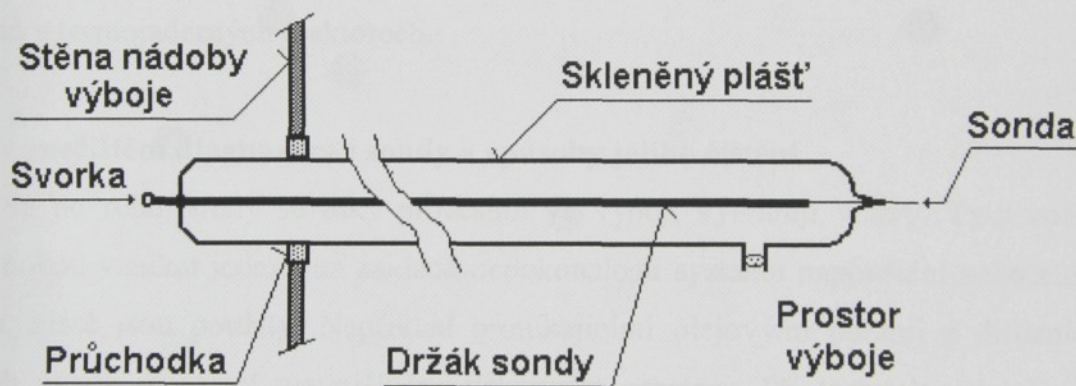
Proto je potřeba, aby rozměry sondy byly relativně malé. Aktivní části sond, to jest elektrody, které jsou přímo ve styku s plazmatem mohou mít různý tvar [3] viz obr. 2.1.1, kulový, plochý, z jedné strany izolovaný nebo ve tvaru válce s velkým poměrem délky l_p ku průměru $2r_p$. Elektroda je připevněna na vodivém držáku, který je od výboje izolován pláštěm a umožňuje zavedení sondy těsnicí průchodkou nebo zátavem do prostoru výboje například stěnou reaktoru nebo výbojové trubice.



Obr. 2.1.1 Tvary elektrod měřicích sond. Kóty definují charakteristické rozměry sondy.

Tvar sondy významně ovlivňuje i průběh naměřené volt-ampérové charakteristiky. Například charakteristika ploché sondy se vyznačuje výrazným plato v oblasti nasycených, saturačních proudů a má též významně „směrový“ účinek, díky kterému je možno měřit například driftы nabitých částic v magnetickém poli nebo anizotropii plazmatu. Nevýhodou planární sondy je tak zvaný okrajový jev. Díky deformaci elektrického pole na okraji sondy v přechodové oblasti vodič - dielektrikum (plazma) dochází ke zmenšení efektivního povrchu sondy v určitých oblastech sondové charakteristiky. To se projeví hlavně při určování parametrů plazmatu z nasycených proudů. Planární sonda je často používána tam, kde je obtížné použití ostatních typů sond, a to například pro diagnostiku proudícího plazmatu v místě substrátu při měření za atmosférického tlaku nebo v případě silných vysokofrekvenčních polí [5]. Nejčastěji používanou sondou je válcová sonda, protože ji lze nejsnáze zhotovit. V případě

diagnostiky nízkoteplotního plazmatu je to zpravidla drát o tloušťce několika desítek mikrometrů až jednotek milimetrů z vhodného materiálu. Majoritním rozměrem válcové sondy je její délka; čelní průřez válce, drátu, by měl být zanedbatelný oproti povrchu válce. Požadavek na materiál sondy je rovněž velká výstupní práce elektronů, aby docházelo k minimální sekundární emisi, respektive k termoemisi způsobené zahříváním sondy. Nejpoužívanějšími materiály na výrobu sond jsou wolfram, platina nebo molybden pro svou tepelnou odolnost i vhodné vlastnosti z hlediska chemické reaktivity a sekundární emise elektronů. Kromě uvedené metody jedné nebo dvou sond se používají i vícesondové diagnostické systémy [6], které jsou kombinací nebo modifikací jednosondového měření nebo měření dvojicí sond. Na obrázku 2.1.2 je ukázka Langmuirovy válcové sondy jednoduché konstrukce se skleněným dutým pláštěm spojeným s prostorem výboje, připojovací svorkou a její montáže izolovanou vakuovou průchodkou do prostoru výboje.



Obr. 2.1.2 Konstrukce a montáž Langmuirovy sondy.

Konstrukčními modifikacemi diagnostických sond jsou sondy pohyblivé, které umožňují změnu polohy sondy v prostoru výboje, případně její otočení a měřit tak lokální parametry plazmatu s prostorovým rozlišením. Dalšími typy sond jsou sondy ohříváné [7] nebo emisní, aplikované a podrobněji popsáné v kapitole 4.2. Tyto zpravidla válcové, přímo žhavené elektrody jsou konstruovány ve tvaru smyčky, která umožňuje ohřev sondy procházejícím proudem z nezávislého zdroje. Používají se i sondy s nepřímým ohřevem; válcové, případně ploché, ve tvaru disku. Ohřev sondy zde slouží ke kontinuálnímu čištění sondy při měření nebo jednorázovému čištění sondy před měřením. Jsou používány tam kde je požadováno trvalé monitorování parametrů plazmatu a kde dochází k intenzivnímu

pokrývání povrchu sondy vrstvami, jejichž zdrojem mohou být přímo technologické procesy, přítomnost nečistot v pracovní náplni nebo obojí. Tam, kde dochází k pokryvu povrchu sondy vrstvami vodivými a těžko odstranitelnými, musí mít sonda umístěnou elektrodu v krycí kapiláře, aby nedocházelo k jejímu rychlému zkratování na pokovený držák sondy. Popis sondy určené pro měření v aplikacích při depozici vodivých nebo polovodivých vrstev je uveden v kapitole 3.2. Jiným typem diagnostických sond, respektive konstrukce obvodů, které jsou k sondě připojeny, jsou sondy určené pro měření ve vysokofrekvenčních výbojích [3]. Tyto sondy jsou připojeny do sondového obvodu přes LC filtry, které díky vysoké impedanci pro vysokofrekvenční proudy snižují vysokofrekvenční napětí na vrstvě prostorového náboje v okolí sondy, která má nelineární voltampérovou charakteristiku. Toto vysokofrekvenční napětí detekované na nelineárním prvku způsobuje stejnosměrný parazitní proud sondou, který se nedá odstranit při vyhodnocení sondové charakteristiky. Existují další řešení sondových obvodů pro vysokofrekvenční aplikace, popsané a použité v 5. části práce. Zvláštní konstrukci a umístění vyžadují sondy pro měření vysokoteplotního plazmatu například v termojaderných reaktorech.

2.2 Vliv znečištění diagnostické sondy a způsoby jejího čištění

Na povrchu sondy se díky procesům ve výboji vytvářejí vrstvy. Tyto znečišťující vrstvy mohou vznikat jednak na základě nedokonalosti systému napouštění nebo vakuového systému, které jsou použity. Například pronikajícími olejovými parami z difúzních nebo rotačních vývěv, desorpcí materiálů ve vakuovém prostoru. Při technologických měřeních v chemicky aktivním plazmatu PECVD (**P**lasma **E**nhanced **C**hemical **V**apor **D**eposition) zpravidla převažují jako znečišťující faktor povrchu sondy vlastní procesy vytváření vrstev. Tyto vrstvy mají různé fyzikální vlastnosti a vznikají nejen na sondě, ale i na vnitřních stěnách pracovní nádoby, vložených podpůrných zařízeních včetně referenční sondy. Pokryv sondy deponovanou vrstvou může způsobit jednak změnu rozměrů, tedy i povrchu sondy a dále vzniklá vrstva má různé elektrické vlastnosti. V případě, že vrstva má izolační nebo polovodivé vlastnosti, může toto znečištění v relativně krátké době zkomplikovat nebo úplně znemožnit měření. Za účelem omezení výše uvedeného pokrývání povrchu sondy nežádoucí vrstvou v prostoru výboje, jsou sondy mimo čas měření zakrývány krytem nebo speciálním pouzdrem nebo mohou být z výboje vysunuty. Pokud je vrstva pokrývající sondu vodivá, dochází jejím nárůstem k postupnému zvětšování povrchu sondy. Pokud není možné definovat rychlost depozice vodivé vrstvy a tím se zvětšující povrch sondy nebo kontrolovat velikost povrchu sondy během měření, stává se depoziční proces, respektive zvětšování

povrchu sondy dalším zdrojem chyb při vyhodnocování měření, protože je pak dosazována nesprávná hodnota plochy povrchu sondy. Navíc, deponovaná vrstva může způsobit zkrat sondy na její nosník. Tento zkrat je vytvořen vodivým mostem mezi elektrodou sondy a jejím držákem, protože vodivou vrstvou je též pokrýván i nevodivý držák sondy. Jiným procesem, ke kterému v plazmatu dochází je odprašování povrchu sondy dopadajícími částicemi. Na úbytku materiálu sondy se může podílet i cílený technologický proces zahlučování, respektive leptání nebo plazmového čištění povrchů. Takto je sonda postupně opotřebovávána, v chemicky aktivním plazmatu může být i korodována a uvedené jevy opět mění povrch sondy respektive rozměry plochy i fyzikální vlastnosti jejího povrchu.

Všechny výše uvedené procesy působící na diagnostickou sondu, respektive její povrch, se v plazmatu uplatňují současně a výsledný efekt je ovlivněn převažujícím procesem, který je zpravidla i technologickým cílem.

Pro správnou funkci diagnostické sondy je zcela nezbytnou podmínkou čistota jejího povrchu. Povrch sondy je proto nutno před zahájením měření čistit. Čištěním sondy zpravidla nazýváme bombardování povrchu sondy nabitými těžkými částicemi – ionty. Tato procedura se též nazývá dle anglického originálu „ion bombardment“. Proces čištění provádíme přivedením napětí záporné polaroty na sondu typicky ve výboji v inertním plynu. Dopadající částice rozrušují a odstraňují z povrchu sondy vrstvy vzniklé z důvodů přítomnosti nečistot ve výboji nebo vytvořené probíhajícím technologickým procesem. Některé druhy vrstev vytvořených na sondě lze odstranit například ohřátím sondy na vysokou teplotu [7, 8]. Toho je též možné dosáhnout bombardováním sondy elektrony, tedy připojením kladného napětí na sondu vzhledem k potenciálu plazmatu. Jiným způsobem ohřevu je přímé žhavení proudem procházejícím sondou ve tvaru smyčky. Ohřev může být kontinuální, zpravidla na nižší teploty při současném snímání sondových charakteristik nebo je možno sondu jednorázově rozžhavit na vyšší teplotu a sondová měření jsou provedena až po vychladnutí sondy. Emisní sondy, tj. sondy ohřáté na teplotu při níž dochází k podstatné termoemisi se používají jako plovoucí k určení potenciálu plazmatu [9].

Samotný proces čištění sondy je též zdrojem dalších komplikací. Časté a intenzivní bombardování sondy ionty, její ohřev, či žhavení, způsobují odprašování vlastního povrchu sondy. Dochází tak k jejímu opotřebení a k dalším nedefinovaným změnám jejího povrchu. Výsledky měření tak mohou být opět ovlivněny výpočtem s nesprávnou hodnotou plochy povrchu sondy při vyhodnocování sondových charakteristik. Sondu je proto nutno po určité době vyjmout ze studovaného systému, zkontrolovat stav jejího povrchu, přeměřit její rozměry, případně vyměnit.

2.3 Vliv nestabilit plazmatu a dalších střídavých složek proudů na sondová měření

Vliv střídavých složek proudů diagnostickou sondou se nejvíce projevuje u jednosondového měření. Volt-ampérová charakteristika Langmuirovy sondy je nelineární a podobá se charakteristice vakuové diody. Je - li na takovýto článek s nesymetrickou vodivostí přiveden signál se střídavou složkou, je střídavá složka tohoto signálu usměrněna a výsledkem je nenulová střední hodnota této složky, která je superponována k původnímu signálu. V případě sondových měření se tato nenulová střední hodnota proudu vzniklá usměrněním střídavé složky sondového proudu procházejícího obvodem sondy projeví jako chyba, respektive nárůst elektronové složky sondového proudu [3]. Tímto nárůstem je způsobeno, že jsou nesprávně určeny potenciál izolované sondy, potenciál plazmatu i nasycené, saturační proudy, což jsou pro správné vyhodnocení sondových charakteristik nejdůležitější parametry. Výboj může být též sám zdrojem dalších rušivých střídavých složek signálu, které se objevují v sondovém proudu. Mohou to být nestability plazmatu a další jednorázové procesy, jako je průraz katodových skvrn. Dalším zdrojem střídavých složek signálu v sondovém obvodu může být napájení výboje. Stejnosměrné zdroje určené k napájení výbojů v plazmových technologiích mívají díky nedostatečné filtraci a stabilizaci zvlněné výstupní stejnosměrné napětí střídavou složkou 50 Hz a 100 Hz a také jejich stabilizační nebo regulační obvody mohou samy generovat kmity vyšších frekvencí. Taktéž u vysokofrekvenčních generátorů, určených pro napájení výboje v plazmochemických reaktorech může být výstupní napětí technických kmitočtů 13,56 MHz, 27,12 MHz nebo jiných, amplitudově modulováno kmitočtem sítě 50 Hz nebo 100 Hz. Tato „obálka“ pak prochází použitými vysokofrekvenčními filtry a znehodnocuje výsledky sondových měření. Pro účely napájení výbojů v technologických aplikacích uvedené nedostatky napájecích zdrojů nejsou nebo nemusí být na závadu. Hlavním zdrojem nežádoucího rušivého signálu velké intenzity pro sondová měření je v tomto případě a v případě napájení výbojů zdroji v pulzním režimu jak střídavými, tak stejnosměrnými, samo napájení výboje v čase se měnícími proudy. Dalším nežádoucím jevem je rušení, které proniká do výboje a následně do obvodu sondy z rozvodu energetické rozvodné sítě. Toto rušení je způsobeno vyzařováním pulzních zdrojů spotřební elektroniky, výpočetní techniky i laboratorních přístrojů a dalšími silnoproudými zařízeními.

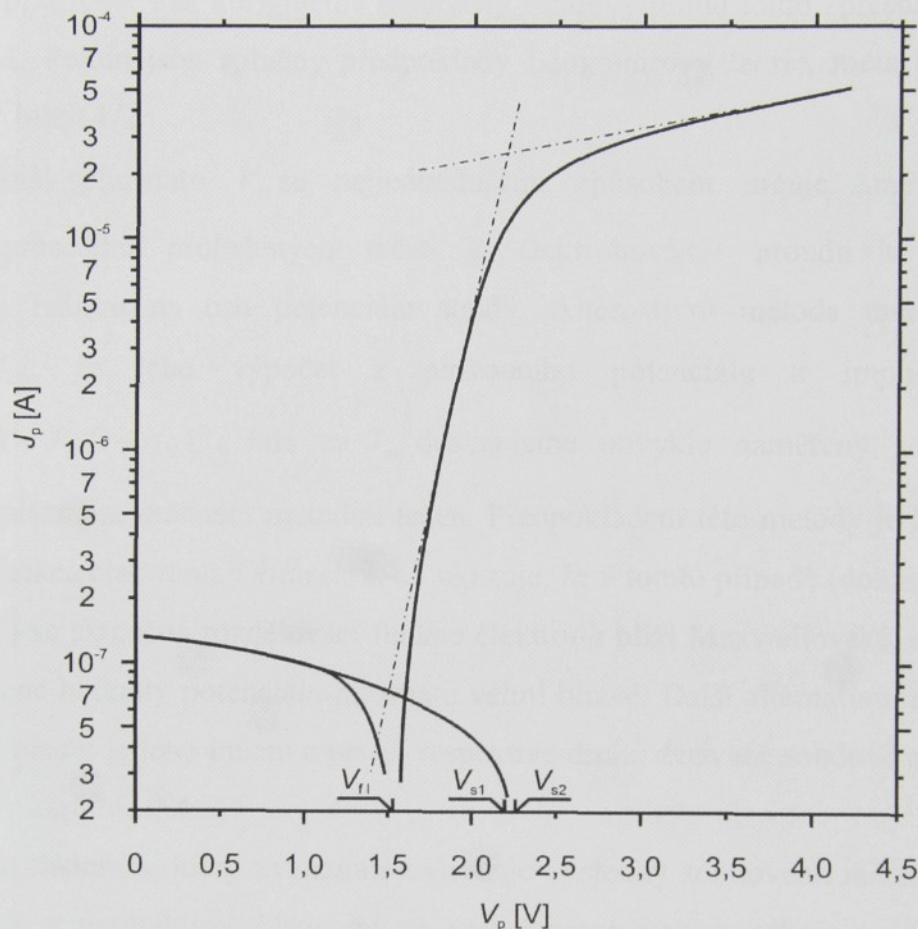
Výše uvedené jevy různého původu a vlivy napájení výboje tedy mohou, ať už jako jednotlivě působící nebo různě kombinované významně ovlivnit výsledky sondových měření, případně vlastní měření sondových charakteristik komplikovat. Předložená práce představuje příspěvek k řešení výše uvedených problémů.

2.4 Sondové teorie pro nízkoteplotní plazma

Langmuir a Mott - Smith vypracovali jako první teorii [1], jak z naměřené volt-ampérové charakteristiky sondy určit základní parametry plazmatu v blízkém okolí sondy. Tato teorie popisuje pouze plazma ve kterém se neuplatňují vlivy magnetického pole a nedochází ke srážkám nabitých částic s neutrálními částicemi v okolí sondy. Za předpokladu, že elektronová distribuční funkce odpovídá Maxwelllovskému rozdělení, je možné určit potenciál plazmatu, koncentraci a teplotu elektronů a koncentraci iontů. Pokud tento předpoklad neplatí, je možné určit elektronovou distribuční funkci a střední energii elektronů [1, 10].

Na obr. 2.4.1 je uvedena volt-ampérová charakteristika válcové sondy malých rozměrů, která byla vložena do dohasínajícího nízkoteplotního plazmatu v argonu, které obsahovalo jen elektrony a kladné ionty jednoho druhu [11]. Volt-ampérová charakteristika sondy byla měřena oproti referenční elektrodě. Povrch sondy byl mnohonásobně menší než povrch referenční elektrody, a proto hovoříme o jednosondové technice měření. Charakteristika je zobrazena v semilogaritmickém měřítku, které dovoluje vynést jen absolutní hodnoty proudu. V levé části obrázku je kladný proud iontů, v pravé části záporný proud elektronů. Při potenciálu sondy větším než potenciál plazmatu tvoří sondový proud prakticky pouze elektrony. Kladné ionty jsou odpuzovány kladnou sondou a v jejím okolí se vytváří vrstva záporného prostorového náboje. Pokud je potenciál sondy snižován a stává se zápornějším, než je potenciál plazmatu, elektrony musejí pronikat brzdným polem, které zabráni nízkoeenergetickým elektronům proniknout a dopadnout na sondu. Kolem sondy se vytváří vrstva kladného prostorového náboje tvořená kladnými ionty. Elektronová složka proudu sondou rychle klesá se zvyšujícím se záporným předpětím sondy. Při určité hodnotě tohoto napětí dochází k vyrovnání elektronové a iontové složky sondového proudu a sondový proud je nulový. Tato hodnota napětí V_{fl} na sondě viz obr. 2.4.1, je nazýváno plovoucí, „floating“ potenciál, nebo též potenciál izolované sondy. Pro dostatečně vysoký záporný potenciál sondy se elektronová složka sondového proudu zmenšuje, až je vzhledem k velikosti kladného iontového proudu zanedbatelná. Tento kladný iontový proud závisí dle elementární teorie Langmuira a Mott - Smithe na koncentraci iontů. Jeho závislost na napětí sondy je relativně slabá a proto se často hovoří o iontovém nasyceném proudu. Tato slabá závislost iontového proudu na napětí sondy se projevuje nejvíce u válcové a kulové sondy a souvisí se změnou rozměrů vrstvy prostorového náboje v okolí sondy. Podobná situace nastává, když je sonda dostatečně kladná oproti plazmatu. Zde je sondový proud tvořen výhradně elektrony

a je analogicky nazýván elektronový nasycený proud nebo proudem v akceleračním režimu pro elektrony, respektive pro ionty.



Obr. 2.4.1 Sondová charakteristika v semilogaritmické závislosti sondového proudu J_p , dle [11] na potenciálu sondy V_p , V_{fl} - plovoucí potenciál, V_{s1} , V_{s2} - potenciál plazmatu, určený dvěma různými metodami (viz text).

Aby bylo možno vyjádřit grafickou závislost elektronového proudu jako funkci záporného potenciálu sondy v přechodové oblasti, kde elektronový proud je srovnatelný se složkou iontového proudu, je nutno iontovou složku proudu od elektronového proudu oddělit. Oddělení lze provést pomocí extrapolace iontového proudu například lineární funkcí. Po korekci na iontový proud je elektronová část proudu sondy prakticky exponenciálně závislá na předpětí sondy - elektronový proud klesá s hodnotou záporného předpětí sondy jako funkce $\exp(-\eta)$. Vzhledem k tomu, že normovaný potenciál $\eta = \frac{q(V_p - V_s)}{kT_e}$, je možno ze „sklonu“ takto získané přímky (v semilogaritmickém měřítku) v první iteraci určit teplotu

elektronů T_e . Zpřesnění hodnoty T_e je možné ve druhé iteraci tím, že iontový proud extrapolujeme podle vztahu $J_i = J_{i0}(1 + \eta)^\kappa$, kde J_{i0} je iontová složka sondového proudu v potenciálu plazmatu. Pak korigujeme naměřený sondový proud touto zpřesněnou metodou, viz obr. 2.4.1. Pokud jsou splněny předpoklady Langmuirovy teorie, měla by se hodnota exponentu κ blížit 1/2.

Potenciál plazmatu V_{s1} se nejjednodušším způsobem určuje „metodou tečen“, vynesením průsečíku proložených tečen k elektronovému proudu v akceleračním a retardačním režimu na osu potenciálu sondy. Alternativní metoda určení potenciálu plazmatu V_{s2} , je jeho výpočet z plovoucího potenciálu z implicitní rovnice $J_{e0} \exp(-\eta_{fl}) = J_{i0}(1 + \eta_{fl})^\kappa$, kde za J_{e0} dosazujeme obvykle naměřený sondový proud v potenciálu plazmatu určeném metodou tečen. Předpokladem této metody je Maxwelllovská rozdělovací funkce elektronů. Obrázek 2.4.1 ukazuje, že v tomto případě (dohasínající plazma – „afterglow“) se skutečná rozdělovací funkce elektronů blíží Maxwelllovské, a proto si jsou obě takto určené hodnoty potenciálu plazmatu velmi blízké. Další alternativní metodu určení potenciálu plazmatu je jeho určení z první, respektive druhé derivace sondové charakteristiky popsané dále v kapitole 2.4.5.

Dalším faktorem, který významně ovlivňuje výsledky sondového měření jsou srážky nabitých částic s neutrálními částicemi ve vrstvě prostorového náboje v okolí sondy se kterými souvisejí pracovní režimy sondy.

2.4.1 Pracovní režimy sondy

Pro vyhodnocení parametrů plazmatu, respektive volbu odpovídajícího modelu toku nabitých částic na sondu je potřeba též určit pracovní režim sondy například dle [3]. V následující části jsou popsány pracovní režimy sondy, pro jejichž určení jsou výchozími parametry střední volná dráha elektronů λ_e a střední volná dráha iontů λ_i , rozměry sondy R_p , koncentrace elektronů n_e , teplota elektronů T_e . Z těchto parametrů pak můžeme vyjádřit nejprve Debyeovu stínící délku λ_D jako:

$$\lambda_D = \sqrt{\frac{\epsilon_0 k T_e}{n_e q_0^2}}, \quad (2.1)$$

kde ϵ_0 je permitivita vakua, k Boltzmannova konstanta, q_0 elementární náboj.

Podle velikosti Debyeovy stínící vzdálenosti, respektive tloušťky stínící vrstvy λ_D v okolí sondy a rozměrů sondy R_p , pro případ že střední volné dráhy elektronů a iontů $\lambda_{e,i}$ jsou vzhledem k tloušťce vrstvy velké, tedy pro $\lambda_{e,i} \gg \lambda_D$, můžeme určit dva pracovní režimy sondy. Oba režimy jsou bezesrážkové, to znamená, že nepředpokládají srážky nabitých částic s neutrálními částicemi ve vrstvě prostorového náboje v okolí sondy.

Za podmínky že $\lambda_D \gg R_p$, nazýváme tento pracovní režim OML (**O**rbital **M**otion **L**imit). V tomto případě se nabitě částice pohybují v tlusté vrstvě prostorového náboje v okolí sondy. Tento pracovní režim sondy je nejčastěji využíván při sondové diagnostice nízkoteplotního plazmatu.

Za podmínky že $R_p \gg \lambda_D$ nazýváme tento pracovní režim SCHL (**S**pace **C**harge **L**imit). V tomto případě se nabitě částice pohybují v tenké vrstvě prostorového náboje v okolí sondy. Pracovního režimu „SCHL” je při experimentálním měření méně často využíváno, protože sondové proudy jsou relativně velké a při vlastním měření sondových charakteristik může docházet k ovlivňování zkoumaného plazmatu.

Jak vyplývá z výše uvedeného určení bezesrážkového režimu sondy, vychází tento postup z poměru, respektive relací mezi $\lambda_{e,i}$, λ_D , R_p . Pro poměry těchto charakteristických „délek” plazmatu byly zavedeny parametry pro stanovení pracovního režimu sondy a nazývají se:

Knudsenovo číslo $K_{i,e}$, které je poměrem mezi střední volnou dráhou iontů nebo elektronů a rozměry sondy dle:

$$K_{i,e} = \frac{\lambda_{e,i}}{R_p}, \quad (2.2)$$

kde $\lambda_{e,i}$ je střední volná dráha elektronů iontů nebo iontů a R_p jsou rozměry, respektive poloměr sondy.

Dalším určujícím parametrem pracovního režimu sondy je Debyeovo číslo D_λ , které udává poměr mezi rozměry sondy R_p a Debyeovou stínící vzdáleností λ_D dle:

$$D_\lambda = \frac{R_p}{\lambda_D}. \quad (2.3)$$

Dalším parametrem který ovlivňuje tok částic na sondu je stupeň anizotermicity plazmatu τ . Jedná se o poměr mezi teplotou elektronovou T_e a teplotou iontů T_i :

$$\tau = \frac{T_e}{T_i}. \quad (2.4)$$

Pro zkoumané výboje, respektive plazma uvedené v této práci je předpokládána anizotermicita plazmatu $\tau \gg 1$, to znamená, že elektronová teplota je mnohonásobně vyšší než teplota iontů $T_e \gg T_i$.

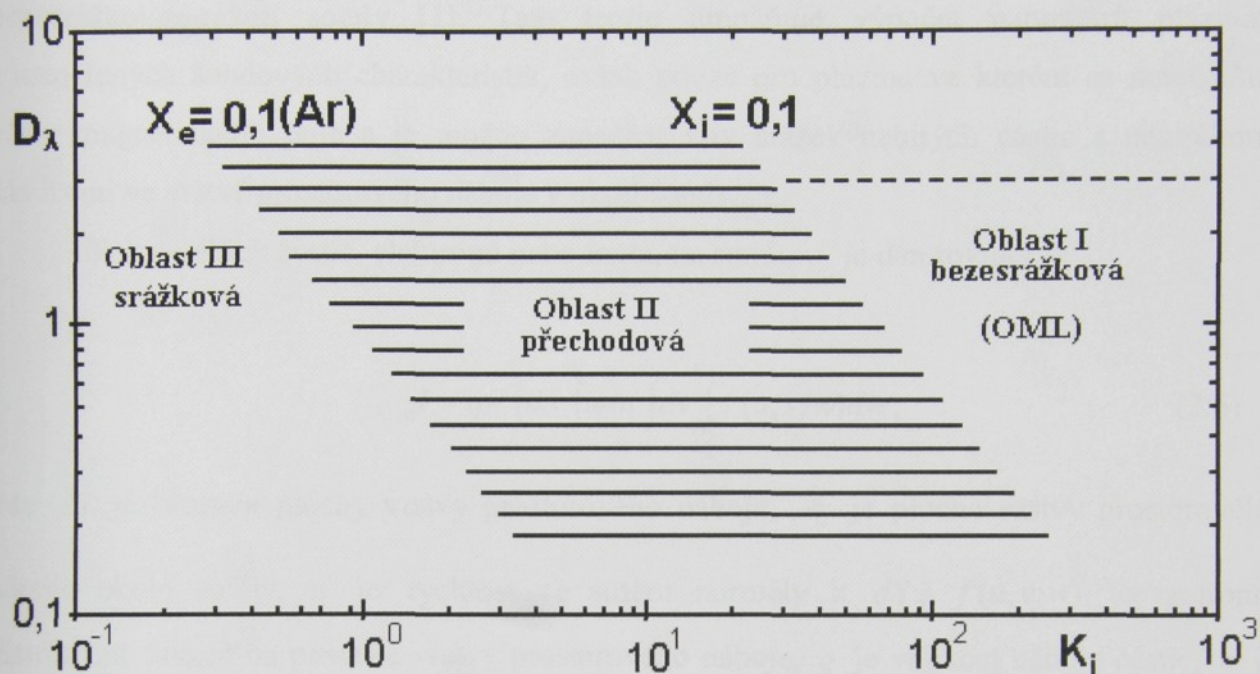
Dalším parametrem pro určení pracovního režimu sondy jsou výše zmíněné srážky, respektive počet srážek elektronů X_e a iontů X_i s neutrálními částicemi ve vrstvě prostorového náboje v okolí sondy.

Jelikož Knudsenovo číslo $K_{i,e}$ představuje poměr střední volné dráhy elektronů nebo střední volné dráhy iontů ku rozměrům - poloměru sondy, je součin $X_{i,e} = (D_\lambda \cdot K_{i,e})^{-1}$ úměrný počtu srážek těchto nabitých částic s neutrálními atomy nebo molekulami ve vrstvě prostorového náboje v okolí sondy. Vzhledem k tomu, že se tloušťka vrstvy prostorového náboje v okolí sondy mění v závislosti na potenciálu sondy, je součin $X_{i,e} = (D_\lambda \cdot K_{i,e})^{-1}$ také funkcí potenciálu sondy. Pro daný potenciál sondy lze počet srážek elektronů a iontů s neutrálními atomy ve vrstvě zobrazit dle [12], jako grafickou závislost D_λ na K_i . Tato závislost pro D_λ na K_i je zobrazena na obr. 2.4.2. pro $\eta = 15$, kde η je tak zvaný normovaný, bezrozměrný potenciál sondy, vyjádřený vztahem:

$$\eta = \frac{q_0 (V_p - V_s)}{kT_e}, \quad (2.5)$$

kde q_0 je náboj elektronu, V_p potenciál sondy, V_s potenciál plazmatu, k Boltzmannova konstanta a T_e teplota elektronů. Parametr $D_\lambda \leq 3$ vymezuje podle Laframboise [13] oblast, kde lze popsat sondový proud dle modelu OML (**O**rbital **M**otion **L**imit). V tomto případě se předpokládá bezsrážkový pohyb nabitých částic v tlusté vrstvě prostorového náboje v okolí sondy. Jak je vidět na této závislosti, pracovní režim sondy může být rozdělen přibližně do tří oblastí, které jsou odděleny čarami, vyjadřujícími počet srážek elektronů a iontů s neutrálními částicemi ve vrstvě prostorového náboje, v případě že platí $X_{i,e} = 0,1$. V takovém případě lze očekávat, že relativní chyba měřeného elektronového a iontového proudu způsobená srážkami ve vrstvě prostorového náboje v okolí sondy nepřekročí 10 %, což je pro dosahovanou

přesnost většiny sondových měření, respektive získaných parametrů plazmatu, přijatelná chyba.



Obr. 2.4.2 Závislost D_λ na K_i pro Ar, $\eta = 15$, tři pracovní režimy sondy, dle [12].

V pracovním režimu sondy, jež představuje oblast označená na obr. 2.4.2 jako **I**, kde $X_{i,e} \leq 0,1$, je možno vliv srážek elektronů a iontů s neutrálními částicemi ve vrstvě prostorového náboje v okolí sondy zanedbat. Pokud se sonda nachází v tomto pracovním režimu sondy lze použít bezsrážkový model pro elektronový i iontový proud.

V případě, že $X_i \geq 0,1$ a $X_e \leq 0,1$ viz oblast **II** na obr. 2.4.2, může být elektronový proud popsán bezsrážkovým modelem, ale už by neměly být zanedbány srážky iontů ve vrstvě prostorového náboje v okolí sondy pro oblast iontového proudu.

Za podmínek, že spadá pracovní režim sondy do oblasti **III** na obr. 2.4.2, kde $X_{i,e} \geq 0,1$, musejí být do modelu sondového proudu zahrnuty korekce pro srážky jak elektronů, tak i iontů.

Předložená práce se zabývá aplikacemi sondové diagnostiky v nízkoteplotním technologickém plazmatu a tak jsou popsány pracovní režimy sondy se kterými se můžeme v nízkoteplotním plazmatu s relativně nízkými koncentracemi částic převážně setkat. Pro úplnost, při použití sondové diagnostiky za vyšších tlaků existují ještě další pracovní režimy sondy (například kontinuální režim), které zde vzhledem k zaměření práce nejsou uvedeny.

2.4.2 Model sondového proudu pro bezsrážkový pracovní režim sondy

Langmuir a Mott - Smith vypracovali první teorii sondové diagnostiky pro bezsrážkový režim sondy [1]. Tato teorie umožňuje výpočet parametrů plazmatu z naměřených sondových charakteristik, avšak pouze pro plazma ve kterém se neuplatňují vlivy magnetického pole a je možno zanedbat vliv srážek nabitých částic s neutrálními částicemi ve vrstvě prostorového náboje v okolí sondy.

Tok nabitých částic, elektronů nebo iontů, na sondu J je dán rovnicí:

$$J = qn \int_0^{A_s} dS \int_{u_1}^{u_2} u du \int_{v_1}^{v_2} dv \int_{w_1}^{w_2} f(u, v, w) dw, \quad (2.6)$$

kde dS je element plochy vrstvy prostorového náboje, A_s je plocha vrstvy prostorového náboje okolo sondy, u je rychlost ve směru normály k dS , $f(u, v, w)$ je izotropní distribuční funkce na povrchu vrstvy prostorového náboje, q je velikost náboje částic, n je koncentrace nabitých částic a $u_1, u_2, v_1, v_2, w_1, w_2$ jsou integrační meze rychlostního intervalu ve kterém zkoumané částice dosahují povrchu sondy.

Při experimentálních měřeních byly použity výhradně válcové sondy a tak je prezentován pouze model proudu tekoucího na válcovou sondu.

Pro válcovou sondu s osou rovnoběžnou se směrem rychlosti w a při označení rychlosti kolmé a tečné k povrchu sondy u, v , můžeme vyjádřit proud J tekoucí na sondu jako:

$$J = q_0 n \int_0^{A_s} dS \int_{u_1}^{u_2} u du \int_{v_1}^{v_2} G(u, v) dv, \quad (2.7)$$

kde funkce $G(u, v)$ je rovna:

$$G(u, v) = \int_{-\infty}^{+\infty} f(u, v, w) dw. \quad (2.8)$$

V základní teorii je výpočet sondového proudu dle (2.7) možný za předpokladu, že tlak plynu je tak nízký, že je počet srážek nabitých částic s neutrálními molekulami nebo atomy ve vrstvě prostorového náboje obklopujícího sondu zanedbatelně malý. Langmuir a Mott - Smith také předpokládali, že změna potenciálu probíhá pouze uvnitř vrstvy a proto mimo vrstvu je plazma kvazineutrální (dokonalé stínění). Za výše uvedených předpokladů byl vypočten proud nabitých částic na sondu pro urychlující i brzdny potenciál mezi sondou a plazmatem, jak je uvedeno v následujícím odstavci.

2.4.3 Tok nabitých částic na sondu v akceleračním potenciálu sondy

V akceleračním kladném nebo záporném potenciálu sondy vzhledem k potenciálu plazmatu, dochází k urychlování nabitých částic směrem k povrchu sondy, což se projevuje nárůstem odpovídající elektronové nebo iontové složky sondového proudu. Pro experimentálně použitou válcovou sondu jsou meze složek rychlostí: $u_1 = 0$, $u_2 = \infty$, pro $v_1 = -v^*$ a $v_2 = v^*$, kde v^* je rovno:

$$v^* = \sqrt{\frac{u_s - \frac{2q(V_p - V_s)}{m}}{\frac{R_s^2}{R_p^2} - 1}}, \quad (2.9)$$

kde u_s je složka rychlosti kolmá k ose sondy na povrchu vrstvy prostorového náboje v okolí sondy, V_p je potenciál sondy, V_s potenciál plazmatu, q je elektrický náboj dopadající částice, m je hmotnost dopadající částice na sondu. R_s je poloměr válcové vrstvy prostorového náboje a R_p je poloměr válcové sondy.

Pro Maxwellovskou rozdělovací funkci rychlostí nabitých částic platí:

$$G(u, v) = \frac{m}{2\pi kT} \exp\left[-\frac{m(u^2 + v^2)}{2kT}\right], \quad (2.10)$$

kde T je teplota nabitých částic platí např. dle [13] že proud

$$J = A_p j_r F, \quad (2.11)$$

kde $F = \frac{R_s}{R_p} \sqrt{\text{erf}\Phi} + e^\eta (1 - \sqrt{\text{erf}(\Phi + \eta)})$, $\Phi + \eta = \frac{R_s^2}{R_s^2 - R_p^2}$, η je bezrozměrný sondový

potenciál normovaný na elektronovou teplotu ve voltech V_T je roven:

$$\eta = \frac{V_p - V_s}{V_T} = \frac{q_0(V_p - V_s)}{kT_e}, \quad (2.12)$$

$\text{erf}(x) = \frac{2}{\pi} \int_0^x e^{-t^2} dt$ je chybová funkce, A_p je plocha sondy, $j_r = \frac{1}{4} n \bar{v}$ je tok nabitých částic

na jednotku plochy povrchu vrstvy prostorového náboje kolem sondy

($\bar{v} = \sqrt{\frac{8kT}{\pi m}}$ je nejpravděpodobnější rychlost nabitých částic).

Jak bylo uvedeno v kapitole 2.4.1, existují zde dva pracovní režimy sondy, respektive limitní případy:

a) Rozměry vrstvy prostorového náboje v okolí sondy jsou velké ve srovnání s rozměry sondy ($R_s \gg R_p$) a Debyeovo číslo $D_\lambda \rightarrow 0$.

b) Rozměry vrstvy prostorového náboje v okolí sondy jsou malé ve srovnání s rozměry sondy ($R_s - R_p \ll R_p$) a Debyeovo číslo $D_\lambda \rightarrow \infty$.

V případě a), kdy rozměry sondy jsou malé ($R_s \gg K_i$) vzhledem k rozměrům vrstvy prostorového náboje a $D_\lambda \rightarrow 0$, pracuje válcová sonda v popsaném režimu „OML“ a pro normovaný potenciál $\eta \gg 1$ můžeme z rovnice (2.11) dostat:

$$F \cong \frac{2}{\sqrt{\pi}} \sqrt{\eta}. \quad (2.13)$$

Z rovnic (2.11) a (2.13) vyplývá pro válcovou sondu, že druhá mocnina proudu v nasycené oblasti, vynesená jako závislost na potenciálu sondy, bude pro velká $\eta \gg 1$ lineární.

Směrnice závislosti J^2 na V_p může být využita pro určení koncentrace n nabitých částic dle vztahu:

$$\left(\frac{\Delta J^2}{\Delta V_p} \right) = \frac{2}{\pi^2} A_p^2 \frac{q}{m} n^2. \quad (2.14)$$

Za podmínek režimu sondy „OML“ plyne z rovnice (2.13), že nasycený iontový proud je roven:

$$J_{i0} = J_{i0}(1 + \eta)^\kappa, \quad (2.15)$$

kde J_{i0} je extrapolovaný iontový proud v potenciálu plazmatu pro $\eta = 0$, κ je přibližně rovno pro válcovou sondu 0,5, jeho hodnota se pohybuje v rozmezí $0,5 \div 1$. Parametry J_{i0} a κ z rovnice (2.15) získáme z aproximace průběhu iontového proudu v intervalu napětí sondy, kdy elektronová složka sondového proudu v retardačním režimu je zanedbatelná vzhledem k velikosti iontového proudu.

V případě b), kdy rozměry vrstvy prostorového náboje jsou relativně malé vzhledem k rozměrům sondy ($R_s - R_p \ll R_p$, $D_\lambda \rightarrow \infty$) a válcová sonda pracuje ve výše popsaném režimu „SCHL“, nabývá funkce F tvaru:

$$F \cong \frac{R_s}{R_p}. \quad (2.16)$$

Ze vztahů (2.11) a (2.16) vyplývá, že pro výpočet koncentrace nabitých částic je potřeba stanovit poloměr R_s vrstvy prostorového náboje obklopujícího sondu. Velikost sondového proudu se bude řídit třípolovinovým zákonem a bude dána velikostí prostorového náboje. Pro válcovou sondu je možno vypočítat rozměry vrstvy (l_p je délka sondy), respektive R_s z následující rovnice:

$$\frac{R_s}{R_p} \beta^2 = \frac{8\sqrt{2}}{9} \pi \varepsilon_0 \sqrt{\frac{q_0}{m}} l_p \frac{V^{3/2}}{R_p J_i}. \quad (2.17)$$

Závislost koeficientu β^2 na poměru R_s/R_p je tabelována a lze ji nalézt například v [15].

2.4.4 Tok elektronů na sondu v retardačním potenciálu sondy

V této části se budeme zabývat elektronovým proudem v oblasti, kde je potenciál sondy záporný vůči plazmatu. V této oblasti se elektrony pohybují směrem k sondě v brzděném poli, které zabraňuje nízkoenergetickým elektronům dosáhnout povrchu sondy a kolem sondy se vytváří vrstva prostorového náboje tvořená kladnými ionty.

V tomto případě je též možné pro válcovou sondu vyjádřit elektronový proud z rovnice (2.7) jako:

$$J_e = 2q_0 n_e A_p \int_{v'}^{\infty} y^2 G(y) \sqrt{1 - \frac{2q_0 V_p}{m_e y}} dy, \quad (2.18)$$

kde $y^2 = u^2 + v^2$, $v' = \sqrt{\frac{2q_0 V_p}{m_e}}$, $G(y)$ je elektronová distribuční funkce, n_e koncentrace elektronů, q_0 náboj elektronu, m_e hmotnost elektronu.

Pokud je elektronová rozdělovací funkce Maxwelllovská, je možno získat vztah pro elektronový proud z rovnice (2.18):

$$J_e = A_p n_e \left(\frac{kT_e}{2\pi m_e} \right) \exp\left(-\frac{q_0 V_p}{kT_e} \right). \quad (2.19)$$

Semilogaritmická závislost elektronového proudu na potenciálu sondy je pak lineární. Sklon, respektive směrnice lineární závislosti pak může být využita k určení teploty elektronů.

Pokud odpovídá elektronová rozdělovací funkce modelu dle Druyvesteyna [1, 16], pak je vyjádřena vztahem:

$$F(c) = \frac{1,94}{4\pi c_n^3} \exp\left(-\frac{W}{2W_n^2} \right), \quad (2.20)$$

kde c_n je nejpravděpodobnější rychlost, W energie a W_n nejpravděpodobnější energie elektronů, pak je možno elektronovou složku sondového proudu vyjádřit dle [16] :

$$J_e = \frac{1,94}{8} c_p q_0 n_e A_p \left\{ \sqrt{\pi} [\varphi(y) - y(1 - \Phi(y))] \right\}, \quad (2.21)$$

kde $y = \frac{q_0 V}{\sqrt{2W_n}}$, $\Phi(y) = \frac{1}{\sqrt{\pi}} \int_{-y}^{+y} e^{-x^2} dx$, $\varphi(y) = \frac{\exp(-y^2)}{\sqrt{\pi}}$, $V = V_p - V_s$ je rozdíl potenciálu sondy a potenciálu plazmatu, n_e koncentrace elektronů, q_0 elementární náboj elektronu a A_p plocha sondy. Navíc se ukazuje, že pro potenciálové rozdíly, které splňují podmínku:

$$V \geq \frac{\sqrt{2W_n}}{q_0}, \quad (2.22)$$

blíží se grafická závislost elektronového proudu J_e na potenciálu V_p v semilogaritmické stupnici tvaru paraboly:

$$\log J_e = C_2 V_p^2 + C_1 V_p + C_0. \quad (2.23)$$

Koeficienty C_1 a C_2 jsou pak rovny:

$$C_1 = \frac{1}{V_p} [0,398(V_s/V_n) + 0,359], \quad C_2 = -\frac{0,199}{W_n^2}, \quad (2.24)$$

kde W_n je nejpravděpodobnější energie elektronů v eV. Určením hodnot koeficientů C_1 a C_2 metodou nejmenších čtverců, můžeme vypočítat nejpravděpodobnější energii elektronů W_n . Navíc, pokud je grafická závislost funkce $\log J_e = f(V_p - \alpha)^2$, kde $\alpha = V_p - 0,902 V_n$ v semilogaritmické stupnici lineární, pak je ověřeno, že elektronová rozdělovací funkce je Druyvesteynovská a je z ní možné určit parametr W_n který charakterizuje střední energii elektronů podobně, jako v Maxwellovském rozdělení teplota elektronů.

2.4.5 Určení potenciálu plazmatu

Důležitý parametr při aplikaci sondové diagnostiky plazmatu je potenciál plazmatu. Jak bylo uvedeno v kapitole 2.4, viz obr. 2.4.1, potenciál plazmatu lze určit ze sondové charakteristiky zobrazené v semilogaritmické stupnici. Hodnotu potenciálu plazmatu je možno informativně stanovit metodou proložení tečen přechodovou částí sondové

charakteristiky a oblastí nasyceného elektronového proudu. Poloha vzniklého průsečíku obou tečen, promítnutá na osu potenciálu sondy přibližně odpovídá hodnotě potenciálu plazmatu. Potenciál plazmatu může být určen též jako potenciál sondy, při kterém prochází druhá derivace sondové charakteristiky nulou nebo analogicky z abscisy maxima první derivace sondové charakteristiky.

Potenciál plazmatu může být též stanoven výpočtem z naměřené hodnoty „floating“ potenciálu, respektive z potenciálu izolované sondy. V tomto bodě sondové charakteristiky jsou si rovny elektronová složka a iontová složka sondového proudu. Můžeme vyjádřit vztah dle [17] pro normovaný potenciál izolované sondy η_{fl} z rozdílu naměřeného potenciálu izolované sondy V_{fl} a potenciálu plazmatu V_s dle:

$$\eta_{fl} = \left| \frac{q_0 (V_{fl} - V_s)}{kT_e} \right| \quad (2.25)$$

a normovaný potenciál plazmatu může být vypočten z implicitní rovnice:

$$J_i^*(\eta_{fl}) = \sqrt{\frac{m_i}{m_e}} \exp(-\eta_{fl}), \quad (2.26)$$

kde $J_i^* = J_i / J^*$ je iontový proud normovaný faktorem:

$$J^* = nq_0 A_p \sqrt{\frac{kT_e}{2\pi m_i}}, \quad (2.27)$$

kde m_i je hmotnost iontu, n koncentrace nabitých částic, q_0 elementární náboj a A_p je plocha sondy.

Určení potenciálu plazmatu může být ovlivněno jevy na povrchu sondy. Například sekundární emise elektronů v důsledku dopadů metastabilních atomů na povrch sondy nebo fotoemise [15, 18] mohou způsobit nadhodnocení měřeného iontového proudu a jejich kvantifikace je obtížná. Vyjmenované jevy deformují sondové charakteristiky a proto bod průchodu nulou jejich druhé derivace nebo maximum jejich první derivace nemusí přesně odpovídat potenciálu plazmatu [19].

Jak již bylo zmíněno v úvodu, výše popsaná teorie nízkoteplotního plazmatu vytvořená Langmuirem a Mott-Smithem ve dvacátých letech minulého století může posloužit jako prvotní vodítko při posuzování naměřených dat sondové diagnostiky plazmatu. S dostatečnou přesností je klasická teorie použitelná v některých výše uvedených případech při splnění konkrétních definovaných výchozích parametrů (OML), které potvrzují její

platnost. Fundamentální teorie je prakticky použitelná převážně za nízkých tlaků pracovního plynu v nízkoteplotním plazmatu bez vlivu magnetického pole na pohyb nabitých částic.

S prvními nesrovnalostmi v platnosti této základní teorie se setkali již její objevitelé aplikací na neizotermní plazma obloukového výboje. Výsledkem byl výrazný rozdíl mezi vypočtenými hodnotami koncentrací iontů a elektronů. Tato diskrepance byla způsobena nikoliv porušením kvazineutrality plazmatu, ale nesprávnou interpretací naměřených dat ze sondových měření. To iniciovalo další práce na zdokonalení modelu Langmuirovy sondy. Na vypracování modelů sběru nabitých částic Langmuirovou sondou v rozličných experimentálních podmínkách se v minulém století významně podílela celá řada fyziků, mezi mnohými citovaní [15, 16, 20, 21].

Jako příklad i v současnosti úspěšně používaného modelu je možno uvést práci Allena, Boyda a Reynoldse [20] (teorie ABR), kteří předpokládali neizotermické plazma s „chladnými“ ionty, tj. kdy teplota kladných iontů T_i v dostatečné vzdálenosti od sondy je zanedbatelná v poměru k teplotě elektronové T_e ($\tau \gg 1$).

Teorie Bernsteina a Rabinowitze [20] byla vypracována pro monoenergetické ionty a dále ji rozšířil Laframboise [13] pro Maxwelllovskou rozdělovací funkci energií iontů.

2.5 Určení parametrů plazmatu pro ne-Maxwellovské plazma

V této části je popsáno vyhodnocení parametrů bezesrážkového plazmatu, kde rozdělovací funkce energií elektronů není Maxwelllovská. Určit střední hodnotu energie a koncentraci elektronů je možné rozdělovací funkce elektronů (EEDF) vypočtené z naměřené sondové charakteristiky. Uvedený postup byl popsán již Mott-Smithem a Langmuirem v práci [1, 16] pro Knudsenovo číslo $(\lambda_e / R_p) \gg 1$. Druyvesteyn [16] rozšířil jeho platnost na plochou a válcovou sondu. Kagan a kol. [14] ověřil jeho platnost na libovolnou nekonkávní sondu.

Tato metoda je vhodná ke zpracování měření v nehomogenním, případně i v anizotropním plazmatu, tj. v systémech, kde se mění parametry plazmatu a případně i rozdělovací funkce elektronů v závislosti na prostorových souřadnicích, případně i na směru. Protože prováděné experimenty prezentované ve 3. a 4. části práce se zabývaly právě sondovou diagnostikou v plazmo - chemických reaktorech s prostorovým rozlišením, kde z předběžných měření vyplynulo, že rozdělovací funkce nebyla obecně Maxwelllovská, byla tato metoda standardně použita pro vyhodnocení naměřených dat.

Jak bylo zmíněno výše, pokud elektronová distribuční funkce (Electron Energy Distribution Function) není Maxwelllovská, je možné získat parametry plazmatu jako je koncentrace elektronů a jejich střední energie například dle [3] z experimentálně určené druhé derivace sondového proudu:

$$\frac{d^2 J_e}{dV^2} = \left(\frac{q_0}{2} \right)^{\frac{3}{2}} m_e^{-\frac{1}{2}} n_e A_p F(V), \quad (2.28)$$

kde $F(V)$ je elektronová distribuční funkce, $V = V_s - V_p$ rozdíl mezi potenciálem plazmatu V_s a sondovým V_p potenciálem, q_0 a n_e je náboj a hmotnost elektronu a A_p je plocha sondy.

Při splnění normalizační podmínky:

$$\int_0^{\infty} F(V) V^{\frac{1}{2}} dV = 1. \quad (2.29)$$

Rovnice (2.28) ukazuje, že elektronová distribuční funkce může být určena, pokud je známa druhá derivace elektronové složky sondového proudu. Existují různé techniky pro určení druhé derivace sondové charakteristiky. Druhou derivací elektronové složky sondového proudu je možné určit z druhé derivace sondové charakteristiky pokud je známa druhá derivace složky iontového proudu. Obvykle je druhá derivace elektronové složky sondového proudu J_e nahrazována druhou derivací celkového sondového proudu $J_p'' = d^2 J_p / dV^2$, kde $J_p = J_e + J_i$. To znamená vzhledem k iontové složce proudu J_i , že druhá derivace složky kladného iontového sondového proudu v závislosti na potenciálu sondy může být zanedbána.

Koncentrace elektronů n_e je pak vypočtena jako:

$$n_e = \left(\frac{2}{q_0} \right)^{\frac{3}{2}} \frac{m_e^{\frac{1}{2}}}{A_p} \int_0^{\infty} V^{\frac{1}{2}} \frac{d^2 J_p}{dV^2} dV. \quad (2.30)$$

Střední energie elektronů E_{st} je dána vztahem:

$$E_{st} = q_0 \frac{\int_0^\infty V^{\frac{3}{2}} \frac{d^2 J_p}{dV^2} dV}{\int_0^\infty V^{\frac{1}{2}} \frac{d^2 J_p}{dV^2} dV}. \quad (2.31)$$

Jak již bylo uvedeno v části 2.4.5, z průchodu nulou druhé derivace sondové charakteristiky je též možné určit potenciál plazmatu, který z různých důvodů nemusí být potenciál plazmatu určen přesně. Výše uvedené jevy jako například sekundární emise, dopady metastabilních atomů nebo znečištění povrchu sondy deformují tvar sondové charakteristiky a to se následně projeví při výpočtu druhé derivace v oblasti potenciálu plazmatu, respektive průchod druhé derivace sondové charakteristiky nulou neodpovídá přesně hodnotě potenciálu plazmatu. Další deformace sondové charakteristiky mohou způsobit srážky nabitých částic ve vrstvě prostorového náboje v okolí sondy. Touto problematikou se zabývali například Klagge a Tichý a stanovili podmínky, za kterých je možno vliv srážek zanedbat [22].

Na závěr 2. části práce, která představuje teoretický úvod do sondové diagnostiky plazmatu je nutno poznamenat, že je zde zmíněna pouze nezbytná část teorie toku nabitých částic na sondu, která popisuje bezsrážkové modely sondového proudu pro jednosondová měření. Jak bylo uvedeno v úvodu, modely sondového proudu byly a jsou stále dopracovávány a rozšiřovány pro různé pracovní podmínky a vlivy na sondová měření a jejich uvedení by přesahovalo rozsah předkládané práce.

Při experimentech, jejichž výsledky jsou též součástí předložené práce, byla pro sondovou diagnostiku plazmatu použita též technika měření dvojicí sond. Tato metoda měření a interpretace naměřených dat byla použita při diagnostice plazmatu s prostorovým rozlišením parametrů mikrovlnného výboje generovaného povrchovou vlnou - surfatronem. Určení parametrů plazmatu, respektive postup výpočtu parametrů plazmatu při sondové diagnostice měřením metodou dvojice sond je popsán v kapitole 6.3.

Literatura 2

- [1] LANGMUIR, I., MOTT-SMITH, H. M. Gen. Elec. Rev. 26 (1923) p. 731.
- [2] BOULOS, M., FAUCHAIS, P., EFENDER, E. Diagnostic techniques in thermal plasma processing, in DOE report, no. DOE/ER-0270, 1 - 2 (1986).

-
- [3] HIPPLER, R., PFAU, S., SCHMIDT, M., SCHOENBACH, K. Low Temperature Plasma Physics - Fundamental Aspects and Applications. Berlin: Wiley - VCH Verlag, 2001.
- [4] ADÁMEK, P., KALČÍK, J., ŠÍCHA, M., TICHÝ, M., BIEDERMAN, H., SOUKUP, L., JASTRABÍK, L. Contribution to the Application of the Probe technique for Plasma Monitoring in the Ar and n-Hexane Mixture Plasma during the Polymerization Process, Czechoslovak Journal of Physics, vol. 49 (1999) 12, p. 1685 - 1701.
- [5] ČADA, M., HUBIČKA, Z., ŠÍCHA, M., CHURPITA, A., JASTRABÍK, L., SOUKUP, L., TICHÝ, M. Surface and Coatings Technology 174-175 (2003) p. 530-534.
- [6] ŠPATENKA, P., ENDRES, H. J., KRUMREICH, J., COOK, R.W. Surface and Coatings Technology 116-119 (1999) p. 1228.
- [7] KALČÍK, J. Diagnostika plazmatu pomocí ohřívané sondy. [Doktorská disertační práce], Praha: MFF UK, 1996.
- [8] KALČÍK, J. Czechoslovak Journal of Physics 45 (1995) p. 241.
- [9] BRADLEY, J.W., THOMPSON, S., ARANDA GONZALVO, Y. Measurement of the plasma potential in a magnetron discharge and the prediction of the electron drift speeds. Plasma Sources Science and Technology 10 (2001) p. 490 - 501.
- [10] LANGMUIR, I., MOTT - SMITH, H. M. Phys. Rev., 28 (1926) p. 727.
- [11] ŠÍCHA, M., TICHÝ, M., HRACHOVÁ, V. Langmuir Probe Measurement in the Low and the Middle Pressure Plasma I. Praha: MFF UK, 1996.
- [12] TICHÝ, M., ŠÍCHA, M., DAVID, P., DAVID, T. Contrib. Plasma. Phys. 34 (1994) 1, p. 59.
- [13] LAFRAMBOISE, J. G. In UTIAS Report 100 (1966), Toronto: University of Toronto.
- [14] KAGAN, J. M., PEREL, M. Uspechy Fiz. Nauk, 81 (1963) p. 409.
- [15] CHEN, F. F. Plasma Diagnostic Techniques. NY-London: Academic Press (1966).
- [16] DRUYVESTYEN, M.J. Zeitschrift für Physik, 64 (1930) p. 781.
- [17] NUHN, B., Peter, G. In Proc. XIV ICPIG, Berlin (1977) p. 97.
- [18] AISBERG, S. In 3. Symp. on Engineering Aspects of Magneto-hydrodynamics (1963) p. 89.
- [19] SEIFERT, M., JOHANNING, D., LEHMANN, H. R., BANKOV, N. Beiträge der Plasmaphysik 26, (1986) p. 237.
- [20] ALLEN, J. E., BOYD, R. L. F., REYNOLDS, P. In Proc. Phys. Soc. London 70B (1957), 297.
- [21] BERNSTEIN, I. B., RABINOVWITZ, I. N. Phys. Fluids 2 (1959) 2, p.112.
- [22] KLAGGE, S., TICHÝ, M. Czechoslovak Journal of Physics B 35 (1985) p. 988.

3 SONDOVÁ DIAGNOSTIKA PLAZMATU S PROSTOROVÝM ROZLIŠENÍM V PLANÁRNÍM REAKTORU S NEVYVÁŽENÝM MAGNETICKÝM POLEM VE STEJNOSMĚRNÉM VÝBOJI PŘI DEPOZICI TVRDÝCH VRSTEV Ti

Vrstvy Ti, TiN, TiC slouží k povrchové úpravě materiálů, především strojních součástí, jako jsou například extrémně namáhaná valivá ložiska, ozubená kola nebo součásti namáhané třením s požadavkem na vysokou tvrdost povrchu, jako jsou nástroje pro třískové obrábění, respektive jejich ostří. Plazmovou technologií deponovaná relativně tenká vrstva na povrchu součásti má vysokou tvrdost a otěruvzdornost. Tímto způsobem lze v některých případech více než o jeden řád prodloužit životnost dané součásti nebo vytvořit nástroj pro obrábění jiných tvrdých materiálů. Výhodou této plazmové technologie je [1], že probíhá bez intenzivního ohřátí základního materiálu. Ohřátí základního materiálu součásti při použití jiných technologií může změnit jeho vnitřní krystalickou strukturu a tak způsobit výrazné zhoršení mechanických vlastností, hlavně pevnosti a houževnatosti. Další výhodou je úspora ušlechtilého materiálu, protože celá součást nebo nástroj, například vrták, nemusí být vyroben z materiálu o vysoké pevnosti, ale povrchově je požadovaným způsobem upravena pouze pracovní část, ostří vrtáku.

Cílem této části práce bylo přispět ke zdokonalení technologie depozice vrstev Ti/TiN v plazmochemických reaktorech. Získaná experimentální data prostorového mapování parametrů plazmatu slouží pro získání detailní informace o rozložení plazmatu v reaktoru. Jak je plazma ovlivňováno a je - li usměrňováno magnetickým polem magnetronu žádoucím způsobem a dále poskytují experimentální výsledky vstupní kvantitativní hodnoty parametrů pro modelování metodou PIC/MCC (**P**article **I**n **C**ell/**M**onte **C**arlo **C**ollision) [2] probíhajících procesů v podobných systémech [3, 4, 5]. Získané informace poslouží ke zlepšení konstrukce uvedeného typu reaktoru a následně ke zdokonalení procesu depozice například jejím zrychlením a dále dosažení lepších fyzikálních vlastností deponovaných vrstev.

3.1 Problémy spojené s aplikací sondové diagnostiky *in situ* při depozici vrstev Ti

Sondová diagnostika plazmatu (přímo v procesu) *in situ* depozice tvrdých vrstev na bázi Ti se setkává při měření sondových charakteristik se specifickými problémy souvisejícími s vlastním procesem tvorby vrstvy. V uvedených procesech depozice dochází k pokryvu touto vrstvou všech součástí umístěných v reaktoru včetně diagnostické Langmuirovy sondy. Další komplikací mohou být v úvodu práce zmíněné rušivé signály,

různého původu a intenzity, které komplikují nebo znemožňují proces měření sondových charakteristik. V našich podmínkách depozice tvrdých vrstev docházelo k pokryvu diagnostické Langmuirovy sondy vrstvou titanu, který způsobuje nárůst jejího průměru. Výrazná změna rozměrů - povrchu sondy vede ke zkreslení zpracování výsledků měření, respektive určení koncentrace nabitých částic, v našem případě elektronů. Další parametry plazmatu jako jsou potenciál plazmatu, potenciál izolované sondy a teploty elektronů nejsou nárůstem povrchu sondy ovlivněny. Problémem spojeným s funkcí diagnostické sondy při měření v procesech depozice uvedených vrstev je pokrývání vodivou vrstvou též izolačního pláště sondy. Toto pokrytí může v čase, který závisí na rychlosti depozice, například několika minut, způsobit zkrat mezi aktivní částí sondy - elektrodou a pláštěm nádoby reaktoru, respektive referenční elektrodou. Zkratem sondy je zcela znemožněno sondové měření. Vzniklá pevná kovová a těžko tavitelná vrstva se jen velmi těžko odstraňuje, jak z vlastní elektrody, tak jejího izolačního pláště. V úvodu popsanými metodami čištění sondy, jako je například ohřev sondy, se díky vysoké tepelné odolnosti deponovaného titanu prakticky nedá použít. Taktéž pokus o čištění bombardováním povrchu sondy ionty byl zdoluhavý a neúčinný.

Cestou k řešení tohoto problému bylo použití vhodné konstrukce sondy, podobné jako dle [6], která omezuje vytváření vodivého mostu mezi elektrodou sondy a jejím, vodivou vrstvou pokrytým, pláštěm. Dalším postupem, který umožnil získat požadované časově náročné a poměrně velké množství dat i přes krátkou životnost sondy, byla aplikace rychlých měření sondových charakteristik.

Další problémy při správné interpretaci výsledků sondových měření může mít působení magnetického pole na procesy probíhající ve vrstvě prostorového náboje v okolí sondy [7]. Rozložení magnetického pole bylo modelováno v prostoru na základě naměřených hodnot v magnetronu a použito jako parametr pro modelování [2]. V případě uvedeného experimentu dosahuje magnetické pole v blízkosti terče 40 mT. Larmorův poloměr při energii iontů argonu 1 eV je přibližně 80 μm , což je více než poloměr sondy. Měření Langmuirovými sondami může být v magnetronovém reaktoru v polích $\vec{E}$ a $\vec{B}$ ovlivněno též $\vec{E} \times \vec{B}$ driftem, jelikož sonda krytá kapilárou byla orientována přibližně tangenciálně ke směru driftu. V případě, že sonda byla orientována ve směru driftu, „stínila“ kapilára držáku sondy část proudu tekoucího na sondu v důsledku $\vec{E} \times \vec{B}$ driftu. Rozdíl sondových proudů v potenciálu plazmatu v poloze ve směru a proti směru $\vec{E} \times \vec{B}$ driftu, respektive pro záporné a kladné hodnoty souřadnice r , činil přibližně 20 %. Jak bylo prokázáno ověřovacím měřením, tento

rozdíl sondových proudů v potenciálu plazmatu nezpůsobil významné změny parametrů plazmatu, vypočítaných ze sondových měření. Pro celkový obraz prostorového rozložení střední hodnoty teploty elektronů a rozložení jejich koncentrace bylo proto možno vliv $\vec{E} \times \vec{B}$ driftu nabitých částic jako přídatného toku elektronů na sondu zanedbat, viz kapitola 3.4.

3.2 Experimentální zařízení

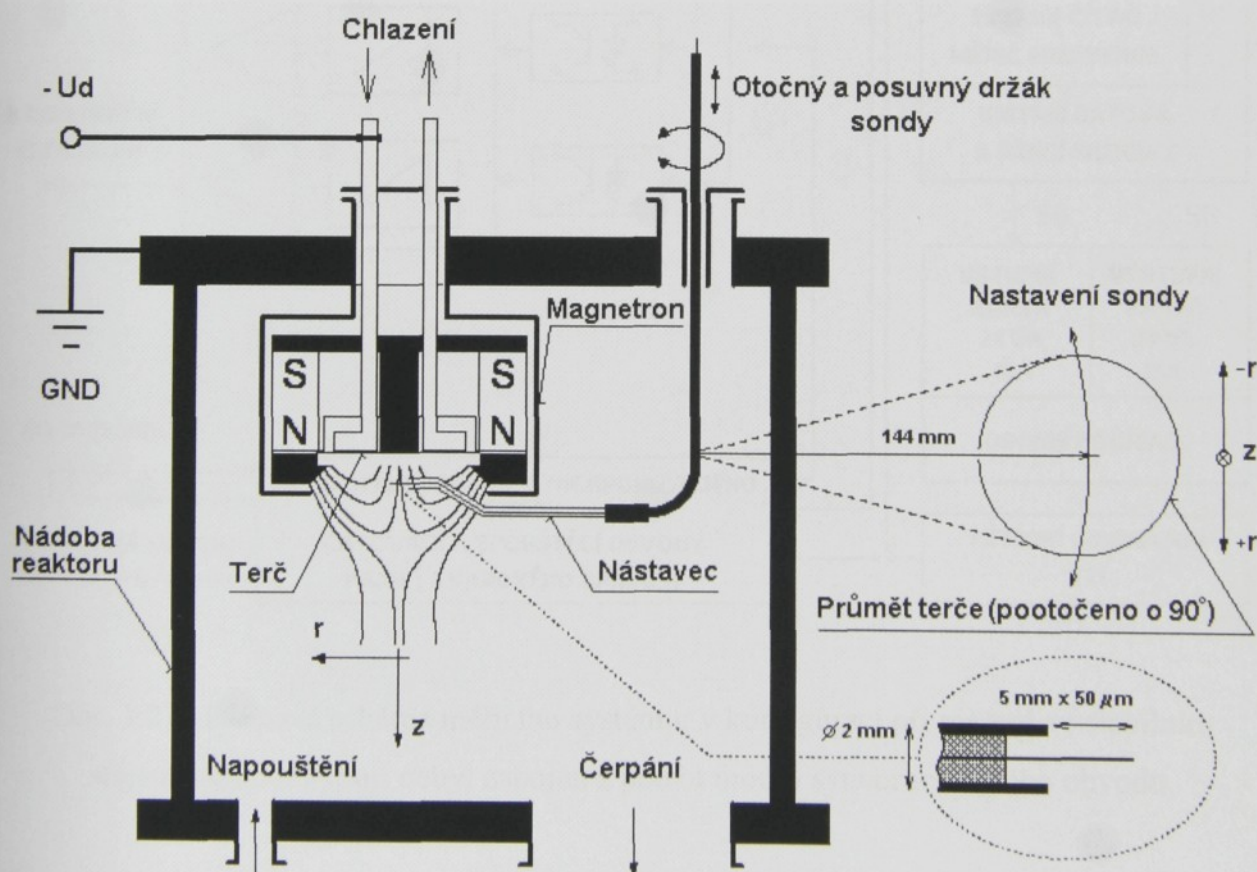
Experimentální měření *in situ* sondové diagnostiky byly prováděny v plazmo-chemickém reaktoru válcového tvaru o objemu nádoby přibližně 20 l. Prostor reaktoru byl čerpán pomocí kombinace turbomolekulární vývěvy a rotační olejové vývěvy. Systém byl nejprve vyčerpán na tlak $5 \cdot 10^{-5}$ Pa a pak byl napouštěn pracovní plyn programovatelným regulátorem průtoku. Při experimentu bylo použito jako pracovní náplně inertního plynu argonu. Tlak v reaktoru byl nastavován a udržován na konstantní hodnotě regulačním ventilem, zapojeným mezi reaktor a turbomolekulární vývěvu. Uspořádání reaktoru s magnetronem, umístění a konstrukce sondy a schéma principu nastavení polohy sondy pod magnetronem (průmět horizontální roviny pozice sondy je sklopen do nárysny pootočením o 90° a je vynesena otočením o 180° podle osy držáku sondy napravo od nárysu reaktoru) je zobrazeno na obr. 3.2.1. Konstrukce sondy umožňuje měření parametrů plazmatu jak v radiálním směru v horizontální rovině natáčením držáku sondy (souřadnice $\mathbf{r}$), tak i ve směru podél osy systému posouváním ve vakuové průchodce (souřadnice $\mathbf{z}$).

Reaktor byl osazen magnetronem s nevyváženým magnetickým [8] polem buzeným permanentním magnetem. Na dolní části magnetronu ve tvaru válce byl umístěn kruhový titanový terč o zaručené čistotě 99,6 % a průměru 80 mm, který zároveň tvořil vodou chlazenou katodu orientovanou směrem dolů do prostoru reaktoru. Osa válcového magnetronu procházející středem kruhového terče představuje zároveň souřadnicovou osu $\mathbf{z}$.

Použitá Langmuirova sonda byla zhotovena z wolframového drátu o průměru 50 μm a její aktivní délka dosahovala 5 mm. Z výše uvedených důvodů pokryvu sondy vodivou vrstvou titanu, byla elektroda umístěna do skleněné kapiláry, která překrývala elektrodu v délce 2,5 mm od místa, kde byla elektroda zasunuta do tenké měděné trubičky, též vložené ve skleněné kapiláře. Konstrukce sondy v detailu a umístění otočného a posuvného držáku sondy je uvedeno na obr. 3.2.1. Umístění elektrody v kapiláře tak po dostatečně dlouhou dobu potřebnou pro měření sondových charakteristik zamezovalo zkratování sondy deponovanou vrstvou titanu na vodivý držák sondy, spojený vodivě s pláštěm reaktoru. Vodivý plášť reaktoru tvořil referenční elektrodu a byl uzemněn. Jak již bylo uvedeno, sondové měření,

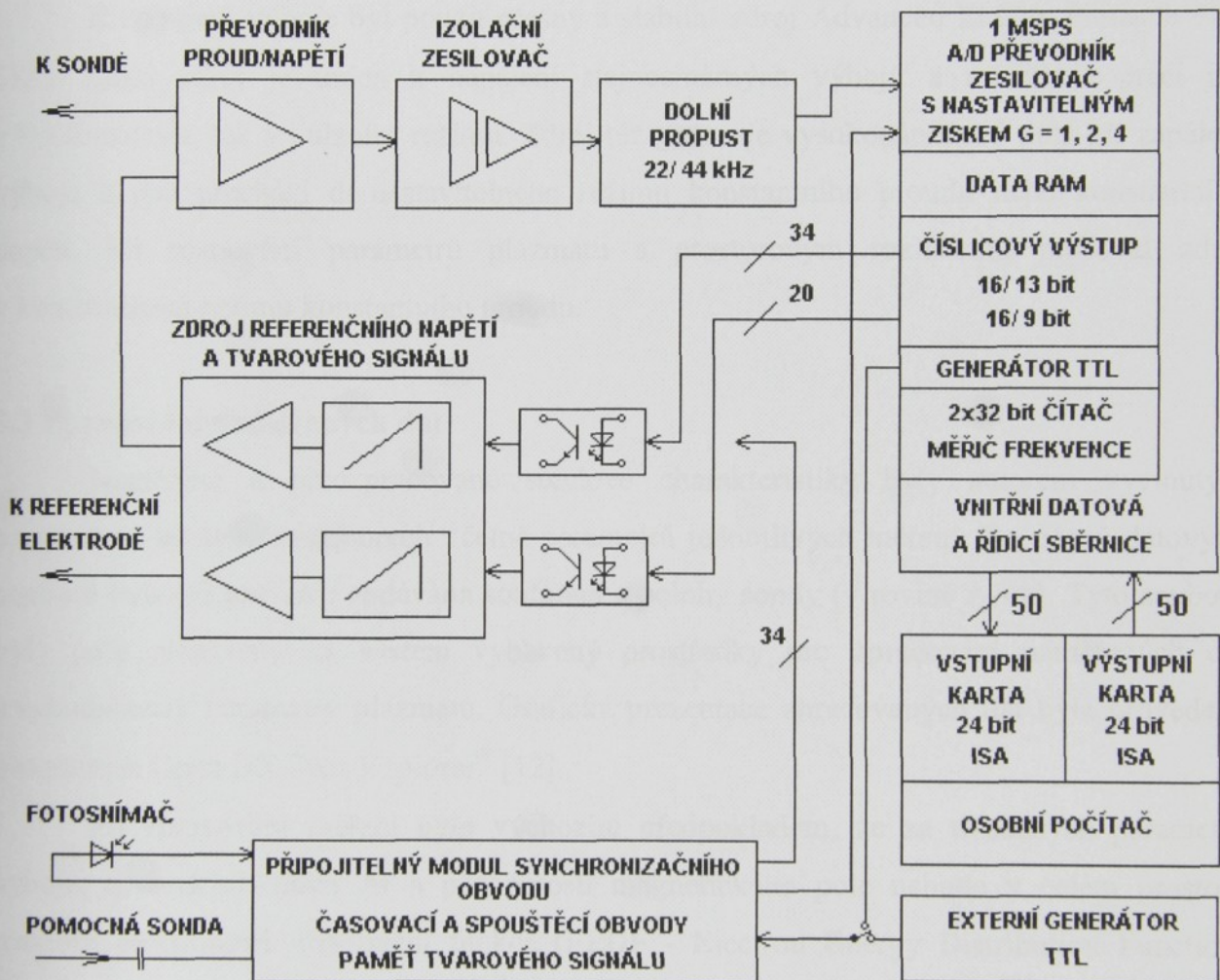
respektive vyhodnocení koncentrace nabitých částic, by bylo při dlouhodobém sběru dat ovlivňováno změnou povrchu sondy depozicí vrstvy titanu. Proto bylo možno a nutno tento výměnný nástavec měnit a aplikovat rychlá měření sondových charakteristik, zvláště v blízkosti titanového terče.

Jak již bylo uvedeno, nastavení sondy do požadované vertikální pozice v reaktoru pod magnetronem s upevněným terčem umožňoval držák sondy svým axiálním posuvem ve vertikálním směru (souřadnice z - nastavení vzdálenosti od terče). Radiální pozici sondy v horizontální rovině (souřadnice r - nastavení polohy napravo "+ r " a nalevo "- r " od osy symetrie magnetronu a terče) bylo možné nastavit otáčením v průchodce. Při tomto umístění a nastavení polohy sondy se sonda v každé poloze nachází kolmo na magnetické siločáry, protože pole magnetronu má vertikální orientaci a je osově symetrické [2]. Díky tomu dochází k minimální deformaci vrstvy prostorového náboje v okolí sondy a chyba sondových měření vlivem magnetického pole je v důsledku toho minimalizována [9].



Obr. 3.2.1 Uspořádání reaktoru, magnetronu, princip nastavení polohy sondy otočným držákem a konstrukce sondy s kapilárou.

Pro sběr relativně velkého množství dat, řádově stovek sondových charakteristik odpovídajících bodům rastru 5 mm x 4,5 mm, (s jemnějším rozlišením 2 mm x 4,5 mm pro vzdálenosti méně než 20 mm od terče) ve vertikální rovině pod magnetronem byla použita autorem vyvinutá [10] a dále upravená a rozšířená rychlá měřicí aparatura [11]. Blokové schéma aparatury – měřicího systému pro sondovou diagnostiku plazmatu se nachází na obr. 3.2.2.



Obr. 3.2.2 Blokové schéma měřicího systému; v konfiguraci při měření ve stabilním stejnosměrném výboji nebyl zapojen a použit modul synchronizačního obvodu.

Při měření sondových charakteristik ve stejnosměrném výboji byly využity pouze tyto bloky: Modul analogově - digitálního převodníku, číslicové výstupy pro řízení zdrojů napětí, optoelektrické vazební členy, číslicově řízené zdroje napětí pro obvod sondy, modul zesilovače s měnitelnými rozsahy - převodníku proud/napětí, modul izolačního zesilovače a aktivní filtr – dolní propust 44 kHz. Při režimu měření ve stabilním stejnosměrném výboji

nebyl v měřicím systému zapojen a používán modul synchronizačního obvodu, protože výboj v magnetronovém reaktoru byl stabilní, též díky kvalitnímu napájecímu zdroji. Detailní popis jednotlivých částí aparatury a dosažené parametry jsou uvedeny v kapitolách 7.2.1 až 7.2.3.

Pro vlastní sběr a předzpracování dat byly autorem upraven program měřicí aparatury na základě požadavků sondových měření s prostorovým rozlišením v magnetronu ve stejnosměrném výboji.

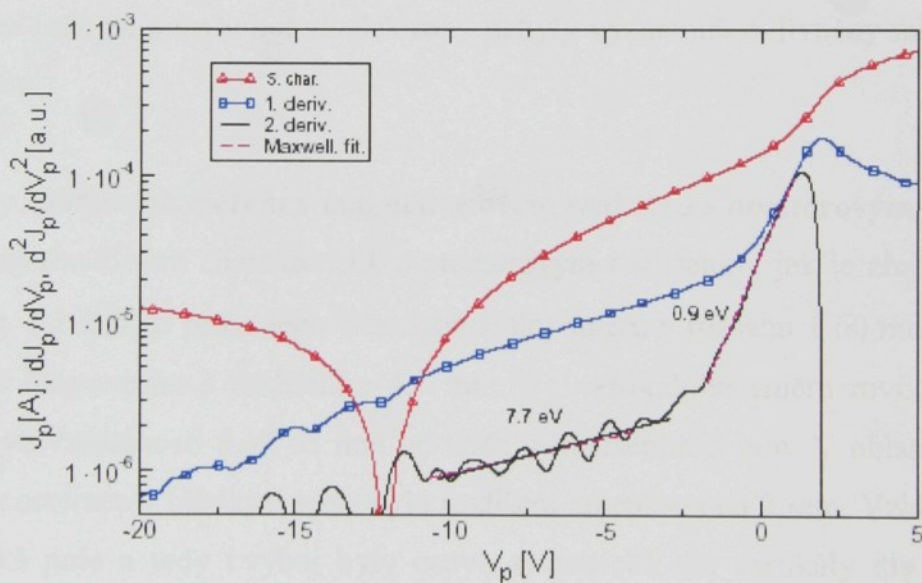
K napájení výboje byl použit přesný a stabilní zdroj Advanced Energy Pinnacle Plus 5K[®]. Tento zdroj je určen k napájení stejnosměrných výbojů a umožňuje práci jak v kontinuálním, tak v pulzním režimu. Zdroj též generuje vysokonapěťový pulz při zapálení výboje a pak přechází do nastavitelného režimu konstantního proudu nebo konstantního napětí. Při mapování parametrů plazmatu s prostorovým rozlišením pracoval zdroj v kontinuálním režimu konstantního proudu.

3.3 Zpracování naměřených dat

Naměřené a předzpracované sondové charakteristiky byly autorem vyvinutým programem uloženy v souborech včetně parametrů jednotlivých měření. Do názvů datových souborů byla při ukládání zadávána souřadnice polohy sondy (v rovině $\mathbf{r} - \mathbf{z}$). Tyto soubory byly poté přeneseny na systém vybavený prostředky pro zpracování naměřených dat a vyhodnocení parametry plazmatu. Grafická prezentace zpracovaných dat byla provedena programem Open DX Data Explorer[®] [12].

Při zpracování měření bylo výchozím předpokladem, že za uvedených parametrů výboje, tj. nízkých tlaků Ar a přítomnosti magnetického pole nebude v celém prostoru reaktoru elektronová distribuční funkce (EEDF - **E**lectron **E**nergy **D**istribution **F**unction) Maxwelllovská [5, 6, 13, 14]. Bylo pro vyhodnocení naměřených sondových charakteristik Druyvesteynova vztahu [15], uvedená metoda je popsána ve 2. části práce a též aplikována ve 4. části práce. Jak je uvedeno v kapitole 2.5, k výpočtu střední hodnoty energie elektronů E_{st} a koncentrace elektronů n_e je třeba znát druhou derivaci sondové charakteristiky, respektive elektronové složky sondového proudu J_e , která je získána korekcí celkového sondového proudu J_p na extrapolaci iontového proudu J_i . Obvykle je elektronová složka sondového proudu nahrazována celkovým sondovým proudem J_p . Tuto metodu jsme použili též pro mapování prostorového rozložení uvedených parametrů, protože nebyla nezbytná absolutní přesnost vypočtených parametrů.

Výpočet druhé derivace byl prováděn programem pro zpracování naměřených dat dle zadaných parametrů numericky postupným diferencováním funkce sousedních bodů s nastavitelným intervalem. Numerické derivování bylo provedeno po vyhlazování metodou neváženého klouzavého průměru popsanou například v [16]. Taktéž získaná první derivace byla vyhlazena uvedenou metodou a pak proveden výpočet druhé derivace. Proces vyhlazení byl prováděn dvakrát přes interval o délce čtyř bodů, což odpovídalo energetickému rozlišení 0,2 eV. V případě zpracování naměřených hodnot v blízkosti ohraničené oblasti plazmatu a vlastního svazku plazmatu ve větší vzdálenosti od terče bylo nutno z důvodu větší intenzity šumu použít masivnějšího vyhlazení. Interval pro diferencování a vyhlazení byl zvětšen na 14 sousedících bodů, což odpovídá energetickému rozlišení 0,7 eV. Vlastní vyhlazení bylo aplikováno až 8 x. Příklad naměřené sondové charakteristiky a její výsledné zpracování výše uvedeným postupem; její první a druhá derivace s vypočtenými teplotami elektronů u "bi-Maxwellovského" rozdělení energií je uveden na obr. č. 3.3.1.



Obr. 3.3.1 Příklad zpracování naměřené sondové charakteristiky v souřadnicích:

$\mathbf{r} = -10$ mm a $\mathbf{z} = 52$ mm ve svazku, označena (Δ , červeně), první derivace označena ($\square$, modře) a druhá derivace označena ($---$, fialově) a hodnotami energií elektronů, určených ze směrnice proložené tečny [4] na $T_e = 7,7$ eV a $T_e = 0,9$ eV; Ar, $p = 0,5$ Pa,

$$Q_{Ar} = 3 \cdot 1,69 \cdot 10^{-3} \text{ Pa m}^3 \text{ s}^{-1}, P = 130 \text{ W}.$$

Uvedená charakteristika byla naměřena ve vzdálenosti $\mathbf{z} = 52$ mm od terče, ve vzdálenosti 10 mm od osy svazku plazmatu ($\mathbf{r} = -10$ mm vlevo od počátku osy symetrie

magnetronu a terče). Poloha sondy, tedy její prostorová souřadnice v rovině $\mathbf{r} - \mathbf{z}$ je patrná například na obrázcích 3.4.1., 3.4.2 a 3.4.3.

Potenciál plazmatu V_s byl určen z maxima první derivace sondové charakteristiky. V oblasti dohasínajícího plazmatu, mimo svazek, kde díky přiblížení k hranici rozlišení měřicího systému nebylo možno přesně určit plovoucí potenciál V_f , bylo provedeno přesné měření hodnoty plovoucího potenciálu V_f multimetrem Keithley 196[®].

Dle [5, 6, 13, 14, 15] viz kapitola 2.5 byla z druhé derivace sondové charakteristiky se zadáním rozměrů sondy vypočtena elektronová distribuční funkce a následně hodnota střední energie elektronů E_{st} a koncentrace elektronů n_e . Z hodnot elektrického pole vycházejících z modelu [2] a modelovaných hodnot rozložení magnetického pole byla vypočtena driftová rychlost $\vec{v}_d = (\vec{E} \times \vec{B}) / B^2$ a pak bylo možno určit driftovou složku proudu $\vec{j} = q_0 n_e \vec{v}_d$ ve směru normály k vertikální rovině $\mathbf{r} - \mathbf{z}$. Velikost vypočtené driftové rychlosti v_d dosáhla 10^5 ms^{-1} , což odpovídá hodnotě elektronové teploty 0,03 eV. To znamená, že vlivem působení magnetického pole na pohybující se elektrony nebyly významně ovlivněny měřené sondové charakteristiky.

3.4 Výsledky sondových měření v magnetronovém reaktoru s prostorovým rozlišením

Měření sondových charakteristik s prostorovým rozlišením, jak je zřejmé z umístění sondy na obr. 3.2.1, bylo provedeno v horizontálním směru v rozsahu $\pm 60 \text{ mm}$ od vertikální osy symetrie magnetronu s rozlišením 4,5 mm. Ve vertikálním směru rovnoběžně s osou magnetronu ve vzdálenosti 5 až 65 mm od terče s rozlišením 5 mm. V oblastech s většími gradienty koncentrace v blízkosti terče bylo rozlišení zmenšeno na 2 mm. Vzhledem k tomu, že magnetické pole a tedy i výboj byly osově symetrické dle vertikály dle [2], stačilo proměřit sondové charakteristiky v zavedeném souřadném systému – rastru $\mathbf{r} - \mathbf{z}$, pouze v průřezu o rozměrech 120 mm x 65 mm ve vertikální rovině $\mathbf{r} - \mathbf{z}$.

První soubor měření probíhal při těchto parametrech:

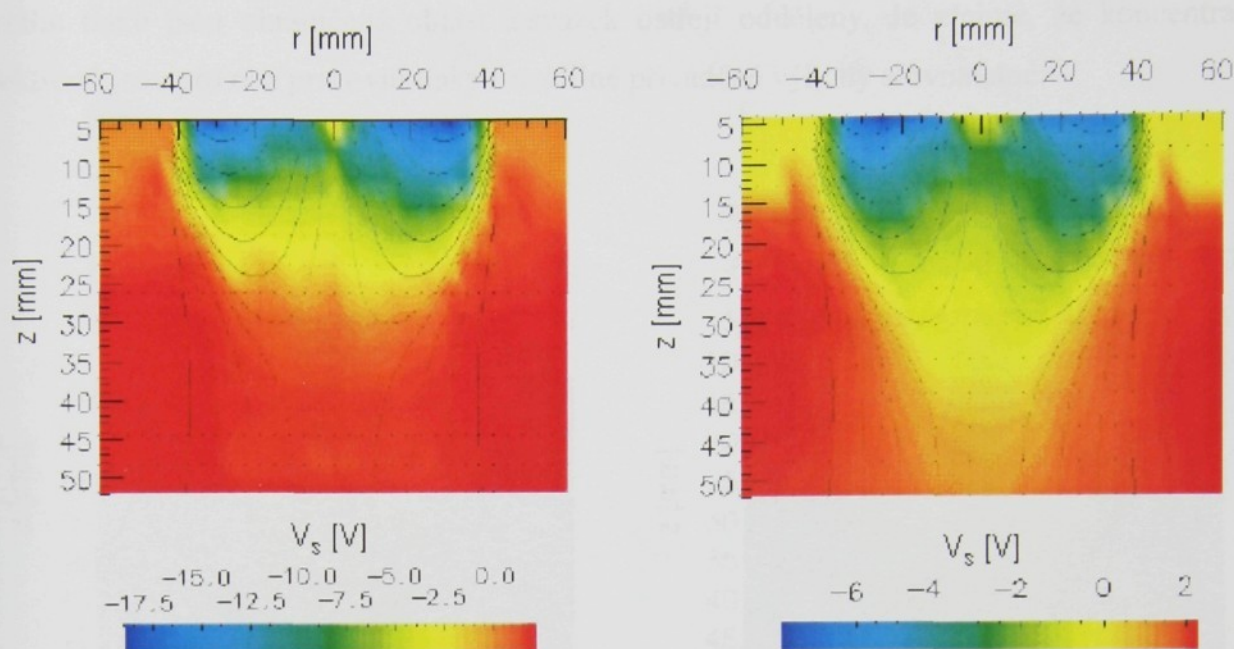
Tlak $P = 0,5 \text{ Pa}$, průtok argonu $Q_{Ar} = 3 \cdot 1,69 \cdot 10^{-3} \text{ Pa m}^3 \text{ s}^{-1}$, proud výboje $I_v = 0,4 \text{ A}$, napětí $U_{AK} = 328 \text{ V}$.

Druhý soubor měření probíhal při těchto parametrech:

Tlak $P = 2,5 \text{ Pa}$, průtok argonu $Q_{\text{Ar}} = 10 \cdot 1,69 \cdot 10^{-3} \text{ Pa m}^3 \text{ s}^{-1}$, proud výboje $I_v = 0,4 \text{ A}$, napětí $U_{\text{AK}} = 266 \text{ V}$.

Výboj v reaktoru magnetronového typu byl za výše uvedených podmínek a použitým zdroji konstantního proudu stabilní. Přesto signál Langmuirovy sondy obsahoval rušivé signály. Autorem realizovaná aparatura umožňuje jednak svou konfigurací a též programově tyto rušivé složky potlačovat. Rušivé signály obsažené v sondovém proudu s frekvencí nad 44 kHz byly omezeny aktivním analogovým filtrem. Signály nižších frekvencí, včetně pronikajícího rušení z energetické rozvodné sítě bylo nutno potlačit. Z tohoto důvodu byla každá naměřená sondová charakteristika opakovaně měřena a středována až ze 400 naměřených sondových charakteristik [16]. Vlastní měření sondových charakteristik probíhalo tak, že nejprve bylo experimentálně na zdroji předpětí pro kompenzaci potenciálového rozdílu mezi anodou a katodou nastaveno pevné napětí. Pak bylo automaticky nastavováno napětí druhého číslicově řízeného zdroje v rozsahu $-25,60 \text{ V} \div 25,55 \text{ V}$ s krokem 50 mV a měřen - digitalizován proud tekoucí obvodem Langmuirovy sondy. Rychlost sběru dat byla přibližně $2 \cdot 10^4$ hodnot za sekundu, 20 KSPS (**K**ilo **S**amples **P**er **S**econd), což odpovídá dvaceti naměřeným sondovým charakteristikám za jednu sekundu, každá čítající 1024 hodnot proudu. Pro tyto účely upravený měřicí program potom provedl středování naměřených sondových charakteristik a daným hodnotám proudu přiřadil odpovídající hodnotu nastaveného napětí. Každé měření bylo prostřednictvím programu opatřeno komentářem a protokolem s dalšími údaji. Naměřená a předzpracovaná data pak byla uložena do textového souboru, do jehož názvu byla zapsána souřadnice prostorového rastru v rovině reaktoru **r - z**.

Na obr. 3.4.1 je uvedeno prostorové rozložení potenciálu plazmatu V_s v argonu v barevné škále od -17 V do 0 V v levé části obrázku při tlaku $p = 0,5 \text{ Pa}$, průtoku $Q_{\text{Ar}} = 3 \cdot 1,69 \cdot 10^{-3} \text{ Pa m}^3 \text{ s}^{-1}$, proudu výboje $I_v = 0,4 \text{ A}$, výkonu $P = 130 \text{ W}$ a v pravé části obrázku v barevné škále od -6 V do 2 V při tlaku $p = 2,5 \text{ Pa}$, nastaveném průtoku $Q_{\text{Ar}} = 10 \cdot 1,69 \cdot 10^{-3} \text{ Pa m}^3 \text{ s}^{-1}$, proudu výboje $I_v = 0,4 \text{ A}$ a výkonu $P = 106 \text{ W}$. Souřadnice **r** představuje polohu sondy ve vzdálenosti od vertikální osy symetrie magnetronu a terče a souřadnice **z** určuje vertikální vzdálenost sondy od terče.

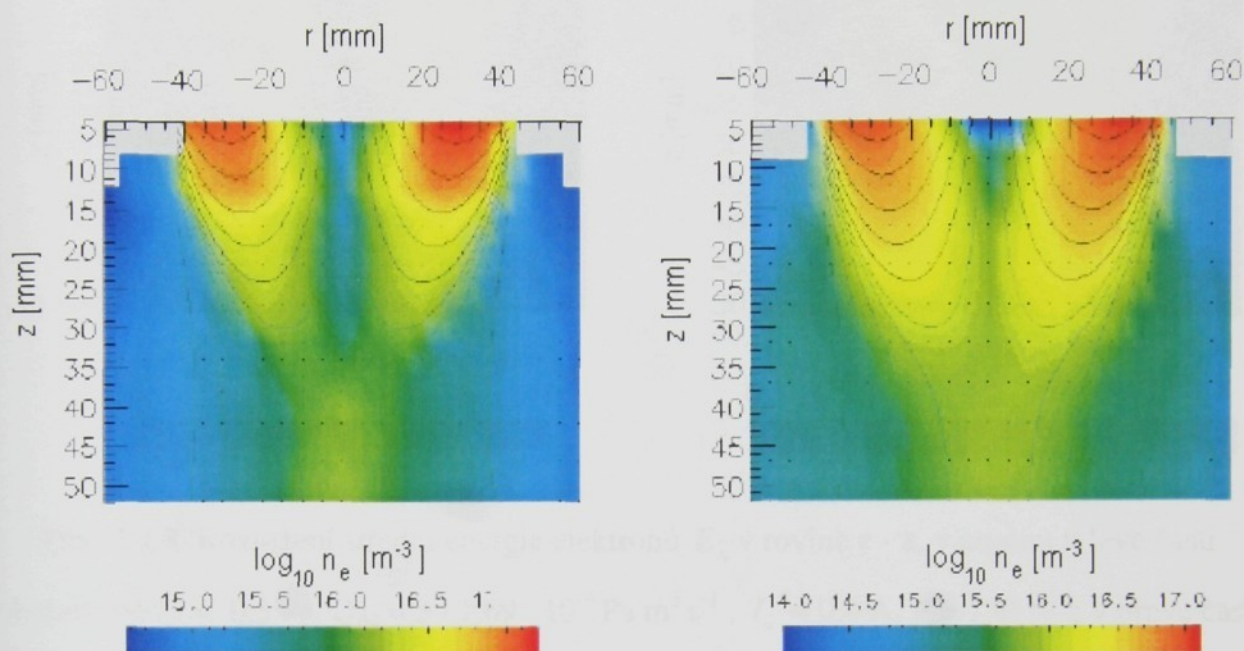


Obr. 3.4.1 Rozložení potenciálu plazmatu V_s v rovině $r - z$, ve výboji v argonu v levé části obrázku při: $I_v = 0,4$ A, $p = 0,5$ Pa, $Q_{Ar} = 3 \cdot 1,69 \cdot 10^{-3}$ Pa m³ s⁻¹, $P = 130$ W a v pravé části obrázku při: $I_v = 0,4$ A, $p = 2,5$ Pa, $Q_{Ar} = 10 \cdot 1,69 \cdot 10^{-3}$ Pa m³ s⁻¹, $P = 106$ W.

Rozložení potenciálu plazmatu bylo konfrontováno s modelem PIC/MCC (**P**article **I**n **C**ell/ **M**onte **C**arlo **C**ollision) [2]. Naměřené hodnoty záporného potenciálu plazmatu v hraniční oblasti odpovídaly uvedenému modelu a při tlaku 2,5 Pa, kde dosahuje hodnota V_s až - 8 V. Tyto hodnoty jsou výraznější za nižšího tlaku 0,5 Pa, kde V_s dosahuje až -18 V. Srovnatelné výsledky byly publikovány například v [3, 4]. Na obr. 3.4.2 je v levé části obrázku uvedeno prostorové rozložení koncentrace elektronů n_e v barevných škálách $10^{14} \div 10^{17}$, při parametrech: $p = 0,5$ Pa, $Q_{Ar} = 3 \cdot 1,69 \cdot 10^{-3}$ Pa m³ s⁻¹, $I_v = 0,4$ A, $P = 130$ W a v pravé části obrázku 3.4.2 je uvedeno prostorové rozložení koncentrace elektronů n_e při: $p = 2,5$ Pa, $Q_{Ar} = 10 \cdot 1,69 \cdot 10^{-3}$ Pa m³ s⁻¹, $I_v = 0,4$ A, $P = 106$ W. Systém souřadnic je totožný s obr. 3.4.1.

Jak je z uvedených obrázků patrné, koncentrace elektronů se ve sledované oblasti pod magnetronem pohybuje v rozmezí od 10^{14} m⁻³ do 10^{17} m⁻³. Rozložení koncentrace elektronů je možno rozdělit na tři hlavní oblasti. Oblast nejvyšší koncentrace elektronů se nachází přibližně ve vzdálenosti 30 mm od terče - odpovídá ohraničení svazku. Druhá oblast je představována plazmatem vystupující z oblasti ohraničení, sevření svazku. Třetí oblast je mimo svazek, okolní dohasínající „afterglow“ plazma s koncentrací elektronů 10^{14} m⁻³. Při

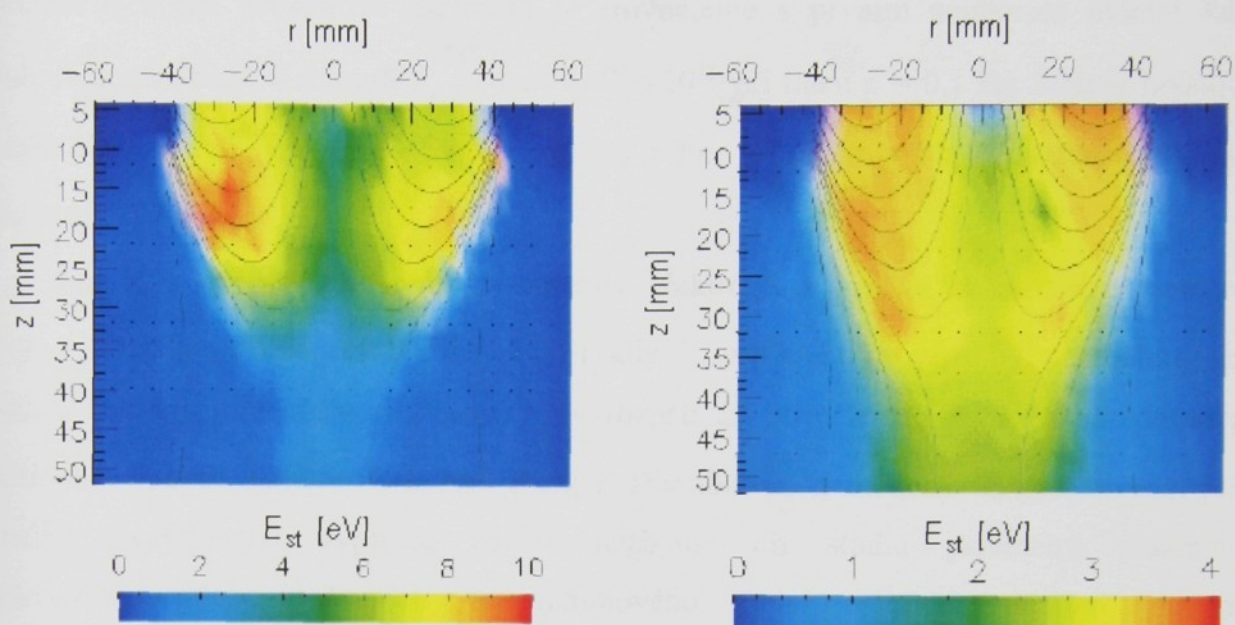
nižším tlaku jsou ohraničená oblast a svazek ostřeji odděleny. Je zřejmé, že koncentrace elektronů jsou pro oba pracovní tlaky i rozdílné přiváděné výkony srovnatelné.



Obr. 3.4.2 Rozložení koncentrace elektronů E_{st} v rovině $\mathbf{r} - \mathbf{z}$, v argonu v levé části obrázku při: $I_v = 0,4$ A, $p = 0,5$ Pa, $Q_{Ar} = 3 \cdot 1,69 \cdot 10^{-3}$ Pa m³ s⁻¹, $P = 130$ W a v pravé části obrázku při: $I_v = 0,4$ A, $p = 2,5$ Pa, $Q_{Ar} = 10 \cdot 1,69 \cdot 10^{-3}$ Pa m³ s⁻¹, $P = 106$ W.

V případě, že sonda byla orientována při měření tangenciálně proti směru driftu, sondový proud, respektive hodnoty koncentrace elektronů byly vyšší o přibližně 20 % než v případě opačné orientace sondy ve směru driftu $\vec{E} \times \vec{B}$. Viz pohled na obrázky 3.4.1 a 3.4.2 vlevo a vpravo od počátku osy $\mathbf{r}$, respektive osy symetrie magnetronu. Proto bylo provedeno kontrolní měření s obráceným magnetronem s opačným směrem $\vec{B}$ a tak bylo zjištěno, že se hodnoty opět liší, tentokrát jsou vyšší v druhé - levé polovině. Sonda umístěná v kapiláře rozlišovala směr driftu. Pokud byla sonda umístěna tangenciálně ke směru a ve směru driftu $\vec{E} \times \vec{B}$, kapilára omezila dopad driftujících elektronů na sondu. Jak bylo uvedeno v kapitole 3.3, byla vypočtena též hodnota driftové rychlosti elektronů $v_d \approx 10^5$ ms⁻¹, která odpovídá energii 0,03 eV. Tato hodnota by neměla významně ovlivnit měřené sondové charakteristiky. Detailní informace o provedených experimentech jsou uvedeny v publikaci [17], viz příloha I.

Rozložení středních energií elektronů v prostoru pod magnetronem je uvedeno pro měření v argonu na obr. 3.4.3.



Obr. 3.4.3 Rozložení střední energie elektronů E_{st} v rovině $\mathbf{r} - \mathbf{z}$, v argonu v levé části obrázku při: $p = 0,5 \text{ Pa}$, $Q_{Ar} = 3 \cdot 1,69 \cdot 10^{-3} \text{ Pa m}^3 \text{ s}^{-1}$, $I_v = 0,4 \text{ A}$, $P = 130 \text{ W}$ a v pravé části obrázku je zobrazeno rozložení E_{st} při: $p = 2,5 \text{ Pa}$, $Q_{Ar} = 10 \cdot 1,69 \cdot 10^{-3} \text{ Pa m}^3 \text{ s}^{-1}$, $I_v = 0,4 \text{ A}$, $P = 106 \text{ W}$.

V levé části obrázku 3.4.3 je zobrazeno rozložení středních energií elektronů J_e v barevné škále $0 \text{ eV} \div 10 \text{ eV}$ při: $p = 0,5 \text{ Pa}$, $Q_{Ar} = 3 \cdot 1,69 \cdot 10^{-3} \text{ Pa m}^3 \text{ s}^{-1}$, $I_v = 0,4 \text{ A}$, $P = 130 \text{ W}$ a v pravé části obrázku je zobrazeno rozložení E_{st} v barevné škále $0 \text{ eV} \div 4 \text{ eV}$ při: $p = 2,5 \text{ Pa}$, $Q_{Ar} = 10 \cdot 1,69 \cdot 10^{-3} \text{ Pa m}^3 \text{ s}^{-1}$, $I_v = 0,4 \text{ A}$, $P = 106 \text{ W}$.

3.5 Závěr

Uvedená aplikace sondové diagnostiky poskytla podrobné informace o rozložení parametrů plazmatu v magnetronovém reaktoru. Experimentální výsledky prvního souboru ukazují, že potenciál plazmatu V_s se v prostoru pod magnetronem mění v rozmezí $17 \text{ V} \div 0 \text{ V}$, koncentrace elektronů n_e v prostoru symetricky podle osy magnetronu roste a klesá v rozpětí $10^{15} \div 10^{17}$ hodnota střední energie E_{st} dosahuje až 10 eV při tlaku $p = 0,5 \text{ Pa}$, průtoku argonu $Q_{Ar} = 3 \cdot 1,69 \cdot 10^{-3} \text{ Pa m}^3 \text{ s}^{-1}$, $I_v = 0,4 \text{ A}$, $P = 130 \text{ W}$.

V druhém souboru měření při: $p = 2,5 \text{ Pa}$, $Q_{Ar} = 10 \cdot 1,69 \cdot 10^{-3} \text{ Pa m}^3 \text{ s}^{-1}$, $I_v = 0,4 \text{ A}$, $P = 106 \text{ W}$ se hodnota potenciálu plazmatu V_s pohybuje v rozmezí $-6 \text{ V} \div 2 \text{ V}$, koncentrace

elektronů n_e a její prostorové rozložení je srovnatelné s prvním souborem měření kde dosahuje koncentrace elektronů n_e hodnot $10^{14} \div 10^{17}$ při tlaku $p = 0,5$ Pa. Střední hodnota energie elektronů E_{st} se při vyšším tlaku $p = 2,5$ Pa v druhém souboru měření pohybuje v rozmezí $2 \text{ eV} \div 4 \text{ eV}$.

Jak bylo uvedeno, hodnoty koncentrace elektronů n_e se ve zkoumaném prostoru výboje v magnetronovém reaktoru liší až o tři řády. V uvedeném prostoru byly naměřeny též rozdílné hodnoty potenciálu plazmatu V_s v rozpětí až 20 V a též se mění elektronová rozdělovací funkce EEDF (**E**lectron **E**nergy **D**istribution **F**unction). Z výše uvedených výsledků experimentů vyplývá, že je nezbytné při studiu parametrů plazmatu v plazmochemických reaktorech magnetronového typu provádět detailní měření s prostorovým rozlišením.

Získané kvantitativní hodnoty parametrů plazmatu s jemným prostorovým rozlišením v plazmochemickém reaktoru s nevyváženým magnetickým polem poslouží ke zdokonalení modelování procesů metodou PIC/MCC (**P**article **I**n **C**ell/ **M**onte **C**arlo **C**ollision). Výsledným efektem uvedených experimentů je přínos k lepšímu porozumění procesům v magnetronovém reaktoru, optimální umístění substrátu a následné zdokonalení technologických aplikací depozice vrstev Ti.

Výše uvedené měření sondové diagnostiky plazmatu s prostorovým rozlišením bylo prováděno v podmínkách depozice Ti *in situ*, odpovídajících technologickým aplikacím. Získání kvalitních experimentálních dat bylo provedeno autorem vyvinutou měřicí aparaturou [10, 11] pro sondovou diagnostiku plazmatu, která byla účelově konfigurována včetně programového vybavení pro sběr a předzpracování dat dle specifických požadavků sondových měření ve zkoumaném stejnosměrném výboji v plazmochemickém reaktoru magnetronového typu.

Poděkování

Tento výzkum byl proveden v rámci spolupráce Institut fuer Industrielle Elektronik und Materialwissenschaften Technisches Universität Wien, Gusshausstrasse 27-29, a Katedrou fyziky PF JU, Jeronýmova 10, České Budějovice za podpory projektů COST 527 A & B a MSM 124100004.

Literatura 3

- [1] LIEBERMAN, M., LICHTENBERG, A. J. Principles of plasma discharges and material processing. New York: John Wiley & Sons, 1994.
- [2] KVASNICA, S., FASCHING, R., KOHL, F. Modeling of unbalanced planar magnetron DC discharge, in ISPC 15 Proceedings, Orleans, 2001.
- [3] ŠPATENKA, P., LEIPNER, I., VLČEK, J., MUSIL, J. Plasma Sources Sci. Technol. 6 (1997) p. 46 – 52.
- [4] BRADLEY, J., THOMSPON, S., GONZALVO, Y. Plasma Sources Sci. Technol. 10 (2001) p. 490 – 501.
- [5] BRADLEY, J., ARNELL, R., ARMOUR, D. Surf. Coat. Technol. 97 (1997) p.538 -543.
- [6] SUDIT, I. D., WOODS, R. C. Rev. Sci. Instrum. 64 (9) (1993) p. 2440 - 2448.
- [7] SHERIDAN, T. E., GOREE, J. Phys. Rev. E 50 (4) (1994) p. 2991 - 2996.
- [8] WINDOW, B., SAVVIDES, N. J. Vac. Sci. Technol. A 4 (2) (1986) p. 196–202.
- [9] LAFRAMBOISE, J. G., RUBINSTEIN, J. Theory of cylindrical probe in colisionless magnetoplasma, Phys. Fluids, 19 (1976) 1900.
- [10] ADÁMEK, P., The High - Speed measuring System for the Probe Diagnostics of the Plasma, in Proceedings of contibution papers WDS '94, Prague: Faculty of mathematics and physics Charles University Prague, 1994, p. 60 - 65.
- [11] ADÁMEK, P. Measuring System for Langmuir Probe Diagnostics of the Plasma, in CO – MAT - TECH Proceedings, Trnava:, vol. I, 2001, p. 11 -16.
- [12] Open source version of IBM's Visualisation Data Explorer[®].
URL <http://www.opendx.org>.
- [13] IVANOV, I., STATEV, S., ORLINOV, V. Vacuum 43 (8) (1992) p. 837-842.
- [14] GODYAK, V. A PIEJAK, R. B. ALEXANDROVICH, B. M. Appl. Phys. 73 (8) (1993) p. 3657 – 3663.
- [15] HIPPLER, R., PFAU, S., SCHMIDT, M., SCHOENBACH, K.H. Low Temperature Plasma Physics - Fundamental Aspects and Applications, Berlin: Wiley - VCH Verlag, 2001.
- [16] OPPENHEIM, A., SCHAEFER, R. Discrete - Time Signal Processing, NY: Engelwood Cliffs, Prentice-Hall,1989.
- [17] KVASNICA, S., ADÁMEK, P., ŠPATENKA, P. Mapping of the internal plasma parameters of an unbalanced magnetron DC discharge, in 16-th International Symposium on Plasma Chemistry, Juni 21-27 2003, Italy., Taormina: Full – Papers CD file no. 523, 6 p.

4 SONDOVÁ DIAGNOSTIKA V NESTABILNÍM STEJNOSMĚRNÉM VÝBOJI (DC) V PLAZMOCHEMICKÉM REAKTORU MAGNETRONOVÉHO TYPU VE SMĚSI Ar + UHLOVODÍK n - HEXAN

Příkladem uplatnění plazmových technologií při vytváření polymerních vrstev [1, 2] je depozice organokřemičitých polymerních tenkých vrstev ve strojírenství, jako ochranných vrstev reflektorů, dále vytváření tvrdých plazmových polymerů uhlovodíku n - hexanu, se schématickým chemickým vzorcem C : H nebo kompozitů kov/C : H [3, 4], jako povrchových vrstev ke zvýšení otěruvzdornosti materiálů a snížení tření. Snížení tření součástí vede ke snížení energetických třecích ztrát a výraznému i několikanásobnému prodloužení životnosti součástí. V obalové technice slouží k vytváření bariérových vrstev potravinářských obalových fólií [5], chemicky nereagujících s obsahem nebo naopak vrstev hydrofilních. Dalšími aplikacemi jsou například jednostranně reaktivní vrstvy, které umožňují dokonalou povrchovou úpravu obalu potiskem. V medicínských aplikacích je požadováno vytváření vrstev C : H a a - C : H na implantátech [6], které jsou biologicky kompatibilní s živými tkáněmi a přitom nepodléhají časové degradaci pobytem v chemicky silně aktivním a citlivě biologicky reaktivním prostředí živého organismu.

Problémy související s procesem depozice polymerních vrstev, jako jsou dosažená úroveň požadovaných fyzikálních vlastností, časová degradace vrstev a v neposlední řadě, jejich reprodukovatelnost, ukazují na nutnost podrobnějšího studia vlastností plazmatu bezprostředně při probíhajícím depozičním procesu. Toto studium lokálních parametrů výbojů v nichž probíhá proces depozice polymerních vrstev je možné, jak je v předložené práci vícekrát zmíněno, sondovou diagnostikou plazmatu.

Cílem této části práce bylo přispět ke zdokonalení sondových měření *in situ* (přímo v procesu) vytváření polymerních vrstev v plazmochemickém prostředí. Protože sondová diagnostika plazmatu v procesu depozice polymerních vrstev je tímto depozičním procesem komplikována a ještě dalšími jevy, které vznikají v používaných výbojích, bylo nutno k dosažení uvedeného cíle ověřit účinnost metody čištění sondy při sondových měřeních v uvedeném prostředí. Hlavní součástí práce bylo zvládnutí sondových měření v časově proměnném plazmatu. v nestabilním stejnosměrném výboji a volba a ověření vhodné metody sběru dat, jejich předzpracování, zpracování a následné vyhodnocení sondových měření.

K tomuto účelu byla autorem práce zkonstruována a realizována rychlá měřicí aparatura pro sondovou diagnostiku plazmatu [7, 8]. Součástí řešení uvedených problémů

bylo též ověření funkčnosti a přesnosti aparatury, dále způsob předzpracování naměřených dat a volba vhodné metody vyhodnocení sondových charakteristik.

Získané experimentální výsledky přispějí k lepšímu pochopení probíhajících procesů při vytváření polymerních vrstev v plazmochemickém reaktoru a následně ke zdokonalení plazmové technologie depozice polymerních vrstev.

4.1 Problémy spojené s aplikací sondové diagnostiky *in situ* v polymerním časově nestabilním plazmatu

Sondová diagnostika plazmatu ve směsích inertního plynu argonu a uhlovodíku n-hexanu [$\text{CH}_3(\text{CH}_2)\text{CH}_3$], se při depozici polymerních vrstev setkává se dvěma typickými problémy, které mohou zkomplikovat její aplikaci. Při procesu depozice dochází k relativně rychlému vytváření polymerních vrstev též na povrchu diagnostické sondy. Jak bylo uvedeno v kapitole 2.2, tyto vrstvy svými elektrickými vlastnostmi ovlivňují naměřené hodnoty proudu, deformují tvar sondové charakteristiky a znehodnocují její následně správné vyhodnocení k určení parametrů plazmatu. Při vytváření polymerních vrstev bylo experimentálně zjištěno, že ve směsi, která obsahuje více než 2 % uhlovodíku n-hexanu + Ar a par H_2O je použití standardní metodiky sondového měření během depozičního procesu obtížné v důsledku rychlého vytváření izolační polymerní vrstvy na povrchu sondy (Biederman a kol.) [9]. Jako možná řešení daného problému, odstraňování vytvářených polymerních vrstev na diagnostické sondě, bylo použito jednak kontinuálně ohřívané sondy, popsané v práci [10] nebo žhavené a použité podobně jako v [11, 12] viz kapitola 4.2. Z důvodu tepelné emise elektronů s povrchu ohřívané sondy ve tvaru smyčky, která rovněž ovlivňuje proudy tekoucí obvodem sondy, dále větších rozměrů sondy a komplikovanosti obvodu sondy, který má vyšší kapacitu, byla po ověřovacích měřeních čištění sondy použita neohřívaná sonda ve spojení s rychlým měřením. Tento postup spočívá v tom, že bezprostředně po očištění diagnostické sondy, ať už ohřátím dopadajícími elektrony nebo bombardováním povrchu sondy ionty, proběhne měření několika sondových charakteristik v čase kratším než jedna sekunda nebo několik sekund. Toto měření představuje získání několika tisíc až desítek tisíc hodnot sondového proudu, které jsou pak vhodně předzpracovány středováním - výpočtem průměrné hodnoty. Za tuto relativně krátkou dobu nedojde k významnému znečištění sondy vznikající polymerní vrstvou a tak k následnému zkreslení naměřených hodnot proudu sondové volt-ampérové charakteristiky. Uvedené závěry byly experimentálně ověřeny měřením rychlosti znečištění sondy, vyjádřené jako pokles sondového proudu v čase [13]. Omezení rychlosti snímání sondové charakteristiky bylo též

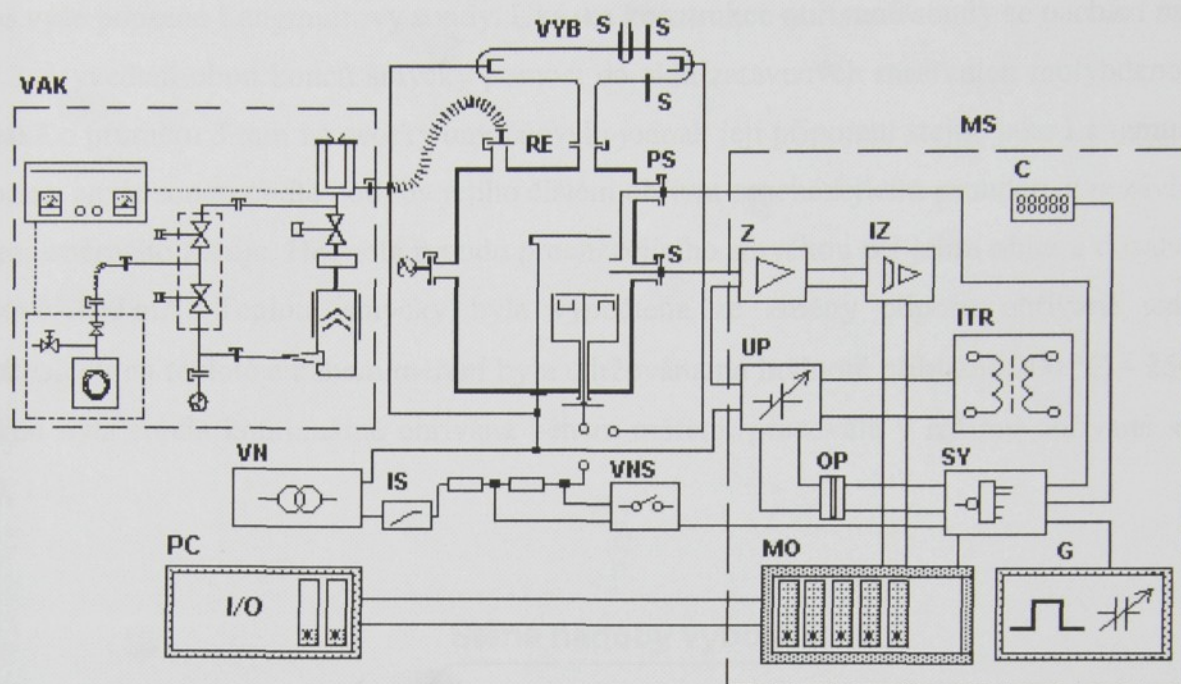
ověřováno [13] a pro dosažení maximální rychlosti měření, aniž by se významně uplatňovala odezva sondy [14, 15, 16], byl optimalizován tvar diagnostického signálu. Další vážnou komplikací při sondové diagnostice byly nestability výboje, které v uvedených směsích Ar + n - hexan vznikají. Předběžná měření, provedená v rámci autorovy disertační práce ukázala [13], že v použitém plazmochemickém reaktoru ve výše zmíněné směsi nebyla nalezena oblast parametrů výboje, ve které by byl výboj stabilní, a to i při použití stabilizovaného zdroje proudu napájení výboje. Dále bylo zjištěno, že v uvedeném systému a použitých směsích je frekvence nestabilit řádově 10^4 Hz a jejich horní hranice dosáhla 40 kHz.

Při měření v nestabilním výboji dochází též k časovým změnám sondového proudu. Pokud tyto časové změny mají charakter šumu a relativně malou úroveň vzhledem k velikosti sondového proudu, je možné je vhodnou filtrací, případně středováním opakovaně naměřených hodnot proudu potlačit na hodnotu, která umožňuje správné vyhodnocení sondových charakteristik. Jak bylo též uvedeno v kapitole 2.3, z důvodu nelinearity obvodu sondy dochází k usměrnění střídavých složek sondového proudu, a tato nenulová střední hodnota proudu komplikuje dosažení správných výsledků při vyhodnocení sondové charakteristiky a není možné odstranit její vliv na deformaci získané sondové charakteristiky běžnými metodami. Uvedené nestability - kmity výboje mohou mít též vliv na změnu rozdělovací funkce elektronů.

Pro získání objektivní informace o probíhajících procesech za výše uvedených podmínek bylo nutno vypracovat metodiku měření a zpracování dat a též realizovat vhodný měřicí systém, který by dokázal v komplikovaných režimech práce v nestabilním výboji při depozičním procesu polymerních vrstev poskytovat použitelná data. Autorem vyvinutý a realizovaný měřicí systém pro sondovou diagnostiku plazmatu, který splňuje dané požadavky na uvedená komplikovaná měření je popsán v kapitole 7.2.1 a publikacích [7, 8].

4.2 Celkové uspořádání experimentálního zařízení

Experimentální zařízení se skládalo z vakuové aparatury, napájecí části a měřicího systému. Celkové uspořádání systémů je patrné z obrázku 4.2.1. Hlavními částmi vakuového systému, které sloužily k provádění sondových měření, byl kovový reaktor a skleněná výbojka. Skleněná výbojka byla připojena rychlospojem k čerpanému prostoru reaktoru, tak aby bylo možno současně nastavovat stejné pracovní podmínky v obou částech systému. Vakuový systém byl čerpán kombinací olejové difúzní vývěvy a rotační olejové vývěvy.



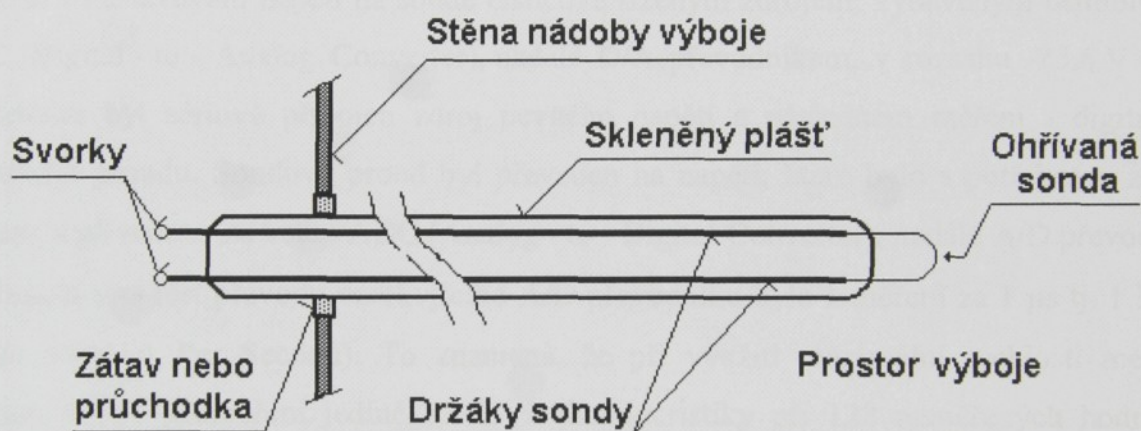
Obr. 4.2.1 Celkové uspořádání systémů při experimentu.

VAK - vakuová aparatura, VN - zdroj vn, IS - stabilizátor proudu, RE - plazmochemický reaktor, VYB - výbojka, S - diagnostické sondy, PS - pomocná sonda, VNS - vysokonapěťový spínač, Z - převodník I/U (zesilovač), UP - zdroj předpětí sondy, OP - optoelektrický vazební člen, IZ - izolační zesilovač, ITR - oddělovací transformátor, MS - elektronický měřicí systém, C - měřič frekvence, MO - moduly elektroniky A/D převodníku, paměti RAM 64 KB, 2 x 32 bit čítače, PC - osobní počítač, I/O - digitální vstup a výstup ISA, SY - obvod synchronizace, G - generátor signálu TTL.

Skleněná výbojka ve tvaru válce byla vyrobena ze speciálního křemenného skla a vybavena dutou katodou pro dosažení lepší stability výboje. Průměr skleněné výbojky byl 80 mm a její délka 450 mm. Do výbojky byla již při její výrobě zatavena trojice sond. Z nich dvojice Langmuirových sond byla zvolena z důvodu možného okamžitého použití náhradní sondy v případě opotřebení nebo zničení jedné ze sond a další sonda ve tvaru smyčky umožňovala přímý ohřev procházejícím proudem. Všechny tři sondy byly umístěny asi do jedné třetiny délky výbojové trubice, tedy do aktivní oblasti stejnosměrného doutnavého výboje, respektive jeho kladného sloupce. Dvě válcové Langmuirovy sondy byly vyrobeny z platinového drátu o průměru 0,1 mm a délce 12 mm a připevněny na molybdenových držácích dlouhých 70 mm o průměru 3 mm. Sondy zasahovaly svou aktivní částí přibližně do osy výbojky.

Třetí z trojice sond umístěných ve výbojce byla zhotovena ve tvaru smyčky a byla používána jako ohřívána nebo jako Langmuirova sonda. Sonda byla vyrobena též z platinového drátu o průměru 0,1 mm, ve tvaru smyčky o poloměru přibližně 4 mm, tak aby její délka dosáhla 12 mm. Oblouk smyčky sondy zasahoval do osy výbojové trubice stejně

jako výše popsané Langmuirovy sondy. Ukázka konstrukce ohřívané sondy se nachází na obr. 4.2.2. Vyvedení obou konců smyčky pomocí do skla zatavených masivních molybdenových držáků o průměru 3 mm na svorky umožňovalo jednak její připojení stejně jako Langmuirovu sondu a navíc sondu podle potřeby jejího čištění ohřívat procházejícím proudem z nezávislého stejnosměrného zdroje. Hodnota proudu procházejícího smyčkou při jejím ohřevu dosahovala řádově 100 mA. Teplota smyčky byla vypočtena ze změny odporu ohřívané smyčky v závislosti na teplotě a během měření byla udržována na hodnotě přibližně $200\text{ °C} \div 250\text{ °C}$. Pokud byla sonda kontinuálně ohřívána během měření, pracovala v režimu ohřívané sondy [10, 11].



Obr. 4.2.2 Konstrukce přímo ohřívané sondy.

Kovový reaktor z nerezavějící oceli o průměru 180 mm a výšce přibližně 200 mm byl osazen planárním magnetronem o průměru 75 mm s vyváženým magnetickým polem, který tvořil katodu. Magnetické pole magnetronu bylo buzeno permanentními magnety zapuštěnými do jeho povrchu. Plochou anodu tvořila uzemněná nerezová deska o průměru 80 mm, která byla spojena s vodivým pláštěm reaktoru. Do výbojového prostoru reaktoru mezi katodu a anodu byly průchodkou zaváděny dvě diagnostické sondy. Jedna ze sond sloužila jako klasická Langmuirova sonda a druhá sonda, umístěná v blízkosti Langmuirovy sondy tvořila pomocnou elektrodu pro synchronizaci měření s nestabilitami výboje. Sondy byly umístěny ve vzdálenosti 40 mm od povrchu katody (magnetronu), mimo oblast, kde by mohlo magnetické pole významně ovlivňovat měření sondové charakteristiky. Obě uvedené válcové sondy byly zhotoveny z platinového drátu o průměru 0,1 mm a délce 12 mm. Platinový drát byl přivařen bodovým svarem na držák z molybdenového drátu o průměru

3 mm, který byl zataven do skleněného pláště. Skleněný plášť byl utěsněn ve vakuové průchodce, která umožňovala montáž sond do požadované polohy. Délka sond včetně držáku vyvedeného mimo reaktor a části v průchodce dosahovala 190 mm.

Jako referenční elektroda sloužila pro oba systémy jak ve výbojce, tak v reaktoru uzemněná anoda. V reaktoru byla s anodou jako referenční elektrodou spojena též nádoba reaktoru. Povrch referenčních elektrod byl kontinuálně čištěn procházejícím výbojovým proudem, takže ovlivňování měření sondových charakteristik znečištěním těchto elektrod bylo možno zanedbat.

Získání dat při sondových měřeních bylo prováděno pomocí počítačem řízeného rychlého měřicího systému [7, 8], který je popsán v kapitole 7.2.1. Postup rychlého sběru dat spočíval v nastavování napětí na sondě číslicově řízeným zdrojem, vybaveným osmibitovým DAC (**D**igital - **t**o - **A**nalog **C**onverter), nadále D/A převodníkem, v rozsahu $-25,6 \text{ V} \div 0 \text{ V}$, ke kterému byl sériově připojen zdroj pevného napětí a následném měření - digitalizaci sondového proudu. Sondový proud byl převeden na napětí, které bylo s potřebným ziskem zesíleno a přivedeno na vstup ADC (**A**nalog - **t**o - **D**igital **C**onverter), nadále A/D převodníku. Maximální rychlost převodu vzorkujícího A/D převodníku byla 1 měření za $1 \mu\text{s}$ tj. 1 MSPS (**M**ega **S**amples **P**er **S**econd). To znamená, že při využití maximální rychlosti měřicího systému, trvalo proměření jediné sondové charakteristiky při 128 naměřených hodnotách proudu na charakteristiku $128 \mu\text{s}$.

Měření sondových charakteristik ve směsích Ar + n - hexan v časově proměnném plazmatu bylo provedeno díky možnosti uspořádat měřicí systém do režimu postupného vzorkování. V tomto případě byl odběr vzorku sondového proudu, respektive spuštění konverze A/D převodníku, synchronizováno s nestabilitami plazmatu a časové rozlišení řídil synchronizační obvod automatickým postupným posuvem po fázi kmitu plazmatu. Synchronizační signál byl odvozen z pomocné sondy, umístěné ve výboji do blízkosti Langmuirovy sondy. Během periody nestability, kmitu, byl odebrán jeden vzorek proudu, respektive bod sondové charakteristiky. V tomto případě závisela rychlost sběru dat na frekvenci nestabilit plazmatu.

Pro možnost porovnání výsledků měření byl též využit i integrační voltmetr, který vyniká vysokou přesností a svým integračním principem eliminuje střídavé složky malých amplitud, respektive šum obsažený v signálu sondového proudu [13]. Jeho nevýhodou je relativně nízká rychlost sběru dat přibližně 10 s na jednu sondovou charakteristiku. Proto byl použit pouze pro některá ověřovací měření, v argonu bez příměsí uhlovodíku kdy byl výboj stabilní, kdy nedocházelo k rychlé depozici polymerní vrstvy na sondě.

Data přímo z A/D převodníku nebo paměti SRAM (Static Random Acces Memory), kam byla při metodě postupného vzorkování ukládána, byla načítána osobním počítačem viz kapitola 7.2.1. Nastavovaným úrovním napětí byly programově přiřazeny digitalizované hodnoty sondového proudu a pak byla data uložena do souboru na disk [7, 8]. Odtud bylo možno naměřené hodnoty načíst do standardních programových prostředků a následně je zpracovat a vyhodnotit.

4.3 Ověření metody sondové diagnostiky v polymerním plazmatu

Pro možnost porovnání výsledků sondových měření s výsledky v magnetronovém reaktoru byla provedena měření ve skleněné výbojce s dutou katodou. Ve výbojce ve směsi Ar + 10 % n - hexanu při hodnotě proudu výboje $I_v = 5$ mA byl výboj stabilní. Za těchto stabilních podmínek byla experimentálně ověřena účinnost použitých metod čištění sondy.

Výsledky celé řady ověřovacích měření, které byly součástí autorovy disertační práce [13], z nichž některé jsou zde pro úplnost uvedeny, byly s úspěchem využity při dalších experimentálních měřeních.

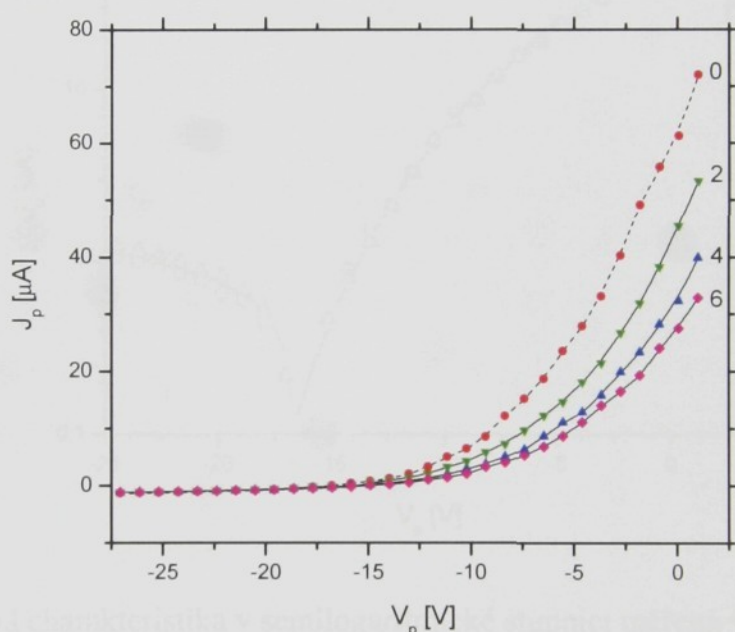
Jak již bylo zmíněno ve 2. části práce, pro správnou funkci Langmuirovy sondy je nezbytné udržovat během měření povrch sondy čistý. Ve směsích Ar + 10 % n - hexanu byly použity tyto dva postupy čištění sondy a měření sondových charakteristik:

1. Čištění sondy bombardováním jejího povrchu nabitými částicemi a ihned po dostatečném očištění provést sondová měření s rychlým sběrem dat.
2. Čistit sondu jejím kontinuálním ohřevem na teplotu dostačující pro odstraňování vytvářené polymerní vrstvy a současně provádět sondová měření. Metodou měření sondové diagnostiky ohřívanou sondou se zabýval Kalčík [10] a tento postup byl též použit při ověřovacích měřeních v polymerním plazmatu.

Srovnávací měření účinnosti metod čištění sondy byla provedena sondou ve tvaru smyčky, která umožňovala použití obou výše uvedených postupů. Nejprve byl povrch sondy očištěn a pak byl provedeno měření studenou sondou a následně byl sledován vliv pokrytí sondy polymerní vrstvou v závislosti na čase, uplynulého od očištění sondy. Pak bylo zapojeno ohřívání sondy a proběhla měření sondových charakteristik ohřívanou sondou

za stejných parametrů výboje a pracovní náplně Ar + 10 % n - hexanu, ale bez předběžného čištění sondy podobně jako v [10].

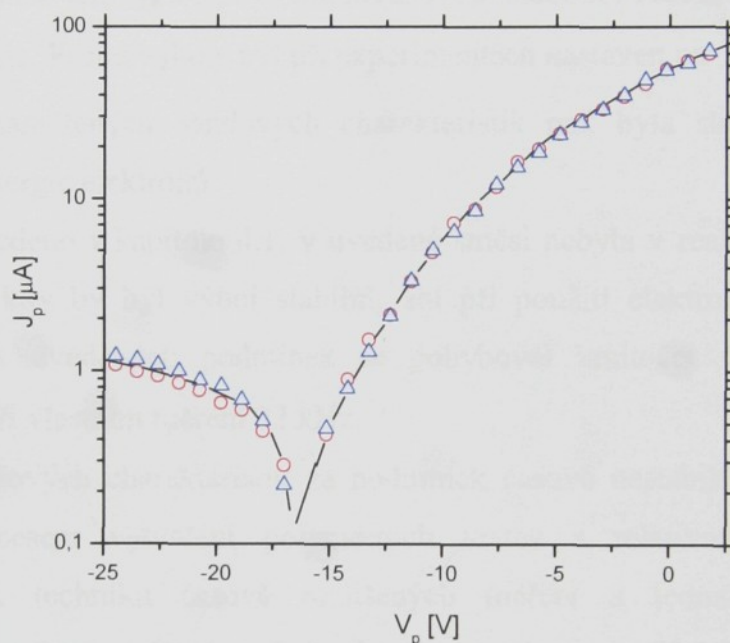
Počáteční čištění sondy ohřevem před měřením probíhalo tak, že byla postupně zvyšována teplota, krátkodobě až do třesňově červené barvy sondy. Po tomto intenzivním očištění a vychladnutí sondy okamžitě proběhlo měření sondové charakteristiky, pak postupně s prodlevou dvou, čtyř a šesti minut od očištění byla vykonána další tři měření. Jak je patrné z obr. 4.3.1, dochází v průběhu času k nárůstu polymerní izolační vrstvy na povrchu sondy, což vede k poklesu zvláště elektronové složky sondového proudu a změně tvaru sondové charakteristiky.



Obr. 4.3.1 Sondové charakteristiky měřené ve výbojce ve směsi Ar + 10 % n - hexanu studenou sondou dle [13], okamžitě po očištění sondy 0 (●) a následně s prodlevou 2 (▼), 4 (▲) a 6 (◆) minut po očištění sondy; $p = 10$ Pa, $I_v = 5$ mA.

Uvedená změna způsobuje chybu v určení například teploty elektronů - deformovaná charakteristika po vyhodnocení vykazuje zdánlivé zvýšení teploty elektronů ve zkoumaném plazmatu. Následně, po proběhnutí uvedených měření, bylo zapojeno ohřívání sondy na teplotu $220\text{ }^{\circ}\text{C} \div 250\text{ }^{\circ}\text{C}$ a po uplynutí více než tří minut bylo opětovně provedeno sondové měření, tentokrát ohřívanou sondou. Od počátku experimentu uplynulo celkem devět minut. Jak je patrné z obr. 4.3.2, jsou obě sondové charakteristiky z nichž jedna byla naměřena okamžitě po počátečním intenzivním očištění sondy a druhá po devíti minutách, uplynulých od počátečního očištění, avšak pomocí ohřívané sondy, prakticky shodné. Jejich odchylky

spadají do možných chyb měření sondových charakteristik, respektive změn parametrů výboje během experimentu. Experiment rovněž potvrzuje, že spád žhavicího napětí podél sondy neovlivňuje podstatně prováděné měření. Další ověření funkce ohřívání sondy probíhala v následujících měřeních v intervalech až 20 minut a tato měření opět nevykazovala výrazné odchylky tvaru a hodnot proudu sondových charakteristik. Taktéž se podařilo stanovit optimální teplotu ($220\text{ }^{\circ}\text{C} \div 250\text{ }^{\circ}\text{C}$) ohřívání sondy pro naše konkrétní experimentální podmínky *in situ* sondové diagnostiky při depozici polymerních vrstev.



Obr. 4.3.2 Sondová charakteristika v semilogaritmické stupnici měřená ve výbojce ve směsi Ar + 10 % n - hexanu sondou dle [13] s vypnutým ohřevem bezprostředně po očištění sondy (Δ) a sondová charakteristika měřená stejnou sondou po znečištění a následném očištění zapojením ohřevu na dobu 3 minuty měřená 9 minut po očištění (○); $p = 10\text{ Pa}$, $I_v = 5\text{ mA}$.

Výsledky tohoto ověřovacího experimentu potvrdily možnost použití i klasické „studené“ Langmuirovy sondy v kombinaci s rychlým měřením sondových charakteristik. Požadavkem při sběru dat při vytváření polymerních vrstev je, aby doba měření sondových charakteristik byla dostatečně krátká. Tato perioda mezi dvěma procesy čištění sondy musí být pouze tak dlouhá, aby nedošlo během měření k významnému pokrytí sondy polymerní vrstvou, která by měření ovlivnila [13].

Ověření rychlosti pokryvu sondy polymerní vrstvou bylo též součástí autorovy disertační práce [13].

Na základě výsledků těchto ověřovacích experimentů bylo přistoupeno k sondové diagnostice v časově nestabilním plazmatu v plazmochemickém reaktoru ve výše zmíněné pracovní směsi argonu a n - hexanu.

4.4 Sondová měření s časovým rozlišením v časově proměnném plazmatu v plazmochemickém reaktoru magnetronového typu

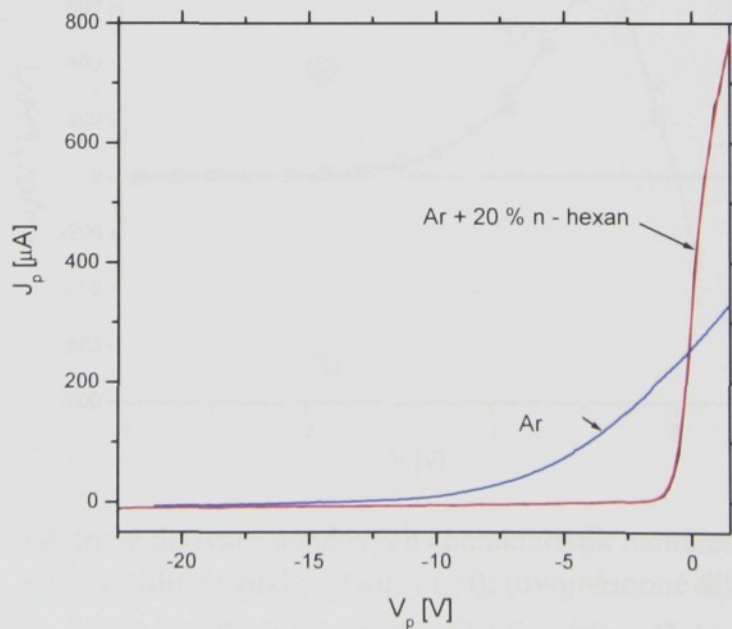
Vlastní měření *in situ* v procesu depozice polymerních vrstev probíhala v reaktoru planárního magnetronového typu s kovovou nerezovou nádobou. Pracovní náplň tvořila směs Ar + 20 % n – hexanu. Proud výboje byl při experimentech nastaven na $I_v = 8$ mA a pracovní tlak $p = 10$ Pa. Z naměřených sondových charakteristik pak byla stanovena koncentrace a střední hodnota energie elektronů.

Jak bylo uvedeno v kapitole 4.1, v uvedené směsi nebyla v reaktoru nalezena oblast parametrů výboje, kdy by byl výboj stabilní, ani při použití elektronického stabilizátoru proudu výboje. Za uvedených podmínek se pohyboval kmitočet nestabilit v rozmezí $30 \text{ kHz} \div 34 \text{ kHz}$, při vlastním měření 32 kHz.

Měření sondových charakteristik za podmínek časově nestabilního plazmatu, navíc komplikované procesem vytváření polymerních vrstev s relativně rychlou depozicí, vyžadovalo jednak techniku časově rozlišených měření a jednak provádět měření co nejrychleji, aby během měření nedošlo k významnému znečištění sondy. Byla proto použita rychlá měřicí aparatura, která byla speciálně za tímto účelem vyvinuta a splňovala uvedené požadavky na komplikovaná měření. Jak je uvedeno výše, je popis a blokové schéma této aparatury uvedeno v kapitole 7.2.1. Pro synchronizaci spouštění rychlého A/D převodníku a nastavování proměnného napětí na sondě D/A převodníkem, byl použit též vyvinutý synchronizační obvod a spouštěcí signál byl odebírán z pomocné sondy, která byla umístěna do blízkosti diagnostické sondy do prostoru výboje v reaktoru. Tato pomocná sonda byla během měření udržována díky kapacitní vazbě na potenciálu izolované sondy. Jako výchozí bod časové synchronizace s fází nestabilit byl nastaven průchod střídavé složky proudu pomocné sondy nulou. Vlastní měření bodu sondové charakteristiky pak probíhalo v čase zpožděném o t_d od tohoto výchozího času. Během každé periody kmitu výboje byl tedy odebrán vzorek proudu a současně nastavena další hodnota napětí. Krok napětí zdroje byl 200 mV. Aby nedocházelo k velkým skokovým změnám napětí D/A převodníku po naměření celé sondové charakteristiky, byl zvolen symetrický trojúhelníkový tvar signálu. Postupně bylo naměřeno 16 sondových charakteristik, pak synchronizační obvod zvýšil

zpoždění spouštění A/D převodníku a měření postupovalo stejným způsobem. Měření několika sondových charakteristik za sebou bylo zvoleno z důvodu stochastických jevů ve výboji, které ovlivňovaly měření. Středováním - sumačním průměrováním [17] n-tice (16-ti) charakteristik, respektive jednotlivých hodnot proudu, byl tento jev dostatečně potlačen. Celé měření vzestupně a sestupně měřených 2×128 sondových charakteristik, složených ze 128 hodnot proudu, včetně fázového posunu po periodě kmitu nestability trvalo přibližně 1 s. Měření bylo prováděno bezprostředně po očištění sondy a během této relativně velmi krátké doby nedošlo k měření ovlivňujícímu znečištění sondy deponovanou polymerní vrstvou.

Dvě sondové charakteristiky získané aplikací rychlých měření metodou postupného vzorkování jsou uvedeny na obrázku 4.4.1. V tomto případě nebyl měřen časový rozvoj posuvem po periodě kmitu, spouštěcí impuls vzorkování následoval po průchodu kmitu výboje nulou ($t_d = 0 \mu s$). Rychlost měření 32 KSPS (**K**ilo **S**amples **P**er **S**econd) odpovídala frekvenci nestabilit plazmatu tj. 32 kHz. Z rychlosti vzorkování vyplývá i doba trvání sondového měření - při 32768 naměřených hodnotách sondového proudu je to přibližně 1 s.



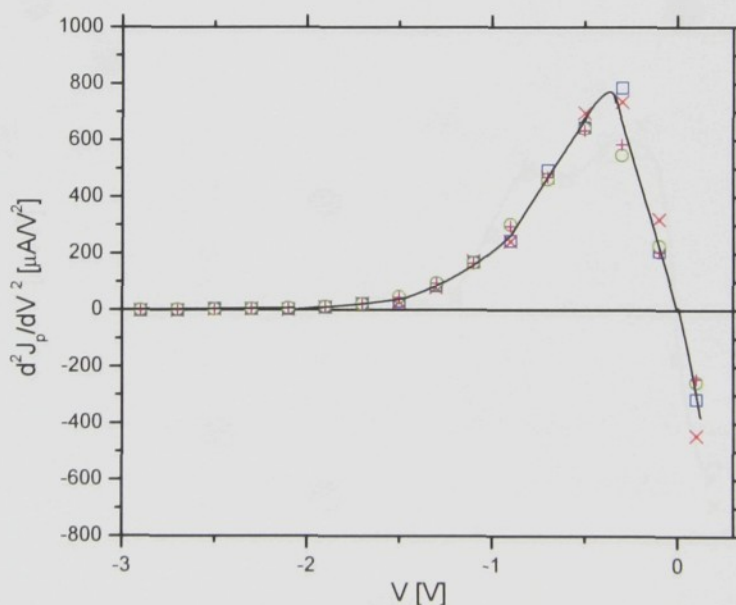
Obr. 4.4.1 Dvě téměř identické (červená a černá) sondové charakteristiky měřené v reaktoru následně po třech minutách metodou postupného vzorkování, bezprostředně po čištění sondy ve směsi Ar + 20 % n - hexanu. Současně je pro srovnání zobrazena charakteristika (modrá) naměřená ve stabilním výboji v argonu bez příměsi uhlovodíku za stejných podmínek;

$$p = 10 \text{ Pa}, I_v = 8 \text{ mA}, t_d = 0 \mu s.$$

Jak je z obrázku patrné, získané sondové charakteristiky se překrývají a jsou prakticky totožné, přesto že druhá sondová charakteristika byla naměřena po opětovném očištění sondy až po uplynutí tří minut od měření první charakteristiky. Pro srovnání tvaru sondových charakteristik je zde zobrazena i sondová charakteristika měřená v reaktoru ve stabilním výboji při stejných parametrech výboje a tlaku v argonu bez příměsí.

Uvedené charakteristiky bylo nutno měřit metodou postupného vzorkování synchronně se spouštěcím pulzem synchronizačního obvodu, odvozeným od průchodu nulou střídavé složky signálu pomocné sondy, respektive nestabilit výboje.

Objektivní informaci o shodě obou naměřených sondových charakteristik poskytuje jejich druhá derivace, která by zřetelně ukázala jejich případné odchylky. Na obrázku 4.4.2 jsou výše uvedené dvojice druhých derivací sondových charakteristik zobrazeny a to současně, jako výsledky dvou různých metod numerického zpracování [18, 19].



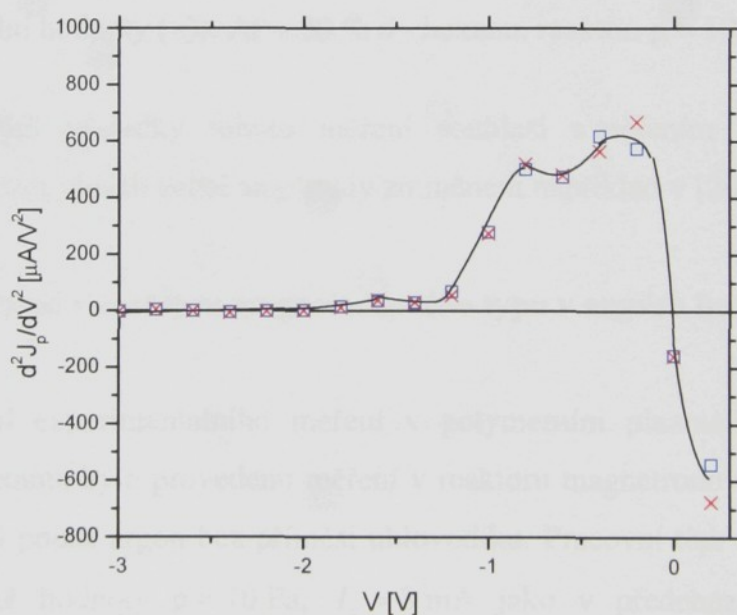
Obr. 4.4.2 Vypočtené druhé derivace sondových charakteristik naměřené metodou postupného vzorkování $t_d = 0 \mu\text{s}$: (filtr Savitzky - Golay ($\square$)); (dvojnásobné diferencování přes dvě sousední hodnoty ($\times$)). Měření po třech minutách: (filtr Savitzky - Golay ($\circ$)); (dvojnásobné diferencování přes dvě sousední hodnoty ($+$)); Ar + 20 % n-hexanu, reaktor, $p = 10 \text{ Pa}$, $I_v = 8 \text{ mA}$.

Pro výpočet druhé derivace byla postupně dvakrát použita metoda difference ze dvou sousedních hodnot zprava a zleva [18]. Druhou metodou bylo provedeno nejprve vyfiltrování naměřených charakteristik číslicovým váženým filtrem Savitzky - Golay [19] a pak numericky vypočtena druhá derivace programem Microcal Origin[®]. Jak je z obrázku patrné,

těž druhé derivace sondových charakteristik vykazují velmi dobrou shodu. Vzhledem k tomu, že měření probíhalo v chemicky aktivním plazmatu a navíc časově nestabilním výboji, potvrzují experimentálně získané výsledky velmi dobrou opakovatelnost měření, jak z hlediska kvality čištění sondy, tak spolehlivosti synchronizovaného měření. Dvě použité metody filtrace a výpočtu druhých derivací též vykazují srovnatelné výsledky zpracování sondových charakteristik a potvrzují tak správný postup při zpracování naměřených dat.

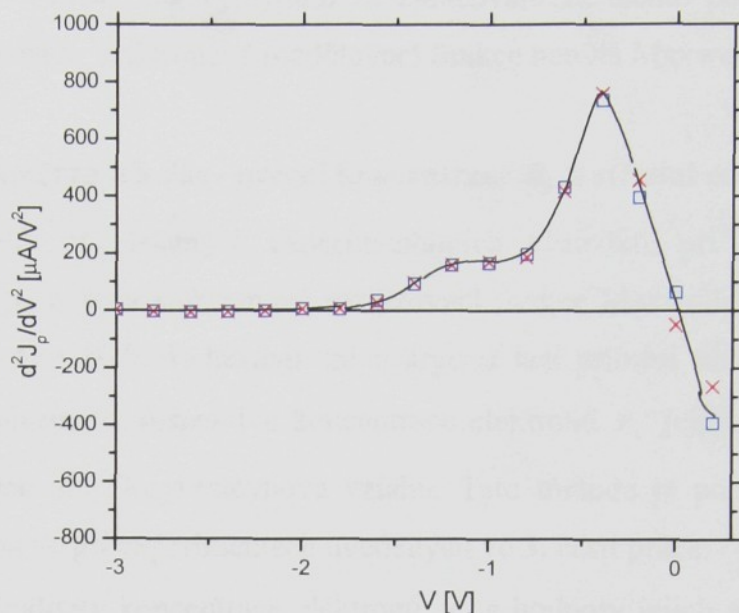
Na obrázku 4.4.3 jsou zobrazeny druhé derivace sondové charakteristik, která byla naměřena se zpožděním $t_d = 5 \mu\text{s}$ od hrany synchronizačního pulzu.

Na obrázku 4.4.4 jsou zobrazeny druhé derivace sondové charakteristik, která byla naměřena se zpožděním $t_d = 10 \mu\text{s}$ od hrany synchronizačního pulzu.



Obr. 4.4.3 Vypočtené druhé derivace sondových charakteristik naměřené metodou postupného vzorkování $t_d = 5 \mu\text{s}$: (filtr Savitzky - Golay ($\square$)); (dvojnásobné diferencování přes dvě sousední hodnoty ($\times$)); Ar + 20 % n-hexanu, reaktor; $p = 10 \text{ Pa}$, $I_v = 8 \text{ mA}$.

Uvedené druhé derivace vypočtené oběma zmíněnými metodami jsou postupně zobrazeny na obrázcích 4.4.2, 4.4.3 a 4.4.4. Jak je ze všech tří obrázků, respektive druhých derivací sondových charakteristik patrné, ve zkoumaném plazmatu ve směsi Ar + 20 % n-hexanu se vyskytují nejméně dvě energetické grupy elektronů, jejichž zastoupení se v rozdělovací funkci mění s časovým posuvem po fázi kmitu – nestability výboje.



Obr. 4.4.4 Vypočtené druhé derivace sondových charakteristik naměřené metodou postupného vzorkování $t_d = 10 \mu\text{s}$: (filtr Savitzky - Golay ($\square$)); (dvojnásobné diferencování přes dvě sousední hodnoty ($\times$)); Ar + 20 % n - hexanu, reaktor, $p = 10 \text{ Pa}$, $I_v = 8 \text{ mA}$.

Experimentální výsledky tohoto měření souhlasí s měřením rozdělovací funkce elektronů v ionizačních vlnách velké amplitudy zmíněném například v [20].

4.5 Srovnávací měření v reaktoru magnetronového typu v argonu bez příměsi uhlovodíku

Pro srovnání experimentálního měření v polymerním plazmatu ve směsi argonu a uhlovodíku n - hexanu, bylo provedeno měření v reaktoru magnetronového typu s pracovní náplní, kterou tvořil pouze argon bez příměsi uhlovodíku. Pracovní tlak a proud výboje byly nastaveny na stejné hodnoty $p = 10 \text{ Pa}$, $I_v = 8 \text{ mA}$ jako v předcházejícím experimentu s uhlovodíkem n - hexanem. Za těchto podmínek se ve výboji nevyskytovaly regulární kmity, pouze náhodné nestability, vznikající náhodnými průrazy na magnetronové katodě. Srovnávací měření probíhalo stejným způsobem se stejnou konfigurací měřicího přístroje pro synchronní měření. Spouštěcí signál převodu byl vzhledem k absenci nestabilit výboje nahrazen generátorem pulzů. Na generátoru byl nastaven stejný kmitočet jako při měření v nestabilním výboji, tj. 32 kHz. Z důvodu náhodných poruch plazmatu bylo použito i opakovaných měření se středováním ze 16-ti hodnot sondového proudu. Doba měření zůstala díky stejnému kmitočtu spouštěcího signálu též stejná, přibližně 1 s. V pracovní náplni v argonu o tlaku 10 Pa bez příměsi uhlovodíku n - hexanu nedocházelo k pokrývání sondy

polymerní izolační vrstvou. Jak vyplynulo ze zpracování za těchto podmínek naměřených sondových charakteristik, elektronová rozdělovací funkce nebyla Maxwelllovská.

4.6 Zpracování naměřených dat - určení koncentrace n_e a střední energie E_{st}

Jak vyplynulo ze získaných experimentálních výsledků, při měřeních v rektoru magnetronového typu nebyla elektronová rozdělovací funkce Maxwelllovská ani v plazmatu v polymerní směsi Ar + 20 % n - hexanu ani v argonu bez příměsi uhlovodíku. Proto byly určeny parametry plazmatu, respektive koncentrace elektronů n_e jejich střední energie E_{st} jejich druhé derivace dle Druyvesteynova vztahu. Tato metoda je popsána v kapitole 2.5 a byla též aplikována ve při experimentech uvedených ve 3. části práce.

Vypočtené hodnoty koncentrace elektronů n_e a hodnoty jejich středních energií E_{st} jak pro argon bez příměsi uhlovodíku a bez vlivu regulárních kmitů, tak pro směs Ar + 20 % uhlovodíku n - hexanu s vlivem nestabilit výboje na rozdělovací funkci s jejím časovým vývojem $t_d = 0 \mu s$, $t_d = 5 \mu s$ a $t_d = 10 \mu s$ od synchronizačního pulzu, jsou uvedeny v tabulce 4.1.

Tabulka 4.1 Vypočtené hodnoty parametrů plazmatu v rektoru magnetronového typu ve stejnosměrném výboji.

Pracovní podmínky [p = 10 Pa, $I_v = 8$ mA]	Zpoždění t_d [μs]	n_e [10 ¹⁵ m ⁻³]	E_{st} [eV]
Ar	--	1,2	6,7
Ar + 20 % n – hexanu	0	4,3	0,69
Ar + 20 % n – hexanu	5	4,3	0,68
Ar + 20 % n – hexanu	10	3,7	0,76

Detailní informace o výsledcích jednotlivých experimentů byly publikovány ve [21] a viz příloha II. [22].

4.7 Závěr

Výsledky ověřovacích měření potvrdily účinnost čištění sondy jejím ohřevem na dostačující teplotu 220 °C ÷ 250 °C při aplikaci v polymerním plazmatu viz obr. 4.3.2.

Taktéž byla ověřena spolehlivost aplikace rychlých měření při sondové diagnostice

polymerní izolační vrstvou. Jak vyplynulo ze zpracování za těchto podmínek naměřených sondových charakteristik, elektronová rozdělovací funkce nebyla Maxwelllovská.

4.6 Zpracování naměřených dat - určení koncentrace n_e a střední energie E_{st}

Jak vyplynulo ze získaných experimentálních výsledků, při měřeních v rektoru magnetronového typu nebyla elektronová rozdělovací funkce Maxwelllovská ani v plazmatu v polymerní směsi Ar + 20 % n - hexanu ani v argonu bez příměsi uhlovodíku. Proto byly určeny parametry plazmatu, respektive koncentrace elektronů n_e jejich střední energie E_{st} jejich druhé derivace dle Druyvesteynova vztahu. Tato metoda je popsána v kapitole 2.5 a byla též aplikována ve při experimentech uvedených ve 3. části práce.

Vypočtené hodnoty koncentrace elektronů n_e a hodnoty jejich středních energií E_{st} jak pro argon bez příměsi uhlovodíku a bez vlivu regulárních kmitů, tak pro směs Ar + 20 % uhlovodíku n - hexanu s vlivem nestabilit výboje na rozdělovací funkci s jejím časovým vývojem $t_d = 0 \mu s$, $t_d = 5 \mu s$ a $t_d = 10 \mu s$ od synchronizačního pulzu, jsou uvedeny v tabulce 4.1.

Tabulka 4.1 Vypočtené hodnoty parametrů plazmatu v rektoru magnetronového typu ve stejnosměrném výboji.

Pracovní podmínky [p = 10 Pa, $I_v = 8 \text{ mA}$]	Zpoždění $t_d [\mu s]$	n_e [10^{15} m^{-3}]	E_{st} [eV]
Ar	--	1,2	6,7
Ar + 20 % n – hexanu	0	4,3	0,69
Ar + 20 % n – hexanu	5	4,3	0,68
Ar + 20 % n – hexanu	10	3,7	0,76

Detailní informace o výsledcích jednotlivých experimentů byly publikovány ve [21] a viz příloha II. [22].

4.7 Závěr

Výsledky ověřovacích měření potvrdily účinnost čištění sondy jejím ohřevem na dostačující teplotu 220 °C ÷ 250 °C při aplikaci v polymerním plazmatu viz obr. 4.3.2.

Taktéž byla ověřena spolehlivost aplikace rychlých měření při sondové diagnostice

v polymerním plazmatu, která umožňuje získání nezkrácených dat, aniž by během intervalu měření v čase řádově jednotek sekund docházelo k významnému ovlivnění a deformaci sondových charakteristik deponovanou polymerní vrstvou na sondě, jak vyplývá z obrázku 4.4.1.

Z výsledků srovnávacích měření v magnetronovém reaktoru vyplynulo, že hodnoty střední energie elektronů E_{st} ve směsi Ar + 20 % n - hexanu byly o 1 řád nižší než v reaktoru ve výboji s Ar bez příměsi uhlovodíku. Toto potvrzuje i tvar naměřených sondových charakteristik viz tabulka 4.1 a obrázek 4.4.1. Vypočtené hodnoty koncentrace elektronů n_e jsou naopak nižší v argonu bez příměsi než v polymerní směsi Ar + 20 % n - hexanu, což ukazuje na vliv příměsi na probíhající procesy v polymerním plazmatu. Vyšší koncentrace naměřená ve směsi Ar + 20 % n – hexanu zřejmě souvisí se závislostí koeficientu ambipolární difúze na teplotě elektronů – při nižší teplotě elektronů je radiální difúze pomalejší.

Z výsledků sondových měření v časově proměnném polymerním plazmatu v reaktoru magnetronového typu vyplývá, že v plazmatu se vyskytují nejméně dvě energetické grupy elektronů, které vykazují vývoj v čase při fázovém posuvu po kmitu plazmatu viz obrázky 4.4.1, 4.4.2, 4.4.3. Dochází zde k časovým změnám jak koncentrace n_e , tak střední energie elektronů E_{st} viz tabulka 4.1.

Experimentální výsledky mohou mít významný vliv na průběh depozičního procesu a následně kvalitu deponovaných polymerních vrstev, proto vyžadují provádění dalších měření, zaměřených na objasnění uvedených jevů.

Popsané zdokonalení sondové diagnostiky *in situ* s časovým rozlišením přispěje k hlubšímu náhledu na složité procesy, které probíhají v plazmatu při vytváření polymerních vrstev a poskytne možnosti k získání detailních informací vedoucích ke zdokonalení a reprodukovatelnosti plazmové technologie.

Pro měření sondových charakteristik v nestabilním výboji s časovým rozlišením bylo nutno za tím účelem vyvinout měřicí aparaturu včetně řídicího programového vybavení. Tuto aparaturu bylo nutno otestovat, jednak z hlediska přesnosti a též z hlediska její funkčnosti při aplikaci v sondové diagnostice plazmatu. Aparatura poskytla při sondové diagnostice v časově nestabilním polymerním plazmatu data, která nebyla možno získat klasickým měřením Langmuirovou sondou a přispěla tak ke zdokonalení procesu sběru dat v komplikovaných podmínkách depozice polymerních vrstev. Uvedená autorem vyvinutá aparatura [7, 8] byla po rozšíření a úpravách použita pro sondovou diagnostiku plazmatu s prostorovým rozlišením při depozici vrstev Ti

ve stejnosměrném stabilním výboji v magnetronovém reaktoru viz 3. část práce a pro sondovou diagnostiku plazmatu s prostorovým rozlišením metodou Langmuirovy sondy a metodou dvojice sond v mikrovlnném výboji generovaném povrchovou vlnou - surfatronu viz 6. část práce.

Poděkování

Tento výzkum byl proveden v rámci spolupráce KEVF MFF UK, V Holešovičkách 2, Praha a KF PF JU, Jeronýmova 10, České Budějovice za podpory projektů COST 515.50 a GAČR 202/95/1502 a GAČR 202/98/0666.

Literatura 4

- [1] YASUDA, H. Plasma Polymerization. New York: Academic Press, 1985.
- [2] BIDERMAN, H., OSADA, Y. Plasma Polymerisation Processes. Amsterdam: Elsevier, 1992.
- [3] BIEDERMAN, H., MARTINŮ, M. Plasma polymer-metal composite films, in d'AGOSTINO, R. ed., Plasma deposition, Treatment, and Etching of Polymers, New York: Academic Press, 1990, 269 -320.
- [4] ŠPATENKA, P., SUHR, H., Plasma diagnostic by Langmuir Probes in Systems for Deposition of Hard Coatings using Organometallic Precursors, 11th International Symp.on Plasma Chem., Symp. Proceedings, Loughborough, England, 1137-1142, 1993.
- [5] BIEDERMAN, H., et. al. Deposition and properties of hydrophylic films prepared by plasma polymerization of Ar/n-Hexane/H₂O. Vacuum 12, (1995), vol. 46, p.1413.
- [6] FAVIA, P., d'AGOSTINO, R. Plasma treatments and plasma deposition of polymers for biomedical applications. Surface and Coatings Technology, 98 (1998) p 1102-1106.
- [7] ADÁMEK, P.: The Probe Diagnostics of the Plasma by the High - Speed Measuring System., in Proceedings of contribution papers, Physics of Plasmas and Ionized Media, Faculty of Mathematics and Physics, Charles University, Prague, Sept. 95, p. 124 - 127.
- [8] ADÁMEK, P.: The high speed Measuring System for the Plasma Diagnostics - Experimental Results, In:Proceedings of contribution papers, Physics of Plasmas and Ionized Media, Faculty of Mathematics and Physics, Charles University, Prague, Sept. 96, p. 133-138.
- [9] BIEDERMAN, H., HLÍDEK, P., ZEMEK, J., SLAVÍNSKÁ, D., JEŽEK, J., ZAKOUŘIL, P., GLOSÍK, J. Vacuum 46 (1995) p.1414.
- [10] KALČÍK, J. Czechoslovak Journal of Physics 45 (1995) p. 241.

- [11] KLAGGE, S. Plasmadiagnostik mit emittierten Sonden. Greifswald: E. M. A. Universitaet Greifswald, 1987.
- [12] ŠPATENKA, P. et. al., Langmuir Probe Measurements during Plasma - Activated Chemical Vapor Deposition in the System Argon/Hydrogen/ Diclopentadienyl-diethylhafnium, Plasma Chemistry and Plasma Processing, 3, 15 (1995), p. 371-381.
- [13] ADÁMEK, P. Sondová diagnostika v časově proměnném plazmatu ve směsích Ar + n - hexan [doktorská disertační práce], Praha: MFF Univerzity Karlovy, 1999.
- [14] CARLSON, R. W., OKUDA, T., OSKAM, H. Studies of the Dynamic Properties of Langmuir Probes I, Measuring Methods, Physica 30, (1964) p. 182 - 192.
- [15] CARLSON, R. W., OKUDA, T., OSKAM, H. Studies of the Dynamic Properties of Langmuir Probes III, Discussion of the Results, Physica 30, (1964) p. 375 - 386.
- [16] KAMKE, D., ROSE, H. J. Zeitschrift für Physik 145, (1956) p. 83.
- [17] SEDLÁČEK, M. Zpracování signálů v měřicí technice. Praha: Vyd. ČVUT, 1993.
- [18] ZÖRNIG, P. Numerické metody. Praha: Vydavatelství ČVUT, 1989.
- [19] PALOP, F. J. I., BALLESTEROS, J., COLOMER, V., HERNÁNDEZ, M. A. A new smoothing method for obtaining the electron energy distribution function in plasmas by the numerical differentiation of the $I - V$ probe characteristic, Rev. Sci. Instrum. 66 (9), (1995).
- [20] SIRGHI, L., OHE, K., POPA, G. Interactions between ionization waves and potential structure formed at a constriction of the dc He positive column, J. Phys. D: Appl. Phys. 30 (1997) p. 2431-2440.
- [21] ADÁMEK, P., KALČÍK, J., ŠÍCHA, M., TICHÝ, M., BIEDERMAN, H., SOUKUP, L., JASTRABÍK, L.: Contribution to the Application of the Probe technique for Plasma Monitoring in the Ar and n-Hexane Mixture Plasma during the Polymerization Process, Czechoslovak Journal of Physics Vol. 49 (1999) No. 12 p.1685-1701.
- [22] ŠÍCHA, M., TICHÝ, M., ADÁMEK, P., KALČÍK, J., BIEDERMAN, H., SOUKUP, L., JASTRABÍK, L. The Application of Langmuir Probes in the Mixture of Argon and n-Hexane Plasma, in Proc. 14th International Symposium on Plasma Chemistry, Praha: (Czech Republic), August, 2-6, 1999, eds. HRABOVSKÝ, M., KONRÁD, M., KOPECKÝ, V., vol. II, p. 843-848.

5 SONDOVÁ DIAGNOSTIKA VE STEJNOSMĚRNÉM A VYSOKOFREKVENČNÍM VÝBOJI V SYSTÉMU „PLASMA JET” PŘI DEPOZICI VRSTEV ZnO

Systémy s dutou katodou, která vytváří trysku s proudícím ionizovaným pracovním médiem se nazývají systémy „plasma jet”. Proudící plyn, který je v duté katodě ionizován, usměrňuje proud plazmatu směrem k povrchu substrátu, navíc dochází k odprašování a unášení materiálu trysky, který reaguje s pracovní náplní a pak se stává komponentou deponované vrstvy. Tyto tryskové systémy slouží jako zdroje technologického plazmatu při vytváření vrstev [1, 2, 3] procesem depozice různých materiálů, jejich sloučenin s pracovními plyny a parami, případně dalšími reakčními komponentami (prekurzory) na substrátu v plazmochemických reaktorech. Tyto technologické procesy jsou pak nazývány dle způsobu aplikace PVD (**Physical Vapor Deposition**), CVD (**Chemical Vapor Deposition**), PECVD (**Plasma Enhanced Chemical Vapor Deposition**), atd. Výboje v jednotryskovém nebo vícetryskovém systému mohou být napájeny jak stejnosměrným (DC - **D**irect **C**urrent), tak i vysokofrekvenčním (RF - **R**adio **F**requency) proudem, zpravidla technických kmitočtů 13,56 MHz, 27,12 MHz, dále vysokých kmitočtů až stovek MHz nebo jednotek až desítek GHz (mikrovlny). Popsané systémy se používají například k vytváření vrstev nitridů TiN [4], zmíněných ve 3. části práce, dále Cu_3N [5], nebo kyanidových skupin CN_x [6]. Tyto systémy jsou též využívány k vytváření speciálních polovodivých vrstev amorfních i polykrystalických s aplikacemi v elektronice, například při výrobě článků solárních panelů. Jak již bylo uvedeno, ve zmíněných procesech dochází k depozici materiálu trysky, který se pak stane chemicky vázanou komponentou deponované vrstvy. Tryska může být zhotovena také z nekovového materiálu, například z čistého křemíku, který reaguje s pracovní náplní reaktoru ve výboji. Tímto procesem byly vytvářeny například vrstvy Si : H [7].

Aplikací která je součástí uvedené experimentální práce, je vytváření krystalických vrstev ZnO s piezoelektrickými vlastnostmi [8, 9]. V daném případě tvoří materiál trysky, respektive duté katody zinek požadované čistoty a směs pracovních plynů tvoří $\text{Ar} + \text{O}_2$. Tento systém trysky je umístěn do plazmochemického reaktoru magnetronového typu. Deponované vrstvy ZnO se používají pro výrobu vysoce selektivních filtrů ve vysokofrekvenční technice nebo piezoelektrických rezonátorů, které nahrazují křemenné krystaly [10, 11, 12]. Základním požadavkem na uvedené piezoelektrické vrstvy je vytvoření krystalické struktury. Požadavkem na deponovanou šesterečnou krystalickou strukturu ZnO je, že hlavní osa krystalu musí být přesně orientována ve směru normály k povrchu substrátu [13, 14]. Dalšími parametry, které musí vrstva splňovat jsou vysoká hustota, homogenita

a dobrá adheze k substrátu [13]. Dobrá adheze vrstvy k substrátu je nutná, aby při piezoelektrických deformacích vrstvy nedocházelo k jejímu posuvu po substrátu nebo oddělování.

Cílem této části práce je přispět ke zdokonalení sondové diagnostiky plazmatu, která se zabývá zkoumáním parametrů výbojů, generovaných stejnosměrnými a vysokofrekvenčními proudy v tryskovém systému s dutou katodou – „plasma jet”. Sondová měření probíhala *in situ*, za podmínek, které odpovídají depozici výše uvedených vrstev ZnO v plazmochemickém reaktoru. Proud plazmatu v blízkosti substrátu byl korigován magnetickým polem, buzeným permanentními magnety s pólovými nástavci. Studium parametrů plazmatu v uvedených procesech je nezbytné pro stanovení optimálních pracovních podmínek, respektive parametrů plazmatu, při kterých je dosaženo nejlepších požadovaných vlastností deponovaných vrstev a taktéž má zajistit opakovatelnost uvedeného technologického procesu depozice.

5.1 Problémy spojené s aplikací sondové diagnostiky v podmínkách depozice vrstev ZnO

Při měřeních ve výboji napájeném stejnosměrným proudem, docházelo v tryskovém systému „plasma jet” k relativně rychlému pokrývání povrchu sondy deponovanou vrstvou ZnO. Jak je uvedeno v kapitole 2.2, tato polovodivá vrstva díky svému odporu zkreslovala průběh měřených sondových charakteristik, respektive hodnoty sondových proudů. Tímto ovlivňováním sondových měření komplikovala správné určení koncentrací nabitých částic. Povrch Langmuirovy sondy bylo proto nutno čistit. Vlivy znečištění sondy na měření sondových charakteristik a z nich vyplývající chyby při určování parametrů plazmatu jsou šířeji popsány v kapitolách 2.2 nebo 4.1 včetně možných postupů čištění sondy. Při depozici vrstev ZnO byla použita pro čištění Langmuirovy sondy metoda bombardování jejího povrchu ionty připojením záporného napětí přibližně 100 V. Proces čištění sondy byl prováděn kontinuálně. Vždy před spuštěním sondového měření bylo čištění přerušeno, bezprostředně poté proběhlo vlastní měření sondových charakteristik a po ukončení měření bylo čištění sondy opět zapojeno.

Při experimentech konaných při stejnosměrném napájení výboje, docházelo k náhodným zákrmitům, nestabilitám výboje (micro-arcs). Dalším ze zdrojů rušivých signálů periodických i náhodných byla energetická rozvodná síť. Uvedené rušení pronikalo napájecím stejnosměrným vysokonapětovým zdrojem do výboje. Tyto rušivé signály především při jejich náhodné registraci měřicím systémem, deformovaly naměřené sondové charakteristiky. Podrobnější diskuse těchto vlivů byla provedena v kapitole 2.3 druhé části práce. Uvedené typy rušivých signálů byly postupně potlačovány. Nejprve byly použity síťové napájecí filtry

pro potlačení rušení pronikajícího ze síťového rozvodu jak u zdroje napájení výboje, tak měřicího systému. Pak byl celý systém jak měřicí, tak vakuový a napájecí pečlivě uzemněn. Vysokofrekvenční složky rušivého signálu byly potlačeny analogovými filtry, dolními propustmi. Použity byly elektronický aktivní analogový filtr a pasivní LC filtr na vstupu převodníku proud/napětí. Nízkofrekvenční a náhodné rušivé složky obsažené v signálu sondového proudu byly dále omezovány středováním zadaného počtu ($64 \div 128$) naměřených sondových charakteristik, které provádí dle zadaného parametru počtu měření měřicí a řídicí program.

Při sondové diagnostice plazmatu ve výboji generovaném vysokofrekvenčním proudem bylo nutno ze sondového proudu odfiltrovat především tuto vysokofrekvenční složku. K potlačení této rušivé složky způsobené napájením výboje je používáno různých druhů filtrů. Bývá aplikován laděný vícestupňový paralelní rezonanční obvod [15]. Jeden nebo více stupňů je naladěno na základní harmonickou a další stupeň nebo stupně na druhou, případně třetí harmonickou. Připojení filtrů do sondového obvodu s sebou nese zatížení sondy parazitní kapacitou. Dle [16] bylo zjištěno, že pokud je velikost kapacity, respektive kapacitní zátěže sondy větší než 0,02 pF při pracovním kmitočtu 13,56 MHz a teplota elektronů zkoumaného plazmatu je 1 eV, způsobí tato kapacita výrazné zkreslení měřených sondových charakteristik. Vliv rozptylových kapacit se nejvíce projevuje při umístění uvedených filtrů do prostoru kovových reaktorů. Pro omezení uvedeného jevu byly zkonstruovány a aplikovány filtrační obvody, které jsou umístěny vně reaktoru. Omezení vlivu parazitní kapacity lze dosáhnout napájením sondy napětím stejného průběhu, jako má potenciál plazmatu v místě sondy. Toho je možné dosáhnout buď synchronním externím generátorem [17] nebo pomocí přídavné kompenzační sondy o velké ploše, která je kapacitně vázána s obvodem Langmuirovy sondy [18]. Odfiltrování vysokofrekvenční složky je možné i RC filtry typu dolní propust [19]. Nevýhodou těchto filtrů je úbytek napětí na použitých rezistorech, který je nutné kompenzovat vyšším předpětím sondy, a který je nutno započítat během zpracování naměřených dat. Výhodou je ale velká šířka pásma, kterou filtr potlačuje. Další možností je použití LC filtrů – dolních propustí. Protože (vzduchové) cívky filtrů pro uvedené kmitočty by měly velké rozměry bývá ve filtrech využito vysokofrekvenčních cívek s feritovými jádry, kde je možno zanedbat úbytek napětí na cívce vinuté vodičem velkého průřezu [20]. Při použití pro filtraci vysokofrekvenční složky pouze cívky - tlumivky, mohou nastat podmínky rezonance mezi uvedenou filtrační tlumivkou, kapacitou vrstvy prostorového náboje v okolí sondy, případně dalšími rozloženými parametry sondového obvodu. Vznikne tak rezonanční obvod s proměnnými parametry, které budou záviset na potenciálu sondy.

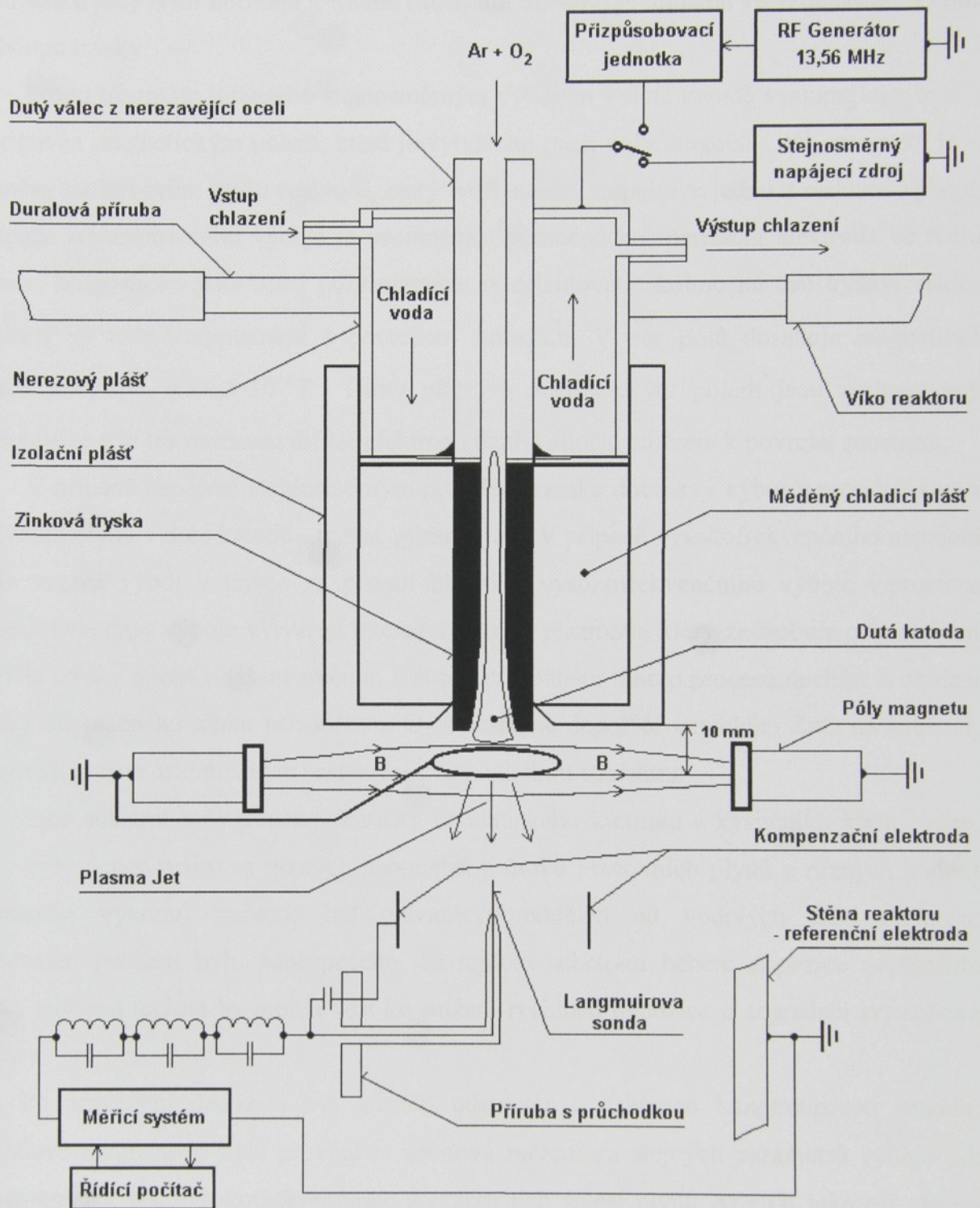
Generovaná střídavá složka signálu tohoto obvodu též, jako jiný rušivý signál může způsobit zkreslení sondových měření.

V našem případě bylo pro filtraci vysokofrekvenční složky sondového proudu použito kombinace laděných paralelních rezonančních LC obvodů a výše popsané pomocné kapacitně vázané sondy. Dalšího potlačení vysokofrekvenční složky bylo dosaženo pasivními LC filtry na vstupu zesilovače - převodníku proud/napětí. Vzhledem k tomu, že výstupní napětí vysokofrekvenčního generátoru 13,56 MHz bylo modulováno kmitočtem 100 Hz, kterým byl napájen výboj, bylo nutno potlačit ještě tuto modulační obálku. V případě použití filtrů se zlomovým kmitočtem nižším než 50 Hz by nebylo možné provádět rychlá měření sondových charakteristik díky jejich pomalé odezvě. **K potlačení průniku modulačního signálu bylo použito metody synchronního sběru dat, který umožnila autorem vyvinutá aparatura, která byla konfigurována pro měření ve vysokofrekvenčním modulovaném výboji včetně řídicího programu pro sběr a předzpracování dat.** Vzorek sondového proudu pro digitalizaci byl odebírán v okamžiku průchodu střídavé složky modulační obálky nulou. Kombinací výše zmíněných postupů pro potlačení rušivých signálů bylo dosaženo získání kvalitních dat pro sondovou diagnostiku plazmatu i v modulovaném vysokofrekvenčním výboji.

Problém znečištění Langmuirovy sondy depozicí rychle vytvářenou vrstvou ZnO byl v případě vysokofrekvenčního výboje řešen stejným způsobem, tj. kontinuálním čištěním sondy bombardováním jejího povrchu ionty mezi jednotlivými měřeními sondových charakteristik jako při stejnosměrném napájení výboje.

5.2 Experimentální uspořádání

Celkové uspořádání systému reaktoru, trysky „plasma jet“ a magnetu, jak pro stejnosměrné tak vysokofrekvenční napájení výboje, včetně připojení měřicího systému pro sondovou diagnostiku plazmatu jsou zobrazeny na obr. 5.2.1. Válcová tryska o vnitřním průměru 3 mm je zhotovena ze zinku. Tato tryska je vsazena do měděného chladičského bloku a spojena s trubicí z nerezavějící oceli, kterou jsou přiváděny pracovní plyny. Průchodka a uložení trysky jsou chlazeny protékající vodou. Měděný válcový blok a přívodní trubice pracovních plynů jsou vodivě spojeny s přívodem pro napájení výboje.



Obr. 5.2.1 Celkové uspořádání tryskového systému „plasma jet“ v reaktoru s magnetem, společně s napájením výboje a připojeným měřicím systémem pro sondovou diagnostiku plazmatu.

Je tak možno jednoduše připojit stejnosměrný napájecí zdroj nebo vysokofrekvenční generátor 13,56 MHz prostřednictvím přizpůsobovací jednotky. Výstup směsi pracovních plynů Ar + O₂ ze zinkové trysky je vyveden do čerpaného prostoru reaktoru. Osa válcově

symetrické trysky tvoří normálu k rovině substrátu. Substrát je umístěn ve vzdálenosti 35 mm od výstupu trysky.

Proud plazmatu buzeného stejnosměrným výbojem v duté katodě vystupující z trysky je korigován magnetickým polem, které je vytvářeno mezi póly magnetu. Póly magnetu jsou uzemněny na kovovém plášti reaktoru, který tvoří anodu, respektive jednu z elektrod výboje. V případě stejnosměrného výboje je uzemněna i pomocná kompenzační elektroda ve tvaru prstence. Magnetické pole mezi póly magnetu je orientováno kolmo na osu trysky, vektor indukce $\vec{B}$ je tedy komplanární s povrchem substrátu. V ose pólů dosahuje magnetická indukce přibližně $B \approx 1,5 \cdot 10^{-2} T$. Tímto příčným magnetickým polem jsou zachycovány nabitě částice a je tak omezena difúze elektronů napříč siločar směrem k povrchu substrátu.

V případě napájení stejnosměrným proudem vzniká doutnavý výboj v proudící směsi pracovních plynů v duté katodě - trysce „plasma jet”. V případě vysokofrekvenčního napájení výboje vzniká výboj v trysce na pozadí hlavního vysokofrekvenčního výboje v prostoru reaktoru. Oba typy výboje vytvářejí intenzivní proud plazmatu, který způsobuje odprašování materiálu trysky a jeho unášení směrem k substrátu. Během tohoto procesu dochází k oxidaci z trysky odprášeného zinku přiváděným O_2 a následné depozici vzniklého ZnO na substrát, kde vytváří přesně orientovanou šesterečnou krystalickou strukturu.

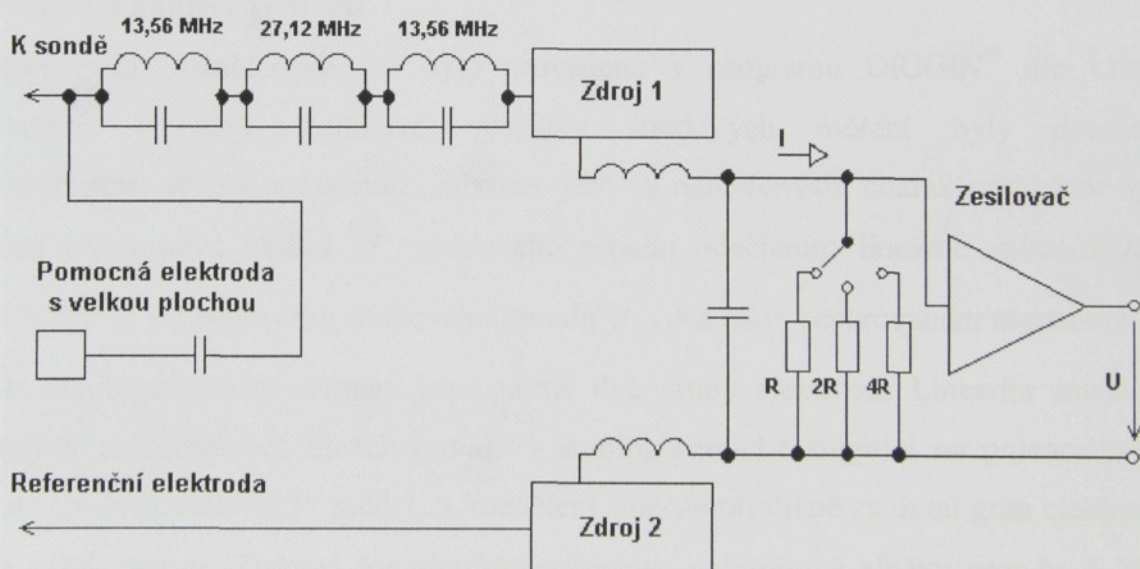
Jako substrát byly použity destičky krystalického křemíku a kysličníku křemičitého. Vrstvy byly deponovány za různých parametrů průtoku pracovních plynů a různých hodnot přiváděného výkonu. Substrát byl galvanicky oddělen od vodivých částí reaktoru. V uvedeném procesu bylo zabezpečeno, že teplota substrátu během depozice nepřesáhla $150\text{ }^{\circ}\text{C}$, zvýšená teplota by mohla vést ke snížení rychlosti depozice a degradaci krystalické struktury.

Po provedení depozice byl substrát odstraněn a nahrazen Langmuirovou sondou. Při sondové diagnostice byla prováděna sondová měření za stejných parametrů výboje jak stejnosměrného, tak vysokofrekvenčního a pracovních směsí plynů $Ar + O_2$ jako při vlastní depozici vrstev ZnO.

Sondová diagnostika byla prováděna metodou jedné - Langmuirovy sondy. Jako referenční elektroda při měření Langmuirovou sondou byl využit uzemněný kovový plášť reaktoru. Langmuirova sonda byla zhotovena z platinového drátu o průměru $100\text{ }\mu\text{m}$ a délce 3 mm. Držák sondy byl vakuovou průchodkou zaveden do prostoru výboje tak, že Langmuirova sonda pracovala v ose válcové trysky v pozici, kde byl při depozici umístěn substrát tj. 35 mm od výstupu trysky.

Jak bylo uvedeno, při měření ve vysokofrekvenčním výboji bylo pro potlačení rušivých složek sondového proudu včetně potlačení střídavé vysokofrekvenční složky napájení výboje použito kombinované filtrace signálu. Pro potlačení vysokofrekvenční složky sondového proudu dané napájením výboje bylo použito paralelních rezonančních obvodů naladěných na první a druhou harmonickou tj. 13,56 MHz a 27,12 MHz ve spojení s tak zvanou kompenzovanou sondou. Kompenzaci vlivu parazitních kapacit v obvodu sondy zajišťovala pomocná prstencová elektroda o ploše podstatně větší vzhledem k Langmuirově sondě [18]. Za kaskádou paralelních rezonančních obvodů byl sondový proud přiváděn na převodník proud/napětí s pasivním analogovým LC filtrem na vstupu, který zabezpečil dostatečné potlačení této vysokofrekvenční složky. Pak procházel signál aktivním filtrem typu dolní propust se zlomovým kmitočtem 44 kHz.

Konfigurace obvodu sondy ve spojení s převodníkem proud/napětí společně se zapojením pasivních filtrů a číslicově řízených zdrojů je uvedeno na obr. 5.2.2.



Obr. 5.2.2 Konfigurace obvodu sondy, převodníku proud/napětí a číslicově řízených zdrojů napětí pro měření ve vysokofrekvenčním výboji.

Vidíme zde zapojení paralelních rezonančních obvodů pro potlačení vysokofrekvenční složky sondového proudu a zapojení kompenzované sondy [19] spojené s pomocnou kapacitně vázanou elektrodou (v našem případě prstencovou) o velké ploše. Dále je zde uvedeno zapojení číslicově řízených zdrojů předpětí sondy, respektive generátoru měřicího signálu. Průnik vysokofrekvenční složky sondového proudu do zesilovače – převodníku

proud/napětí a číslicově řízených zdrojů je potlačen též pasivním LC filtrem.

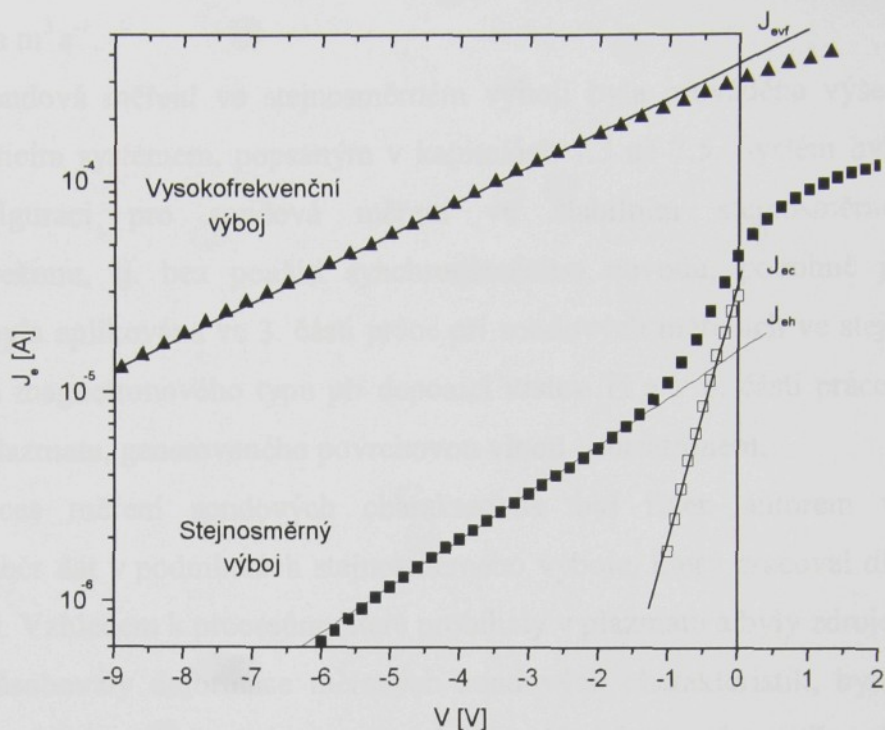
Náhodné poruchy a šumy vzniklé ve výboji byly potlačeny středováním volitelného počtu naměřených sondových charakteristik. Modulační obálka vysokofrekvenčního signálu napájecího vysokofrekvenčního generátoru 100 Hz byla odstraněna synchronizací s průchodem této střídavé složky modulačního signálu nulou metodou postupného vzorkování pomocí synchronizačního obvodu.

Při sondovém měření ve stejnosměrném výboji bylo použito stejného zesilovače, převodníku proud/napětí, zapojení vysokofrekvenčních filtrů a dalších částí sondového obvodu jako v případě měření ve vysokofrekvenčním výboji.

Sondová měření v systému plasma jet při napájení stejnosměrným i vysokofrekvenčním proudem byla prováděna autorem vyvinutou univerzální aparaturou, která svou hardwarovou konfigurací umožňovala ve spojení s programovým vybavením vytvořeném a upraveném podle konkrétních požadavků experimentu.

5.3 Zpracování naměřených dat

Zpracování naměřených dat bylo provedeno v programu ORIGIN[®] dle vztahů publikovaných v [21]. Zajímavé výsledky sondových měření byly dosaženy ve stejnosměrném výboji v systému „plasma jet“. V naměřených charakteristikách byly separována elektronová složka J_e sondového proudu odečtením lineárně extrapolované iontové složky J_i od celkového sondového proudu J_p . Na takto separovaném elektronovém proudu v semilogaritmické stupnici jsou patrné dvě grupy elektronů. Linearita závislosti separovaných elektronových složek proudů v semilogaritmické stupnici na potenciálu V ukazuje na „bi-Maxwellovský“ model, tj. rozdělení složené přibližně ze dvou grup elektronů, s vyšší a nižší energií. Získaná logaritmická závislost elektronové složky proudu J_e byla lineárně extrapolována z vyššího potenciálu sondy (grupa elektronů s vyšší energií) do potenciálu plazmatu ($V = 0$ V). Potom byla takto extrapolovaná složka proudu elektronů s vyšší energií J_{eh} odečtena od elektronového proudu J_e . Tak byla získána elektronová složka proudu elektronů s nižší energií J_{ec} . Na obr. 5.3.1 jsou zobrazeny separované elektronové složky sondového proudu v semilogaritmické stupnici v závislosti na potenciálu V .



Obr. 5.3.1 Separované elektronové složky sondového proudu ve vysokofrekvenčním výboji J_{evf} (▲) a stejnosměrném výboji J_{ec} (□), J_{eh} (■) z nichž byly stanoveny elektronové teploty T_{ec} , T_{eh} , T_{evf} a koncentrace elektronů n_{ec} , n_{eh} , n_{evf} .

Ze směrnice složek J_{ec} a J_{eh} v semilogaritmické stupnici byly určeny teploty elektronů s nižší energií T_{ec} a elektronů s vyšší energií T_{eh} . Z nasycených složek elektronových proudů v potenciálu plazmatu ($V = 0$ V) byla dle [21] určena koncentrace elektronů s nižší energií n_{ec} a koncentrace elektronů s vyšší energií n_{eh} . V případě vysokofrekvenčního výboje byl použit model jedné Maxwelllovské grupy elektronů. Ze separované elektronové složky sondového proudu J_{evf} (viz obr. 5.3.1) byla dle klasické bezesrážkové teorie určena teplota T_{evf} a koncentrace n_{evf} elektronů, viz 2. část práce.

5.4 Výsledky sondové diagnostiky ve stejnosměrném výboji v systému „plasma jet“

Sondová diagnostika plazmatu ve stejnosměrném výboji v tryskovém systému s dutou katodou - „plasma jet“ probíhala za těchto podmínek:

Proud výboje byl nastaven na hodnotu $I_v = 200$ mA, tlak v reaktoru byl udržován na konstantní hodnotě $p = 6$ Pa, průtok argonu $Q_{Ar} = 40 \cdot 1,69 \cdot 10^{-3}$ Pa m³ s⁻¹. Průtok kyslíku Q_{O_2} byl nastavován v rozmezí od $5 \cdot 1,69 \cdot 10^{-3}$ Pa m³ s⁻¹ do $64 \cdot 1,69 \cdot 10^{-3}$ Pa m³ s⁻¹, stejně

jako při depozici vrstev ZnO. Bylo provedeno i srovnávací měření při nulovém průtoku kyslíku $Q_{O_2} = 0 \text{ Pa m}^3 \text{ s}^{-1}$.

Vlastní sondová měření ve stejnosměrném výboji byla prováděna výše zmíněným univerzálním měřicím systémem, popsáním v kapitolách 7.3 až 7.5. Systém byl uspořádán v základní konfiguraci pro sondová měření ve stabilním stejnosměrném výboji v kontinuálním režimu, tj. bez použití synchronizačního obvodu, podobně jako měřicí aparatura, která byla aplikována ve 3. části práce při sondových měřeních ve stejnosměrném výboji v reaktoru magnetronového typu při depozici vrstev Ti a v 6. části práce při měření v mikrovlnném plazmatu, generovaného povrchovou vlnou - surfatronem.

Celý proces měření sondových charakteristik byl řízen autorem vytvořeným programem pro sběr dat v podmínkách stejnosměrného výboje, který pracoval dle zadaných parametrů měření. Vzhledem k procesům, které probíhaly v plazmatu a byly zdrojem rušivých signálů které způsobovaly deformace měřených sondových charakteristik, bylo též nutno použít předzpracování dat středováním naměřených sondových charakteristik z dostatečného počtu naměřených charakteristik. Počet hodnot ke středování byl nastavován na 128 až 256 hodnot. Tímto způsobem byly dostatečně potlačeny náhodné jevy, které se vyskytovaly při uvedeném experimentu, jako průraz katodových skvrn, případně další rušivé signály pronikající do plazmatu a následně sondového obvodu.

Závislosti teploty elektronů s vyšší energií T_{eh} a elektronů s nižší energií T_{ec} na průtoku kyslíku Q_{O_2} jsou uvedeny na obr. 5.5.1 společně s elektronovými teplotami T_{evf} získanými ze sondových měření ve vysokofrekvenčním výboji.

Závislosti koncentrace elektronů s vyšší energií n_{eh} , koncentrace elektronů s nižší energií n_{ec} a celkové koncentrace n_{et} elektronů na průtoku kyslíku Q_{O_2} jsou uvedeny na obr. 5.5.2 společně se závislostmi koncentrace n_{evf} získanými ze sondových měření ve vysokofrekvenčním výboji.

5.5 Výsledky sondové diagnostiky ve vysokofrekvenčním výboji v systému „plasma jet“

Sondová diagnostika plazmatu ve vysokofrekvenčním výboji v tryskovém systému s dutou katodou - „plasma jet“ probíhala za těchto podmínek:

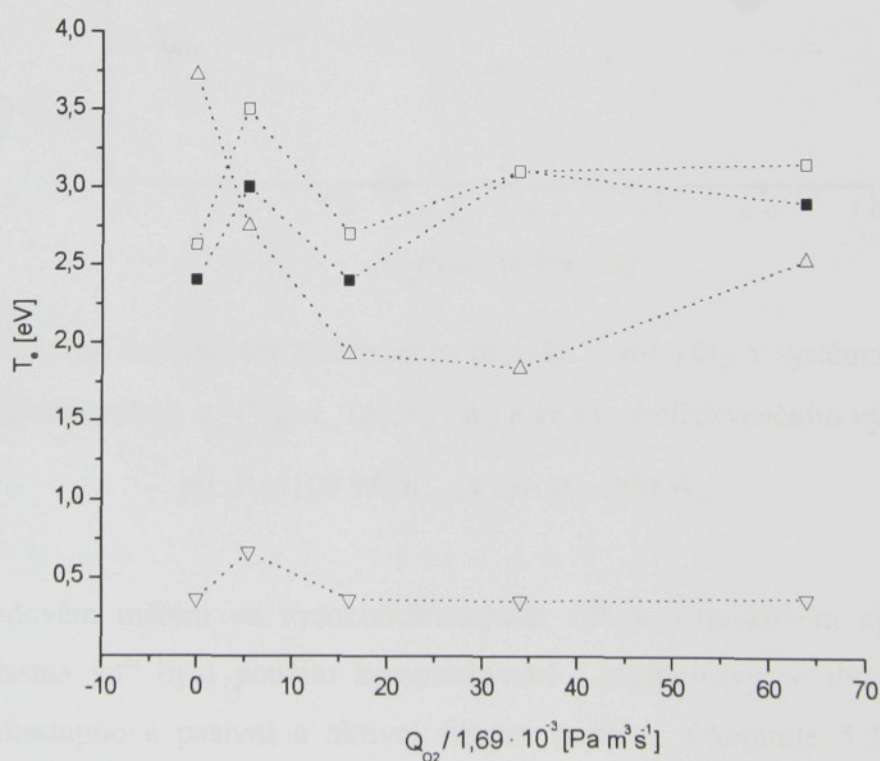
Kmitočet vysokofrekvenčního generátoru napájejícího výboj byl nastaven na 13,56 MHz. Procesy depozice a sondová měření byla prováděna pro dvě hodnoty výkonu generátoru a to $P = 100 \text{ W}$ a $P = 200 \text{ W}$.

Další parametry experimentu, jako tlak v reaktoru a průtoky pracovních plynů byly

stejně jako v případě experimentů ve stejnosměrném výboji; průtok argonu $Q_{Ar} = 40 \cdot 1,69 \cdot 10^{-3} \text{ Pa m}^3 \text{ s}^{-1}$, $p = 6 \text{ Pa}$. Průtok kyslíku Q_{O_2} byl nastavován v rozsahu od $5 \cdot 1,69 \cdot 10^{-3} \text{ Pa m}^3 \text{ s}^{-1}$ do $64 \cdot 1,69 \cdot 10^{-3} \text{ Pa m}^3 \text{ s}^{-1}$.

Pro sondové měření ve vysokofrekvenčním výboji byla též jako při měřeních ve stejnosměrném výboji použita metoda jedné - Langmuirovy sondy. Jako referenční elektroda sloužilo uzemněné těleso reaktoru. Langmuirova sonda byla zhotovena z platinového drátu o průměru $100 \mu\text{m}$ a délce 3 mm , která byla jak již bylo popsáno u měření ve stejnosměrném výboji, vakuovou průchodkou umístěna přibližně v ose trysky ve vzdálenosti 35 mm od výstupu trysky.

Výsledky sondových měření parametrů plazmatu ve vysokofrekvenčním výboji v systému plasma jet při depozici vrstev ZnO při výkonu $P = 100 \text{ W}$ a $P = 200 \text{ W}$ jsou uvedeny na následujících obrázcích. Na obrázku 5.5.1 jsou uvedeny závislosti teploty

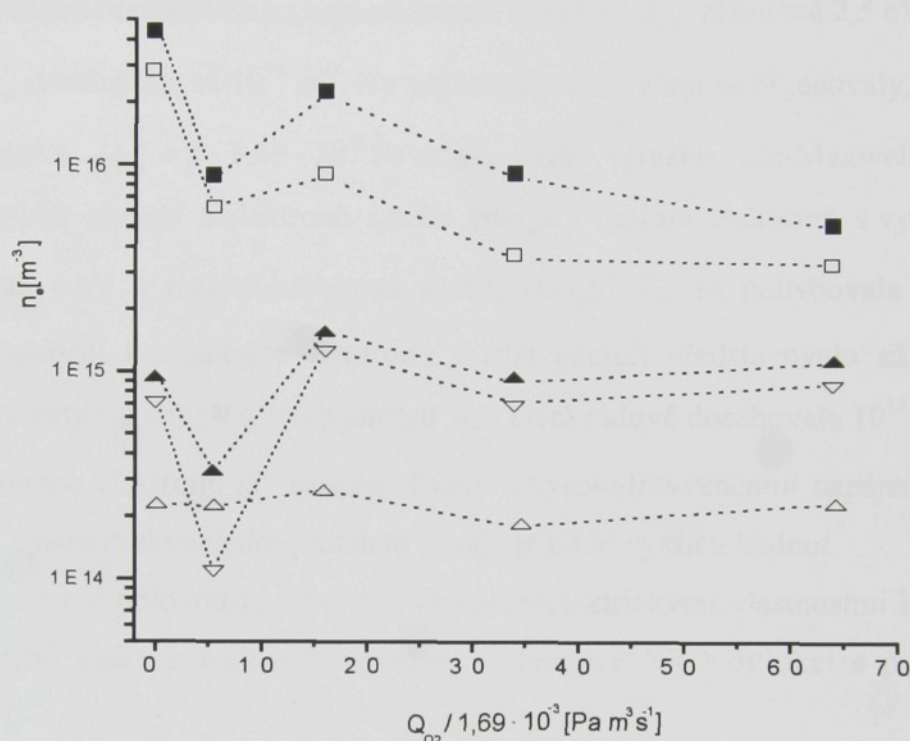


Obr. 5.5.1 Závislosti teploty elektronů na průtoku kyslíku Q_{O_2} v systému „plasma jet“ ve stejnosměrném výboji T_{ec} (∇), T_{eh} (Δ), a ve vysokofrekvenčním výboji T_{evf} ($\square$) při $P = 100 \text{ W}$, T_{evf} ($\blacksquare$) při: $P = 200 \text{ W}$.

elektronů T_{evf} na průtoku kyslíku Q_{O_2} společně se závislostmi elektronových teplot na průtoku

Q_{O_2} ve stejnosměrném výboji.

Na obrázku 5.5.2 jsou uvedeny závislosti teploty koncentrace elektronů n_{evf} na průtoku kyslíku Q_{O_2} společně se závislostmi koncentrace elektronů na průtoku Q_{O_2} ve stejnosměrném výboji.



Obr. 5.5.2 Závislosti koncentrace elektronů na průtoku kyslíku Q_{O_2} v systému „plasma jet“ ve stejnosměrném výboji n_{ec} (▽), n_{eh} (△), n_{et} (▲) a ve vysokofrekvenčním výboji n_{evf} (□) při: $P = 100$ W, n_{evf} (■) při $P = 200$ W.

Při sondovém měření ve vysokofrekvenčním výboji v tryskovém systému s dutou katodou – „plasma jet“ bylo použito kompenzované Langmuirovy sondy a kombinované metody několikastupňové pasivní a aktivní filtrace popsané v kapitole 5.2. Pro potlačení modulační obálky vysokofrekvenčního signálu bylo nutno použít metody postupného vzorkování popsané v kapitole 5.2 nebo v kapitolách 7.3 až 7.5.

Výše uvedené experimentální výsledky a další detailní informace byly publikovány v pracích [21], viz příloha III. [22].

5.6 Závěr

Jak bylo uvedeno, sondová diagnostika v tryskovém systému s dutou katodou - „plasma jet“ byla prováděna v podmínkách *in situ* depozice tenkých vrstev ZnO ve stejnosměrném a vysokofrekvenčním výboji.

Jak vyplývá z výsledků experimentů, stejnosměrný a vysokofrekvenční výboj se odlišují v rozdělovací funkci. Ve vysokofrekvenčním výboji byla v rozdělovací funkci zastoupena jedna Maxwelllovská grupa elektronů o teplotě T_{evf} přibližně 2,5 eV a koncentrace elektronů n_{evf} dosahovala až 10^{16} m^{-3} . Ve stejnosměrném výboji se objevovaly, kromě případu průtoku kyslíku $Q_{O_2} = 5 \cdot 1,69 \cdot 10^{-3} \text{ Pa m}^3 \text{ s}^{-1}$, dvě výrazné „bi-Maxwelllovské“ grupy elektronů s vyšší energií a elektronů s nižší energií. Teplota elektronů s vyšší energií T_{eh} dosahovala až 4 eV a teplota elektronů s nižší energií T_{ec} se pohybovala kolem 0,5 eV, přičemž zastoupení koncentrace elektronů s nižší energií představovalo až 80 % celkové koncentrace elektronů s nižší a vyšší energií n_{et} , která řádově dosahovala 10^{15} m^{-3} . Je zřejmé, že se koncentrace elektronů při stejnosměrném a vysokofrekvenčním napájení řádově liší – při napájení vysokofrekvenčním proudem dosahuje o řád vyšších hodnot.

Deponované polovodivé vrstvy ZnO s piezoelektrickými vlastnostmi byly podrobeny analýze povrchů elektronovou mikrosondou, rentgenové XRD difrakci a piezoelektrickým zkouškám GI.

Sondová měření ve stejnosměrném a vysokofrekvenčním výboji v systému „plasma jet“ byla prováděna autorem vyvinutou měřicí aparaturou, včetně programového vybavení upraveného pro daný typ výboje a režimu sběru dat.

Ve stejnosměrném výboji byl systém uspořádán pro sondová měření v základní konfiguraci pro sondová měření ve stabilním stejnosměrném výboji v kontinuálním režimu, tj. bez použití synchronizačního obvodu, podobně jako měřicí aparatura, která byla aplikována ve 3. části práce při sondových měřeních ve stejnosměrném výboji v reaktoru magnetronového typu při depozici vrstev Ti a v 6. části práce při měření v mikrovlnném plazmatu, generovaného povrchovou vlnou - surfatronem.

Pro měření ve vysokofrekvenčním výboji byla tato měřicí aparatura uspořádána v konfiguraci, která umožnila měření sondových charakteristik v modulovaném vysokofrekvenčním výboji, respektive odběr vzorku synchronně s modulačním signálem 100 Hz, který generoval vysokofrekvenční napájecí zdroj výboje. Jak je uvedeno výše

v kapitolách 5.1, 5.2, 5.4. a 5.5, bylo při potlačování různých složek rušivých signálů použito kombinace uvedené několikastupňové filtrace a předzpracování signálu. Pro potlačení nízkofrekvenční modulační složky vysokofrekvenčního signálu sondového proudu byl do měřicího systému zapojen synchronizační obvod, který řídil spolupráci jednotlivých částí systému při sběru dat v uvedeném typu výboje v režimu postupného vzorkování.

Uvedený měřicí systém umožnil i v komplikovaných podmínkách *in situ* depozičního procesu polovodivých vrstev ZnO ve stejnosměrném a modulovaném vysokofrekvenčním výboji v plazmochemickém reaktoru vybaveném tryskovým systémem s dutou katodou - „plasma jet” získat kvalitní experimentální data.

Poděkování

Tento výzkum byl proveden v rámci spolupráce FÚ AV ČR, sekce optiky, Na Slovance 2, Praha a KF PF JU, Jeronýmova 10, České Budějovice a za podpory projektů GAČR 202/02/P021, GAČR 202/00/1592, MŠMT ČR - LN00A015 a AVOZ1-010-921 a MSM 12100004.

Literatura 5

- [1] LIEBERMAN, M., LICHTENBERG, A., J. Principles of plasma discharges and material processing. New York: John Wiley & Sons Inc., 1994.
- [2] RICARD, A. Reactive plasmas. Paris: Societe Francaise du Vide, 1996.
- [3] YASUDA, H., Plasma Polymerization. New York: Academic Press, 1985.
- [4] BÁRDOŠ, L., BERG, S. BARÁNKOVÁ, H. J. Vac. Sci. Technol. A 11 (1993) p. 1486.
- [5] SOUKUP, L., ŠÍCHA, M., FENDRYCH, F. et. al., Surf. Coat. Tech. 321 (1991) p. 116 – 119.
- [6] HUBIČKA Z., ŠÍCHA, M., PAJASOVÁ, L. et. al., Surf. Coat. Tech. 142 (2001) p. 681 - 687.
- [7] PŘIBIL, G., Hubička, Z., Soukup, L., IANNO, J. Vac. Sci. Technol. A 19 (2001) p.1571.
- [8] NAKADA, T., OHKUBO, Y., KUMIOKA, A. Jpn. J. Appl. Phys. 30 (1991) p. 3344 – 3348.
- [9] PARK, S., H., SEO, B., Ch., YOON, G. J. Vac. Sci. Technol. A 18 (2000) p. 2432.
- [10] WEISSE, C., FESCHNER, E. Thin Solid Films 32 (1976) p. 116 - 119.
- [11] SONG, Y., KIM, E. S., KAPILA, K. J. Electron. Mater. 24 (1995) p. 83 - 86.

- [12] PARK, Y. W., YOON, S., J., CHOI, W., K., CHO, B. H., Park, C. Y. J. Korean Phys. Soc. 35 (1999) p. 517 - 520.
- [13] HICKERNELL, F. S. Proceedings IEEE 64 (1976) p. 70 - 76.
- [14] HAN, B. M., CHANG, S., KIM, S. Y. Thin Solid Films 338 (1999) p. 265 - 268.
- [15] HIPPLER, R., PFAU, S., SCHMIDT, M., SCHOENBACH, K. Low Temperature Plasma Physics - Fundamental Aspects and Applications. Berlin: Wiley - VCH Verlag, 2001.
- [16] GODYAK, V. A., PIEJAK, R. B., ALEXANDROVICH, B. M. Plasma Sources Sci. Technol. 1 (1992) 36.
- [17] TIETZE, U., SCHENK, Ch. Halbleiter - Schaltungstechnik. Berlin, Heidelberg, New York: Springer - Verlag, 1980.
- [18] BRAITHWAITE, N. St. J., BENJAMIN, N. M. P., ALLEN, J. E. J. Phys. E 20 (1991) p. 1046.
- [19] FLENDER, U., NGUYEN, Thi, B. H., WIESEMANN, K., KHROMOV, N. A., KOLOKOLOV, N. B. Plasma Sources Sci. Technol. 5 (1996) p. 61.
- [20] ŠPATENKA, P., BRUNNHOFER, V. Meas. sci. Technol. 7 (1996) p.1065.
- [21] LAGARDE, T., ARNAL, Y., LACOSTE, A., PELLETIER, J. Plasma Sources Sci. Technol. 10 (2001) p. 181-190.
- [22] ČADA, M., HUBIČKA, Z., ADÁMEK, P., PTÁČEK, P., ŠÍCHOVÁ, H., ŠÍCHA, M., JASTRABÍK, L., SOUKUP, L.: Investigation of RF and DC Plasma – Jet System during Deposition of Highly Oriented ZnO Films. 8-th International Conference on Plasma Surface Engineering. September 9-13, 2002 Garmisch - Partenkirchen, Germany. Poster.
- [23] ČADA, M., HUBIČKA, Z., ADÁMEK, P., PTÁČEK, P., ŠÍCHOVÁ, H., ŠÍCHA, M., JASTRABÍK, L., SOUKUP, L. Investigation of RF and DC plasma – jet system during deposition of highly oriented ZnO Films, in Surface and Coatings Technology 174-175 (2003), p. 627-631.

6 SONDOVÁ DIAGNOSTIKA MIKROVLNNÉHO VÝBOJE GENEROVANÉHO PVRCHOVOU VLNOU - SURFATRONU

V současnosti se v medicíně běžně využívá produktů plazmových technologií jako jsou polymerní vrstvy na cévních náhradách, tvrdé vrstvy s dobrými třecími vlastnostmi na kloubních náhradách. Tyto vrstvy, též nazývané biokompatibilní [1], musejí zajistit přijetí implantované náhrady živým organismem aniž by vznikla obranná nebo alergická reakce organismu. Aplikované vrstvy musejí být též velmi časově a chemicky stálé aby nedocházelo k degradaci jejich fyzikálních a chemických vlastností, jednak stárnutím a jednak jejich přítomností v chemicky velmi aktivním prostředí živého organismu. Povrchovou úpravou s antikorozními vlastnostmi musejí procházet i kovové spojovací součásti, jako šrouby, kostní výztuhy, nebo zubní implantáty. Dalším příkladem jsou kovové cévní dilatátory, stenty, s nanesenou biokompatibilní vrstvou, kterými jsou odstraňovány cévní stenózy. V tomto případě je velmi obtížné dosáhnout požadovaných vlastností biokompatibility, protože cévní stěny jsou mimořádně citlivé na přítomnost cizorodých materiálů. Jiným příkladem uplatnění plazmových technologií mohou být aplikace, kde dochází k přímé interakci výboje s živou tkání [2]. Jsou již využívány elektrokautey [3], které při vlastním řezu způsobují koagulaci [4], takže rána nekrvácí a navíc je tkáň uvolňovaným teplem sterilizována [5] a rány se rychleji hojí. Výboj generovaný vhodným plazmovým zdrojem působí baktericidně a je tedy vhodný pro sterilizaci [6, 7]. Bylo též zjištěno, že výboj, respektive nízkoteplotní plazma, může pozitivně působit na živou buňku. Například povrchová zranění, která jsou ošetřována přímým působením výboje za atmosférického tlaku se rychleji hojí. Přímým působením výboje jsou odstraněny odumírající buňky a je desinfikována zdravá tkáň. Přežívající zdravé buňky jsou schopny obnovy původní tkáně [1]. Jak vyplývá z výše uvedených medicínských a dalších aplikací, jednou z perspektivních technik uplatnění přímé interakce plazmatu se živou tkání je výboj buzený mikrovlnami. Vhodným zdrojem nízkoteplotního plazmatu pro výše uvedené aplikace je mikrovlnný rezonátor s povrchovou vlnou. Cílem výzkumů je vytvořit zdroj nízkoteplotního plazmatu, pracující za atmosférického tlaku a generující plazma pokojové, respektive tělesné teploty. V současnosti je zkoumáno nízkoteplotní plazma generované za nižších tlaků v dutině mikrovlnného rezonátoru s vystupující povrchovou vlnou - surfatronu.

6.1 Problémy spojené s aplikací sondové diagnostiky v mikrovlnném výboji

V následně uvedených experimentálních měřeních v prostředí použitého pracovního inertního plynu argonu bez nežádoucích příměsí prakticky nedochází ke znečištění povrchu

diagnostické sondy deponovanými vrstvami. Vzhledem k relativně malému výkonu přiváděnému pro buzení výboje nedocházelo ani k registrovatelnému odprašování povrchu sondy, a tedy ke změnám plochy jejího povrchu. Při experimentech byla jako výchozí metoda použita pro měření sondových charakteristik klasická Langmuirova sonda, její princip je popsán v 1. a 2. části práce. Vzhledem k provádění experimentálních měření za vyšších tlaků pracovního plynu a předpokladu, že tato metoda může ovlivňovat diagnostikované plazma, bylo přistoupeno k měření metodou dvou sond [8]. Jak je též uvedeno v 1. a 2. části práce, princip měření dvojicí sond spočívá v měření volt - ampérových charakteristik dvěma sondami srovnatelných nebo stejných rozměrů, respektive jejich povrchů, které jsou zanedbatelné vzhledem k rozměrům výboje nebo rozměrům pracovní nádoby výboje. Metoda dvojice sond se používá zejména k určení teploty elektronů. Mezi výhody uvedené metody patří, že je méně citlivá na efekt srážek nabitých částic ve vrstvě prostorového náboje v okolí sondy ve srovnání s metodou jedné sondy. Metoda dvojice sond umožňuje tedy určení teploty elektronů i za vyšších tlaků včetně tlaku atmosférického. Podle [9] by chyba v určení teploty elektronů neměla za atmosférického tlaku přesáhnout 15 %.

Hlavní nevýhodou při měřeních metodou dvojice sond jsou relativně malé hodnoty sondového proudu, které byly v našem případě o dva až tři řády nižší než při měření jednosondovém. V extrémních případech „na okraji výboje“ při měření prostorovým rozlišením, pracoval měřicí systém s citlivostí cca $1 \cdot 10^{-6}$ A na hranici rozlišení $6 \cdot 10^{-10}$ A. Velké zesílení nutné pro zpracování těchto nízkých intenzit proudu při udržení odpovídající přesnosti naměřených hodnot proudu s relativně velkou šíří přenášeného kmitočtového pásma klade vysoké nároky na použité zesilovače. Přenos převodníku proud napětí, stejnosměrného zesilovače I/U pro měření dvojicí sond, dosahoval 10^7 VA⁻¹ při šíři přenášeného pásma 44 kHz. Při tak vysokém zisku dochází k průniku rušivých signálů do užitečného signálu sondového proudu, jak je popsáno v kapitole 2.3. Jak bylo uvedeno, toto rušení je různého původu, včetně rušivých signálů pocházejících z plazmatu, jež je zdrojem šumu a kde se díky nestabilitám výboje generují periodické nebo náhodné rušivé signály. Další složky rušivých signálů se mohou indukovat přítomným elektromagnetickým polem do částí zesilovacích obvodů. Jak při měření Langmuirovou sondou, tak i metodou dvojice sond v mikrovlnném plazmatu byly některé nízkofrekvenční složky obsažené v sondovém proudu potlačeny středováním opakovaně naměřených sondových charakteristik. Vysokofrekvenční složky jsou standardně omezeny použitým analogovým filtrem - dolní propustí 44 kHz. Pronikající stejnosměrné složky, respektive svodové proudy, které se uzavírají zemními smyčkami lze omezit pečlivým galvanickým oddělením. Použitý měřicí systém, jehož blokové schéma je

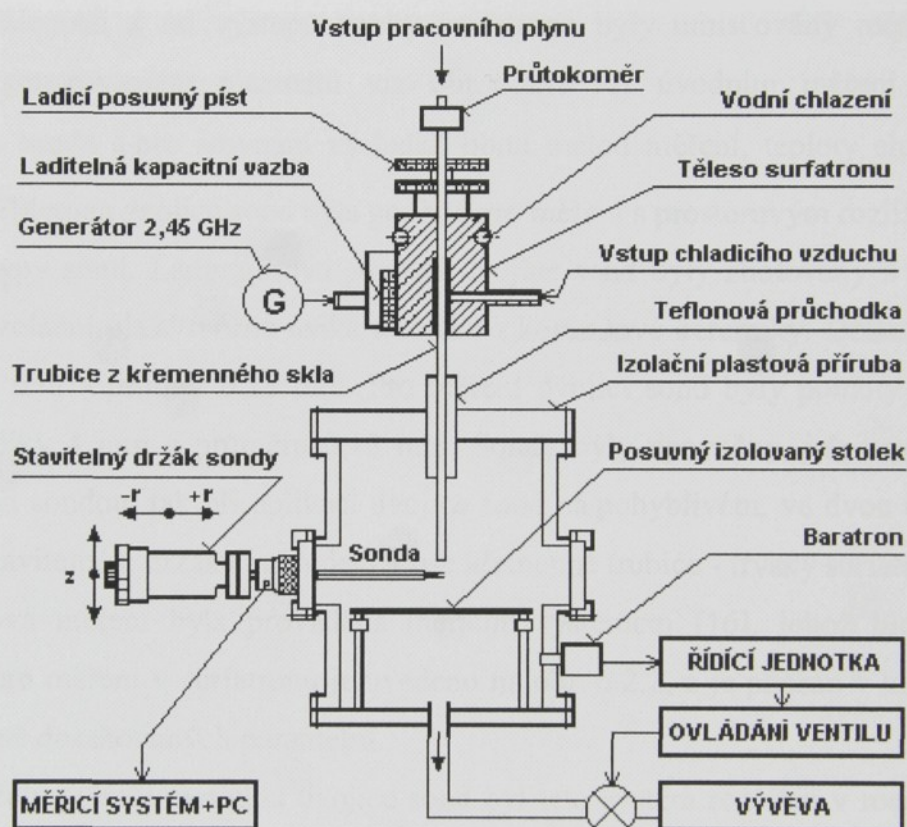
uvedeno na obr. 6.2.2, je galvanicky oddělen jak na straně vstupů, tedy vstupních zesilovačů, převodníků proud/napětí, tak na straně výstupů, číslicově řízených zdrojů. Použitý mikrovlnný generátor se prakticky na rušení nepodílí, neboť pro daný kmitočet 2,45 GHz díky impedančně nepřizpůsobeným signálovým cestám je tento signál utlumen. K šíření tohoto mikrovlnného signálu, však dochází prostorem a vzhledem k malé vzdálenosti měřicího systému od jeho zdroje, surfatronu, se tento signál indukuje přímo do systému zesilovačů. Na nelineárních prvcích zesilovačů je signál detekován a projevuje se na jejich výstupech v podobě stejnosměrných chyb, ofsetů výstupních napětí. Pro potlačení těchto chyb byl upraven program pro sběr dat, který před vlastním měřením sondových charakteristik provede testovací měření aparatury s odpojeným obvodem sondy. Výsledkem těchto testovacích měření je naměřená úroveň tohoto detekovaného signálu, kterou je možno automaticky při předzpracování naměřených dat středováním programově odečíst od sondového proudu nebo tuto korekci provést až při zpracování měření. Další komplikací která se projevila jak u jednosondových tak i u dvousondových měření, byla rychlost ustálení vrstvy prostorového náboje v okolí sondy v závislosti na potenciálu sondy. Tato odezva sondy je způsobena především ionty [10, 11, 12] a projevila se na sondových charakteristikách zakřivením jejich lineární části v oblasti iontového proudu v akceleračním režimu. Úpravou řídicího a měřicího programu byl změněn tvar měřicího signálu, krok napětí číslicově řízeného zdroje napětí, tak, že se uvedená odezva vrstvy prostorového náboje v mezích přesnosti měření neprojevila a nedocházelo k významné deformaci měřených sondových charakteristik zvláště v uvedené oblasti iontového proudu.

6.2 Uspořádání experimentálních zařízení

Pro napájení mikrovlnného výboje byl použit komerční generátor GMP03 firmy Sairem® [13]. Tento mikrovlnný generátor pracuje na kmitočtu 2,45 GHz. Výkon generátoru je možno jak manuálně, tak programově nastavit v rozsahu $0 \div 300$ W a je možno jej modulovat externím modulačním signálem. Generátor má kontrolu výstupního a odraženého výkonu a automatickou pojistku, která sleduje výkonovou ztrátu na koncovém zesilovači. Pojistka zamezuje možnému zničení zesilovače při připojení zátěže, která neodpovídá výstupní impedanci generátoru. Celkové uspořádání aparatury je uvedeno na obr. 6.2.1.

Vlastním zdrojem plazmatu je dutinový rezonátor, který se skládá ze dvou kovových osově symetrických válcových částí. Tento dutinový rezonátor je napájen z připojeného mikrovlnného generátoru a umožňuje ladění vstupní impedance rezonátoru pomocí posuvného pístu a kapacitní vazby. Rezonátor, respektive změny jeho impedance s měnící se

zátěží výboje, je tak možno impedančně přizpůsobit impedanci napájecího vedení, bez použití zvláštní přizpůsobovací jednotky. Těleso rezonátoru je chlazeno. Vnitřek rezonátoru je chlazen proudícím tlakovým vzduchem, plášť rezonátoru je chlazen vodou protékající chladicím potrubím, upevněným na tělese rezonátoru. Válcovou dutinou rezonátoru prochází axiálně trubice z křemenného skla o vnějším průměru přibližně 8 mm a světlosti 6 mm. Touto trubicí je přiváděn shora do křemenné trubice pracovní plyn, jehož průtok je možno nastavit regulátorem průtoku (MKS[®]).



Obr. 6.2.1 Celkové uspořádání experimentálního zařízení.

V dutině rezonátoru je plyn ionizován mikrovlnami, vstupujícími šterbinou ve spodní části rezonátoru a proudící plazma je udržována v trubici povrchovou vlnou, která se šíří koaxiálně podél sloupce výboje [14]. Tento zdroj mikrovlnného plazmatu se nazývá surfatron. Surfatron umožňuje generování plazmatu [15] s přibližně stejnými parametry uvnitř i na výstupu křemenné trubice. Výstup proudícího plazmatu z trubice tak vytváří systém trysky. Jak vyplývá z obr. 6.2.1, systém trubice z křemenného skla, respektive trysky surfatronu byl orientován vertikálně a byl izolační teflonovou průchodkou vsazen do kovového válcového reaktoru s vrchní plastovou přírubou. V plastové přírubě je teflonová

průchodka utěsněna vitonovým o-kroužkem. Teflonová izolační průchodka a trubice z křemenného skla byly zvoleny z důvodu nízkých dielektrických ztrát a dobré tepelné odolnosti. Výstup proudícího plazmatu z trubice z křemenného skla, trysky, je směřován do čerpaného prostoru reaktoru, kde je možno udržovat tlak pracovního plynu. Tlak pracovního plynu je měřen baratronem (MKS®) a přes připojenou řídicí jednotkou (VAT®) s regulačním motýlkovým ventilem (VAT®), je zpětnovazebně udržován na nastavené hodnotě.

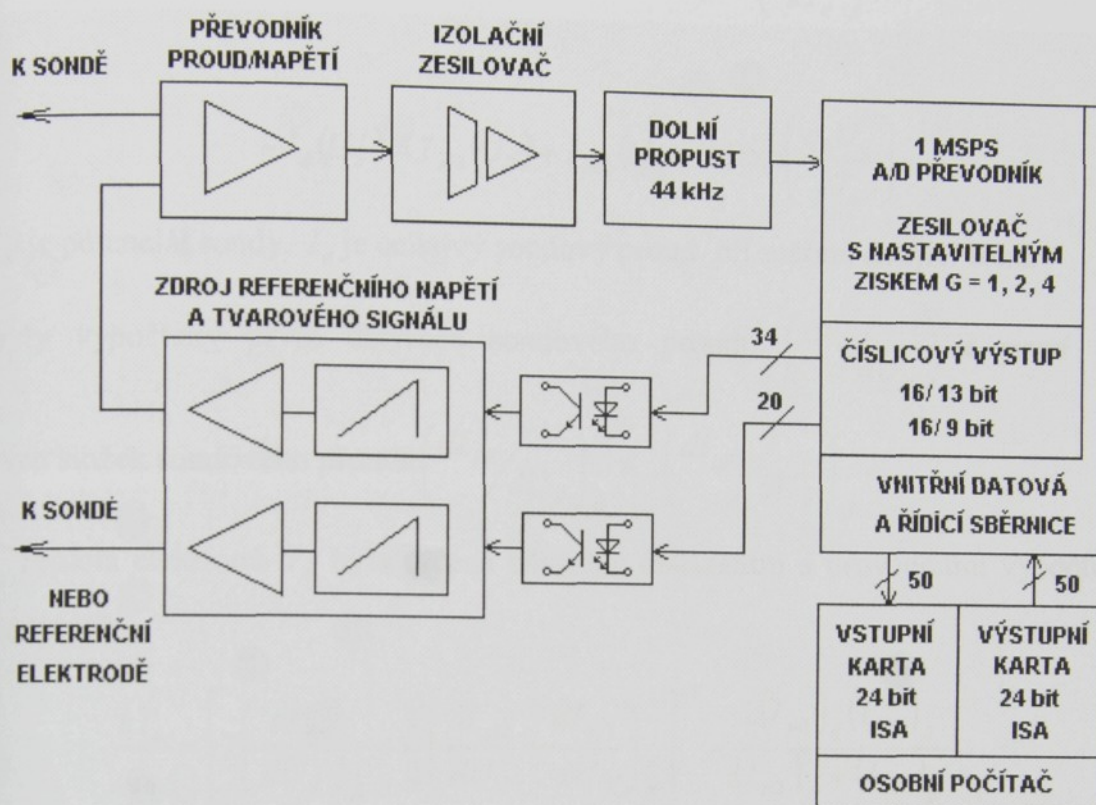
V tomto čerpaném prostoru v nastavitelné radiální vzdálenosti od osy trysky r a axiální vzdálenosti z od výstupu trysky surfatronu byly umístovány měřicí sondy pro diagnostiku generovaného plazmatu viz obr. 6.2.1. Při úvodním měření byla použita Langmuirova sonda a pro srovnání výsledků obou metod měření, teploty elektronů T_e , též dvojice sond. Metoda dvojice sond byla použita pro měření s prostorovým rozlišením.

Oba typy sond, Langmuirova sonda i dvojice sond byly zhotoveny z wolframového drátu jejich izolační plášť tvořila tenká trubička z korundové keramiky. Délka Langmuirovy sondy byla 4 mm a průměr 0,13 mm. Pro měření dvojicí sond byly použity dvě identické sondy, též délky 4 mm a průměru 0,13 mm. Sondy byly upevněny, jak v případě měření Langmuirovou sondou, tak při aplikaci dvojice sond na pohyblivém, ve dvou osách radiálně a axiálně nastavitelném držáku vzhledem k ose křemenné trubice - trysky surfatronu.

Sondová měření byla prováděna měřicím systémem [16], jehož blokové schéma konfigurace pro měření v surfatronu je uvedeno na obr. 6.2.2, a je popsán v kapitolách 7.2.1 až 7.2.3, včetně dosahovaných parametrů.

Pro účely měření metodou dvojice sond byl tento systém rozšířen v roce 2003 o sadu převodníků proud/napětí, zesilovačů, které umožňují pokrýt větší rozsah sondových proudů, včetně zpracování sondových proudů nižších než $1 \cdot 10^{-6}$ A. Protože byl mikrovlnný výboj relativně stabilní, nebyla použita metoda synchronního sběru dat s časovým rozlišením. Pro potlačení rušivých střídavých složek sondového proudu byla měření středována z opakovaně měřených sondových charakteristik. Napětí na diagnostické sondě (sondách) bylo nastavováno řídicím a měřicím programem na přesných číslicově řízených zdrojích viz kapitoly 7.2.1 až 7.2.3. V případě měření metodou dvojice sond bylo nastavováno nulové pevné předpětí sondy pro kompenzaci potenciálu sondy vzhledem k referenční elektrodě, nádobě reaktoru. Každá měřená sondová charakteristika čítala 1024 hodnot sondového proudu, kterým odpovídalo nastavované schodovité napětí v rozsahu $-25,60 \text{ V} \div +25,55 \text{ V}$, s krokem 50 mV. Počet měřených charakteristik pro středování bylo možno zadat jako

parametr do měřicího programu. Podle úrovně rušení byl nastavován počet hodnot ke středování.



Obr. 6.2.2 Konfigurace měřicího systému pro měření v mikrovlnném plazmatu v surfatronu.

Středováním (sumačním průměrováním, výpočtem průměrné hodnoty) naměřených sondových charakteristik v rozmezí počtu hodnot $128 \div 400$, bylo dosaženo dalšího potlačení rušivých signálů [17].

6.3 Zpracování naměřených dat

Pro zpracování jak úvodních měření, tak experimentů s prostorovým rozlišením a závislostí parametrů plazmatu na pracovních tlacích a přiváděném výkonu bylo využito následně uvedených postupů:

Naměřená data získaná měřením Langmuirovou sondou byla zpracována a vyhodnocena pomocí programu vyvinutého v rámci doktorské disertační práce [18].

Pro zpracování naměřených dat měření metodou dvojice sond byl napsán program ve výpočetním prostředí MATLAB[®] [19]. Vytvořený program nejprve proložil naměřené hodnoty nasycených proudů dvousondových charakteristik polynomy nižších stupňů, konkrétně bylo použito proložení lineární a kvadratickou funkcí pro získání hodnoty

iontových proudů každé sondy $(I_{pi1})_f$, $(I_{pi2})_f$ v plovoucím potenciálu (pro $U_{df} = 0$), kde:

$$I_d(U_d) = I_{pi1}(U_1) + I_{pe1}(U_1 = 0) \exp\left(\frac{q_0 U_1}{k T_e}\right) \quad (6.1)$$

$$-I_d(U_d) = I_{pi2}(U_2) + I_{pe2}(U_2 = 0) \exp\left(\frac{q_0 U_2}{k T_e}\right), \quad (6.2)$$

kde U_d je potenciál sondy, I_d je celkový sondový proud při měření dvojicí sond.

Pak byly vypočteny první derivace sondového proudu $\left(\frac{dI_d}{dU_d}\right)_f$ a první derivace iontových složek sondového proudu $\left(\frac{dI_{pi1}}{dU_d}\right)_f$ a $\left(\frac{dI_{pi2}}{dU_d}\right)_f$.

Teplota elektronů T_e byla určena následně dosazením a provedením výpočtu vztahu (6.3) podle [8]:

$$\frac{k T_e}{q_0} = \left[2 \left(\frac{dI_d}{dU_d} \right)_f - \frac{1}{2} \left(\frac{dI_{pi1}}{dU_d} + \frac{dI_{pi2}}{dU_d} \right)_f \right]^{-1} \times \frac{2(I_{pi1})_f (I_{pi2})_f}{(I_{pi1})_f + (I_{pi2})_f}, \quad (6.3)$$

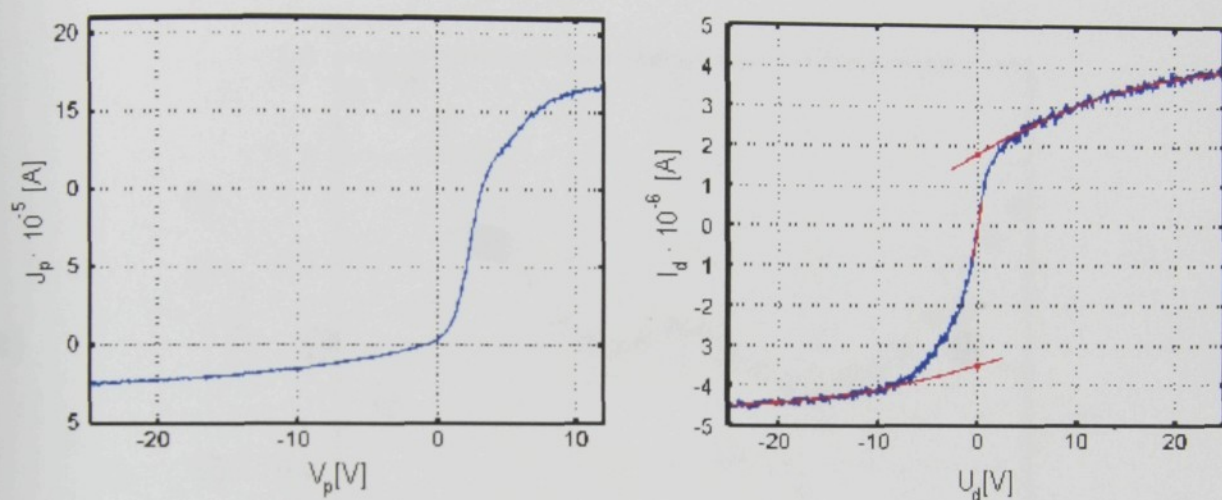
kde q_0 je elementární náboj, k Boltzmannova konstanta: I_{pi1} , I_{pi2} jsou iontové složky jedné a druhé sondy celkového proudu I_d v okolí plovoucího potenciálu - lineární části dvousondové charakteristiky. Program též umožňoval zjistit změny vypočtené teploty elektronů T_e v závislosti na intervalu prokládané funkce a jejím typu.

6.4 Výsledky sondových měření v mikrovlnném výboji

Jako vstupní experimentální měření byla provedena sondová měření Langmuirovou sondou, která poskytla prvotní informace o parametrech výboje. Pak byla použita metoda dvojice sond. Obě metody měření byly aplikovány v proudícím plazmatu v argonu technické čistoty 99,6 %, průtoku $Q_{Ar} = 600 \cdot 1,69 \cdot 10^{-3} \text{ Pa m}^3 \text{ s}^{-1}$, při tlaku $p = 4 \text{ kPa}$ v recipientu v prostoru výstupu křemenné trubice. Výkon mikrovlnného generátoru byl nastaven na $P = 17 \text{ W}$. Měření sondových charakteristik, respektive sondová diagnostika surfatronem generovaného mikrovlnného plazmatu vystupujícího z křemenné trubice, probíhalo ve vzdálenosti $z = 4 \text{ mm}$ od jejího ústí. Langmuirova sonda a následně dvojice sond byla umístěna přibližně v ose křemenné válcové trubice, respektive ose radiálně symetrického proudu vystupujícího plazmatu.

Sondové charakteristiky naměřené metodou jedné – Langmuirovy sondy a metodou dvojice sond ve vzdálenosti $z = 4$ mm od výstupu trysky a v ose trysky surfatronu $r = 0$ mm jsou zobrazeny na obr. 6.4.1, jednosondové měření vlevo, měření dvojicí sond vpravo.

Při vstupním experimentu přibližně v ose zkoumaného výboje ve vzdálenosti 4 mm od výstupu trubice, byla použitým programem [18] stanovena teplota elektronů $T_e \cong 1$ eV a koncentrace elektronů n_e byla určena z elektronové složky sondového proudu v potenciálu plazmatu na $\sim 2 \cdot 10^{15} \text{ m}^{-3}$.



Obr. 6.4.1 Sondové charakteristiky naměřené v ose trysky surfatronu $r = 0$ mm ve vzdálenosti $z = 4$ mm od výstupu trysky při měření Langmuirovou sondou vlevo a při měření dvojicí sond vpravo; $p = 4$ kPa, $Q_{Ar} = 600 \cdot 1,69 \cdot 10^{-3} \text{ Pa m}^3 \text{ s}^{-1}$, $P = 17$ W.

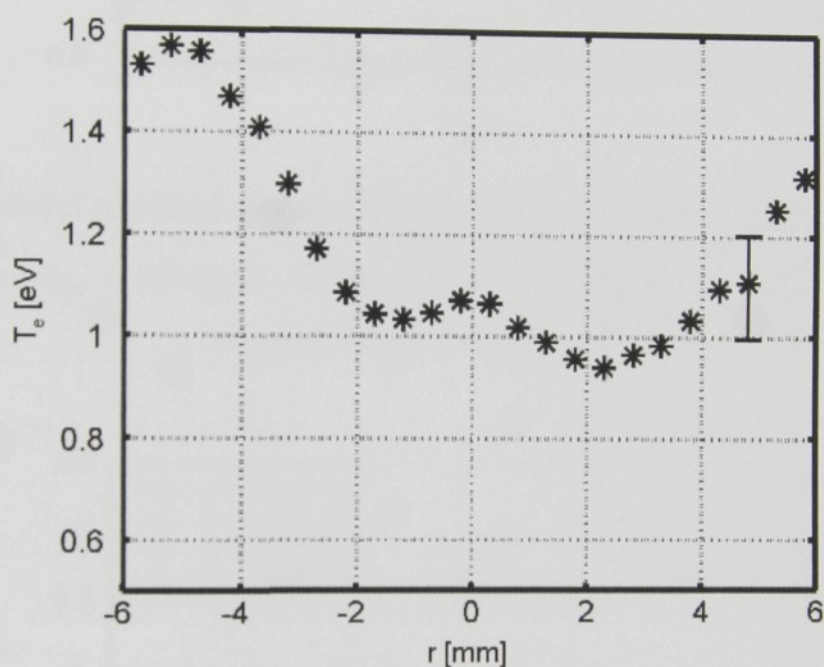
Metodou dvou sond byla ve stejné poloze u výstupu trysky surfatronu jako v případě měření Langmuirovou sondou výše uvedeným zpracováním získaných experimentálních dat [8] vypočtena hodnota teploty elektronů při úvodním měření dvojicí sond na $T_e \cong 0,9$ eV. Hodnota $T_{ef} \cong 0,9$ eV získaná měřením metodou dvojice sond je ve velmi dobré shodě s hodnotou $T_e \cong 1$ eV při měření Langmuirovou sondou. Uvedené výsledky experimentu byly publikovány v práci [20], viz přílohy IV.

6.5 Výsledky sondových měření v mikrovlnném výboji s prostorovým rozlišením v závislosti na pracovním tlaku a přiváděném vysokofrekvenčním výkonu

Velmi rozsáhlým experimentálním měřením byla sondová diagnostika mikrovlnného výboje v surfatronu s prostorovým rozlišením, tato měření byla prováděna nejprve při konstantním výkonu $P = 17$ W a hlavní náplní experimentu bylo proměření radiálního

rozložení elektronových teplot v závislosti na vzdálenosti od osy trubice surfatronu pro několik hodnot vzdáleností (4 mm, 10 mm, 22 mm) od výstupu trubice v axiálním směru. Průtok přiváděného argonu byl nastaven na $Q_{Ar} = 600 \cdot 1,69 \cdot 10^{-3} \text{ Pa m}^3 \text{ s}^{-1}$ jako v úvodním experimentu a tlak v prostoru výstupu trysky byl udržován na hodnotě $p = 4 \text{ kPa}$. Radiální rozložení energií elektronů ve vzdálenosti $z = 4 \text{ mm}$ od výstupu trysky surfatronu je zobrazeno na obr. 6.5.1.

Výsledky uvedeného experimentálního měření prostorového rozložení energií elektronů v okolí výstupu trysky surfatronu byly publikovány v [21] viz přílohy IV.

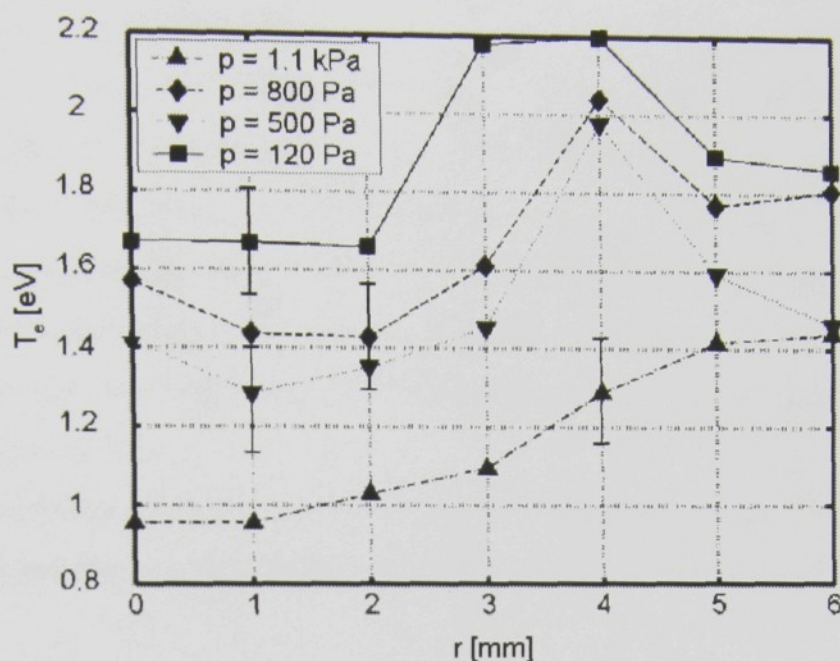


Obr. 6.5.1 Radiální rozložení elektronové teploty T_e ve vzdálenosti $z = 4 \text{ mm}$ od ústí trysky surfatronu; $Q_{Ar} = 600 \cdot 1,69 \cdot 10^{-3} \text{ Pa m}^3 \text{ s}^{-1}$, $p = 4 \text{ kPa}$, $P = 17 \text{ W}$.

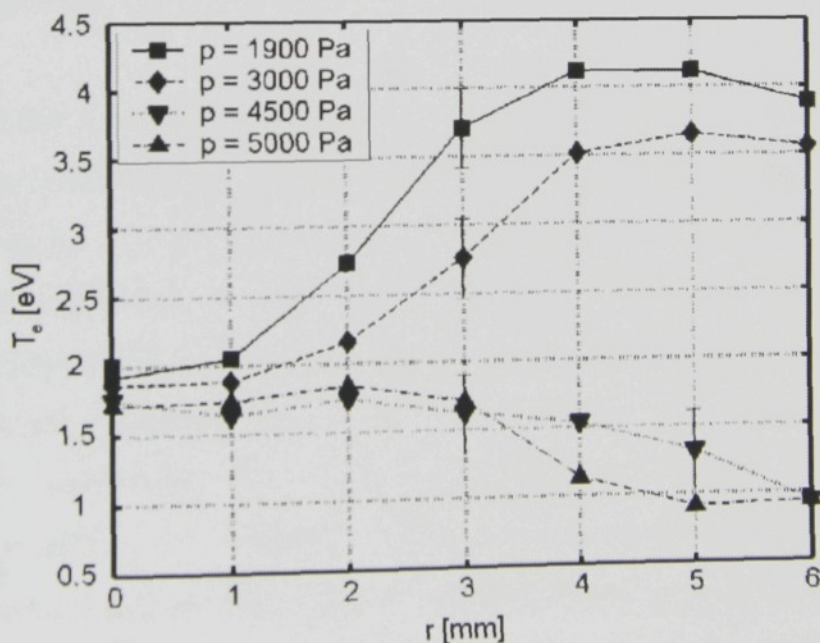
Při dalších experimentech byla prováděna měření s prostorovým rozlišením parametrů plazmatu postupně, při různých hodnotách tlaků a výkonů přiváděných do výboje. Rozsah přiváděného výkonu mikrovlnného generátoru se pohyboval v rozmezí od 17 W do 150 W.

Radiální rozložení elektronových teplot ve vzdálenosti $z = 7 \text{ mm}$ pro výkony $P = 18 \text{ W}$ a $P = 45 \text{ W}$ mikrovlnného generátoru a různé hodnoty tlaku pracovního plynu argonu jsou uvedeny na obr. 6.5.2 a obr. 6.5.3.

Celkový rozsah pracovních tlaků při kterých byla měření ve výboji provedena byl od 100 Pa do 7000 Pa, při průtoku Ar $Q_{Ar} = 600 \cdot 1,69 \cdot 10^{-3} \text{ Pa m}^3 \text{ s}^{-1}$. Rozlišení prostorových měření v horizontální souřadnici r - radiální vzdálenosti od osy trysky surfatronu, bylo stanoveno na 0,5 mm v rozsahu $-6 \text{ mm} \div 0 \text{ mm} \div +6 \text{ mm}$ od osy trysky surfatronu.



Obr. 6.5.2 Radiální rozložení elektronové teploty T_e ve vzdálenosti $z = 7$ mm od výstupu trysky surfatronu; $Q_{Ar} = 600 \cdot 1,69 \cdot 10^{-3} \text{ Pa m}^3 \text{ s}^{-1}$, $p = 120 \text{ Pa}$ (■), $p = 500 \text{ Pa}$ (▼), $p = 800 \text{ Pa}$ (◆) a $p = 1100 \text{ Pa}$ (▲), $P = 18 \text{ W}$.



Obr. 6.5.3 Radiální rozložení elektronové teploty T_e ve vzdálenosti $z = 7$ mm od výstupu trysky surfatronu; $Q_{Ar} = 600 \cdot 1,69 \cdot 10^{-3} \text{ Pa m}^3 \text{ s}^{-1}$, $p = 1900 \text{ Pa}$ (■), $p = 3000 \text{ Pa}$ (◆), $p = 4500 \text{ Pa}$ (▼) a $p = 5000 \text{ Pa}$ (▲), $P = 45 \text{ W}$.

Axiálně, v ose trysky surfatronu byla souřadnice z vzdálenosti horizontální roviny měření nastavována ve vzdálenosti od 4 mm od výstupu trysky do vzdálenosti 32 mm

od výstupu trysky s rozlišením 4 mm.

Uvedená experimentální měření sondové diagnostiky plazmatu s prostorovým rozlišením v závislosti na pracovních tlacích a přiváděných výkonech, byla provedena s výše popsaným měřicím systémem ve stejné konfiguraci pro měření jako v úvodních měřeních a byly použity diagnostické sondy stejné konstrukce. Proces získání a předzpracování dat středováním, probíhal též stejně jak je popsán v kapitole 6.2. Naměřená data byla vyhodnocena s využitím výše popsaného programového vybavení dle shodných postupů popsaných v kapitole 6.3.

Experimentální výsledky a grafické zobrazení rozložení teploty elektronů v prostoru - rovině ve které leží osa výstupu trysky surfatronu jsou prezentovány v práci [22], viz přílohy.

6.6 Závěr

V úvodní části experimentů byla určena teplota elektronů a jejich koncentrace za výše uvedených podmínek. Teploty elektronů T_e , které byly získány z měření metodou Langmuirovy sondy 0,9 eV a metodou dvojice sond 1 eV vykazují velmi dobrou shodu. Koncentrace elektronů n_e při měření Langmuirovou sondou byla stanovena na $2 \cdot 10^{15} \text{ m}^{-3}$ [20].

Při měřeních s prostorovým rozlišením parametrů plazmatu byly nejprve proměřeny metodou dvojice sond závislosti rozložení elektronové teploty na radiální vzdálenosti sond od osy trubice surfatronu. Měření byla provedena pro několik hodnot axiální vzdálenosti sond od výstupu trubice surfatronu, a to 4 mm, 10 mm a 22 mm viz příloha IV. [21]. Z experimentálních výsledků je zřejmé, že hodnoty elektronové teploty vykazují dvě maxima, přibližně symetricky vzdálená od osy trubice surfatronu, což odpovídá osové symetrii povrchové vlny surfatronu. Toto rozložení elektronových teplot určených z našeho experimentálního měření též odpovídá spektroskopickým měřením, která byla prováděna [14], emisní spektroskopii na vlnové délce 549,6 nm, která odpovídá Ar I. S rostoucí axiální vzdáleností od výstupu trysky, trubice surfatronu se rozložení elektronových teplot stává plošším. Ve vzdálenosti 22 mm od výstupu trysky už nejsou úplně patrná maxima elektronových teplot a s rostoucí vzdáleností postupně klesá střední hodnota elektronové teploty viz příloha IV. [21].

Při měřeních s prostorovým rozlišením parametrů plazmatu u kterých byl dalším parametrem výkon mikrovlnného generátoru, byly opět proměřeny závislosti elektronové teploty na vzdálenosti od výstupu trubice surfatronu a jako další část experimentu proběhla

měření radiálního rozdělení teploty elektronů v závislosti na tlaku pracovního plynu. Z výsledků experimentů s prostorovým rozlišením parametrů plazmatu vyplývá, že radiální rozložení teploty elektronů přímo závisí na tlaku v nádobě [22].

Uvedená sondová měření byla provedena autorem vyvinutou a upravenou aparaturou [16], viz kapitoly 7.2.1 až 7.2.3., která byla konfigurována pro uvedená měření a rozšířena o převodníky proud napětí, I/U s vysokým ziskem, které umožnily měření proudů menších než 10^{-6} A s rozlišením až $6 \cdot 10^{-10}$ A u metody dvojice sond. Pro dané měření byla aparatura též vybavena autorem vytvořeným a pro sondovou diagnostiku plazmatu mikrovlnného výboje přizpůsobeným programovým vybavením na omezenou rychlost odezvy vrstvy prostorového náboje v okolí sondy ve zkoumaném výboji [10, 11, 12], jak pro měření Langmuirovou sondou, tak pro měření metodou dvojice sond.

Poděkování

Tento výzkum byl proveden v rámci spolupráce KEVF MFF UK, V Holešovičkách 2, Praha a KF PF JU, Jeronýmova 10, České Budějovice za podpory projektů GAUK173/02/B FYZ MFF a MSM 124100004.

Literatura 6

- [1] STOFFELS, E., FLIKWEERT, A. J., STOFFELS, W. W., KROESEN, G. M. W. Plasma needle: a non - destructive atmospheric plasma source for fine surface treatment of (bio)materials, Plasma Sources Sci. Technol. 11 (2002) p. 1 - 6.
- [2] STOFFELS, E. KEITH, I. E., SLADEK, R. E. J. Plasma Treatment of Biological Objects. In Proceedings APP Spring Meeting 2003, Bad Honnef February 23 – 26, 2003.
- [3] RAISER, J. Hemostasis in electrosurgery with argon plasma, in Proceedings APP Spring Meeting 2003, Bad Honnef February 23 – 26, 2003.
- [4] WAYNE, J. D. Argon plasma coagulator: should everyone have one?, Surgical Technology International VII, (1998) p.1.
- [5] SESSLER, M.J., BECKER, H-D., FLESCHE, I., GRUND, K.-E. Therapeutic effects of argon plasma coagulation on small malignant gastrointestinal tumors, J. Cancer. Res. Clin. Oncol. 121 (1995) p. 235.
- [6] ZYKOVA, A.V., DUDIN, S.V., POLOZHIY, K.I., YAKOVIN, S.D. Improvement of process parameters of pulsed plasma sterilization system, in Proceedings APP Spring Meeting 2003, Bad Honnef February 23 – 26, 2003.

- [7] MOREAU, S., MOISAN, M. TABRIZIAN, M. et. al. Using the flowing afterglow a plasma to inactivate *Bacillus subtilis* spores: Influence of the operating conditions, *J. Appl. Phys.*, 88 (2000) p. 1166.
- [8] JOHNSON, E. O., MALTER, L. *Phys. Rev.* 80 (1950) p. 58.
- [9] KLAGGE, S., TICHÝ, M. *Czechoslovak Journal of Physics B* 35 (1985) p. 988 .
- [10] KAMKE, D., ROSE, H. J. *Zeitschrift für Physik* 145, (1956) p. 83.
- [11] CARLSON, R. W., OKUDA, T., OSKAM, H. Studies of the Dynamic Properties of Langmuir Probes I, Measuring Methods, *Physica* 30, (1964) p. 182 - 192.
- [12] CARLSON, R. W., OKUDA, T., OSKAM, H. Studies of the Dynamic Properties of Langmuir Probes III, Discussion of the Results, *Physica* 30, (1964) p. 375 - 386.
- [13] Technická dokumentace mikrovlnného generátoru GMP03, SAIREM®.
- [14] MOISAN, M., PELLETIER, J. *Microwave excited plasma*. Amsterdam: Elsevier, 2nd impression, 1999.
- [15] RICARD, A. *Reactive plasmas*. Paris: Societe Francaise du Vide, 1996.
- [16] ADÁMEK, P. Measuring System for the Langmuir Probe Diagnostics of the Plasma., in Sb. sv. I, CO-MAT-TECH 2001, vydala STU Bratislava - MTF Trnava, Trnava 2001, p. 11 -16.
- [17] OPPENHEIM, A., SCHAEFER, R. *Discrete - Time Signal Processing*, NY: Engelwood Cliffs, Prentice-Hall, 1989.
- [18] KUDRNA, P. *Sondová diagnostika nízkoteplotního plazmatu [doktorská disertační práce]*, Praha: Matematicko - fyzikální fakulta Univerzity Karlovy, 1997.
- [19] Příručky k programu MATLAB® . Using MATLAB. The MathWorks Inc., USA 2000.
- [20] STRAŇÁK, V., TICHÝ, M., ADÁMEK, P., BLAŽEK, J., KŘÍŽ, P. A surfatron plasma source for material processing and biomedical application, in APP Spring Meeting 2003, Bad Honnef, Germany 23.-26.2.2003, p. 129-132.
- [21] STRAŇÁK, V., TICHÝ, M., ADÁMEK, P., BLAŽEK, J., KŘÍŽ, J., ŠPATENKA, P. Electron temperature in surfatron-generated plasma-jet in argon measured by double Langmuir probe, in Contribution Papers ICPIG XXVI, Greifswald, Germany, 2003.
- [22] STRAŇÁK, V., TICHÝ, M., ADÁMEK, P., BLAŽEK, J., ŠERÝ, M., ŠPATENKA, P. Probe measurement of the characteristics of surfatron generated argon plasma, in WDS 03 Proceedings of Contributed Papers. Praha, 10. – 13. červen 2003. Part II, Physics of Plasma and Ionized Media. (ed. Šafránková, J.), s. 407 – 411. Matfyzpress, MFF UK, Praha, 2003.

7 MĚŘICÍ SYSTÉMY PRO SONDOVOU DIAGNOSTIKU PLAZMATU

7.1 Realizované měřicí systémy

Tato část práce se zabývá popisem autorem vyvinutých měřicích systémů pro sondovou diagnostiku plazmatu a jejich dosažených parametrů. Přestože v současnosti existují na trhu komerční měřicí systémy určené speciálně pro sondovou diagnostiku plazmatu, bylo z několika důvodů výhodné vyvinout systém vlastní. Přes snahu výrobců, aby komerční systémy byly univerzálními a snadno ovladatelnými nástroji dochází k tomu, že při konkrétní aplikaci není možná experimentem vyžadovaná hardwarová konfigurace systému. Některé parametry komerční systémy splňují s velkou rezervou, například rozsah nastavitelného výstupního napětí a naopak, námi požadovaná vysoká rychlost sběru dat byla u komerčních přístrojů nízká - což je dáno například orientací na nové operační systémy, které nejsou pro dané jednoúlohové aplikace vhodné. Taktéž dodávané standardní programové vybavení pro zpracování a vyhodnocení naměřených dat nemusí vždy vyhovovat požadavkům experimentu a je někdy výhodné i nutné provést zpracování dat dle vlastního postupu. V neposlední řadě hrají roli i vysoké náklady na pořízení těchto speciálních systémů, které jsou vyráběny pouze v malých sériích nebo jednotlivě. V konkrétních případech je výhodné vytvořit vlastní systém s optimalizovanými parametry a konfigurační flexibilitou vhodnou pro splnění specifických požadavků prováděných experimentů.

Problematikou konstrukce originálních měřicích systémů pro sondovou diagnostiku plazmatu a jejich aplikací se zabývali například [1, 2].

Autorem vyvinuté a aplikované speciální měřicí systémy určené pro sondovou diagnostiku plazmatu byly zkonstruovány na základě konkrétních, níže uvedených požadavků:

1. Měřicí interval pro získání dat musí být co nejkratší, aby během měření sondových charakteristik nedocházelo k významnému znečištění sondy, které následně zkreslí výsledky měření. Proto musí sběr dat probíhat rychle, aby bylo možno v čase jednotky sekund získat více než 10^5 naměřených hodnot potřebných pro potlačení šumu a jiných rušivých signálů středováním (sumační průměrování) zpracovávaného signálu [3, 4].
2. Sběr dat musí být možno synchronizovat se spínanými zdroji u pulzně buzeného plazmatu nebo s kmity a nestabilitami plazmatu nebo jiným zdrojem spouštěcího signálu a umožnit tak měření s časovým rozlišením.

3. Měřicí systém musí být galvanicky oddělen od výboje. Je tak zmenšena parazitní kapacita obvodů připojených k diagnostické sondě a jsou omezeny, jednak svodové proudy a je tak částečně snížen průnik nízkofrekvenčního a vysokofrekvenčního rušivého signálu do zesilovacího řetězce. Systém je tak navíc chráněn před vysokým napětím, které může zničit elektronické části systému včetně řídicího počítače a galvanicky oddělené obvody zamezují poškození elektroniky zemními smyčkami při nesprávném nebo nevhodném zapojení systému.

4. Analogové obvody, přes relativně vysoký zisk vstupních obvodů, musejí odpovídat svými dynamickými parametry, linearitou a teplotními drifty v rozsahu provozních teplot použitým analogově - digitálními a digitálně - analogovými převodníky. Při použití dvanáctibitovém ADC (**A**nalog - **t**o - **D**igital **C**onverter), nadále A/D převodníku musí být linearita a teplotní drift zesilovačů a aktivních filtrů srovnatelné s linearitou převodníku, tj. $\pm 0,012\%$ z plného rozsahu. U dvanáctibitového D/A převodníku se zaručenou integrální nelinearitou $\pm 1/4$ nejméně významného bitu (LSB, **L**east **S**ignificant **B**it) by se měla linearita přenosu a chyba nuly výstupních zesilovačů v laboratorních teplotních podmínkách ($18\text{ }^{\circ}\text{C} \div 30\text{ }^{\circ}\text{C}$) blížit $\pm 0,004\%$ z plného rozsahu nastavitelného výstupního napětí.

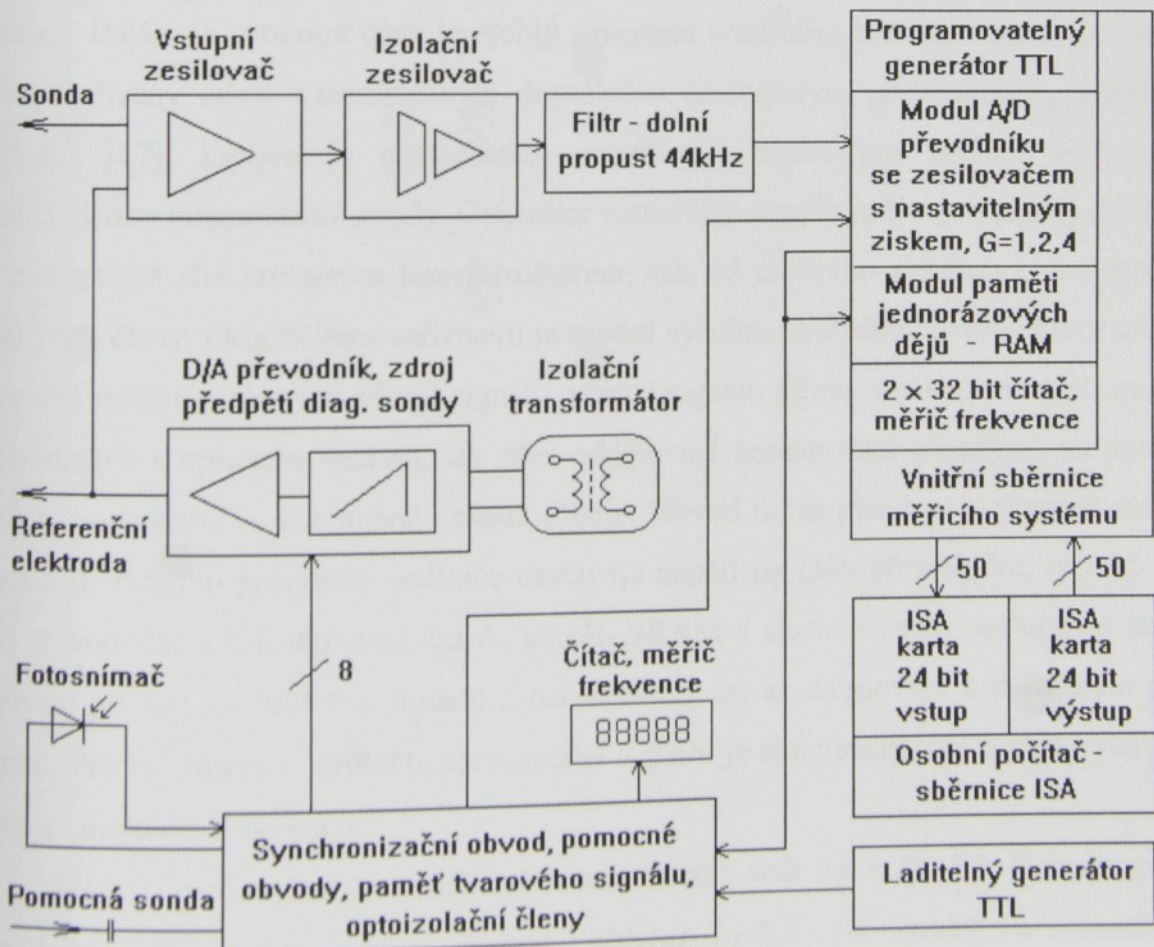
V letech 1994 - 1996 byly v rámci autorovy disertační práce [5] vyvinuty dva rychlé měřicí systémy řízené osobním počítačem pro aplikaci sondové diagnostiky plazmatu ve směsích argonu a uhlovodíku n - hexanu pro vytvářejí polymerní vrstvy. U prvního měřicího systému [6] byl kladen důraz především na co největší rychlost sběru dat. Za tím účelem byly kaskádově spojeny dva paralelní analogově - digitální osmibitové převodníky CA3318CE® [7] a vznikl tak systém devítibitového analogově - digitálního převodníku s teoretickou rychlostí vzorkování $16 \cdot 10^6$ vzorků za sekundu tj. 16 MSPS (**M**ega **S**amples **P**er **S**econd). Analogově - digitální převodníky zpracovávaly pouze vstupní napětí jedné polarity a proto byly doplněny vstupním zesilovačem s nastavitelným ofsetem pro možnost digitalizace napětí (proudu) obou polarit, jak vyžaduje měření při sondové diagnostice plazmatu. Vzhledem k tomu, že měřený proud sondové charakteristiky plazmatu pro kvalitní vyhodnocení vyžaduje rozlišení měření větší než tři dekadické řády, systém vyhovoval pouze pro informativní měření nebo velmi rychlá měření. Proto byl vyvinut další výkonný systém s rozlišením 12 bitů, tj. ± 2047 úrovní signálu s rychlostí vzorkování větší než $1 \cdot 10^6$ vzorků

za sekundu (1 MSPS) [8, 9]. Tento velmi výkonný systém s velkou rezervou pokrýval požadavky kladené na sběr dat při provádění sondové diagnostice plazmatu, jak z hlediska přesnosti tak i rychlosti měření. Důležitou součástí systému je i vyvinutý synchronizační obvod, který umožňuje synchronizovat měření s nestabilitami plazmatu nebo spínáním výboje v pulzním režimu. Systém byl nadále zdokonalen a rozšířen a byla s ním provedena původní experimentální měření, jejichž výsledky jsou součástí předložené práce například publikace [10, 11, 12, 13] a další. Zkrácený popis rychlé měřicí aparatury pro sondovou diagnostiku plazmatu včetně jejího blokového schématu je uveden následovně v kapitolách 7.2.1 až 7.2.3.

7.2 Rychlý měřicí systém 96

7.2.1 Popis měřicího systému vyvinutého v letech 1995 - 1996

Původní uspořádání měřicího systému je uvedeno na obrázku 7.2.1. Jak je patrné z blokového schématu, systém je uspořádán jako modulární. Jednotlivé moduly tvoří zásuvné karty, umístěné v 19" konektorovém rámu společně s napájecími zdroji. Další části systému tvoří samostatné externí moduly.



Obr. 7.2.1 Blokové schéma rychlého měřicího systému vyvinutého v letech 1995 - 1996.

Rám je připojen k osobnímu počítači dvěma 50-ti žilovými kabely s 2 x 24 bitovými datovými linkami prostřednictvím komunikačních karet, určených pro spolupráci se sběrnici ISA (Industry Standard Architecture) [14]. Jádrem systému tvoří karta analogově - digitálního převodníku ADS 602[®] [15] s rychlostí převodu včetně vzorkování signálu větší než $1 \cdot 10^6$ vzorků za sekundu. Karta A/D převodníku také umožňuje programové nastavení rozsahu vstupního napětí. Další důležitou částí pro rychlý sběr dat v reálném čase je modul statické paměti dat, nadále SRAM (Static Random Access Memory) o kapacitě 32768 16-ti bitových slov, která spolupracuje s modulem A/D převodníku a externím synchronizačním obvodem a slouží pro záznam digitalizovaných dat. Součástí systému jsou další podpůrné moduly jako je programovatelný generátor TTL (Transistor - Transistor Logic) [16] signálu a dvoukanálový čítač/měřič frekvence do 100 MHz s délkou slova 32 bitů. Tyto obvody mohou sloužit jednak ke generování přesného hodinového signálu pro měření jednorázových dějů nebo měření frekvence signálů v jiných aplikacích. Externími moduly jsou výměnné předzesilovače - pro převod proud/napětí z diagnostické například Langmuirovy sondy. Následně modul izolačního zesilovače 1,5 kV ve spojení s filtrem typu dolní propust 44 kHz, který slouží pro galvanické oddělení měřeného obvodu od měřicího systému a osobního počítače. Další samostatnou částí je rychlý generátor tvarového měřicího signálu, který tvoří číslicově řízený zdroj s osmibitovým digitálně - analogovým převodníkem, nadále D/A, DAC08[®] [17], kterým je nastavováno schodovité napětí pro měření volt-ampérové charakteristiky diagnostické sondy. Generátor tvarového signálu je též galvanicky oddělen jak od energetické sítě izolačním transformátorem, tak od měřicího systému optoelektrickými izolačními členy. Originálním zařízením je modul synchronizačního obvodu, který umožňuje spouštění měření z různých zdrojů signálu, včetně signálu přímo odvozeného z plazmatu, jak bezkontaktně s optickou vazbou, tak přes oddělovací kondenzátor připojený na pomocnou sondou, umístěnou ve zkoumané oblasti výboje. Obvod může pracovat v různých režimech. Bez účasti řídicího programu počítače nastavuje napětí na D/A převodníku, spouští převod A/D převodníku a řídí ukládání dat do paměti SRAM s nastavitelným postupným časovým posuvem po fázi spouštěcího signálu a načítá n-tici dat ke středování s volitelným počtem vzorků. Pro informaci o kmitočtu spouštěcího signálu je synchronizační obvod vybaven 5-ti místným měřičem frekvence.

Měřicí proces - nastavení některých parametrů a sběr dat může být řízen programově z osobního počítače pro rychlosti měření přibližně do $2,5 \cdot 10^5$ vzorků za sekundu. Toto omezení je závislé na výkonnosti použitého osobního počítače. V případě použití

synchronizačního obvodu se počítač neúčastní přímo procesu sběru dat. Data jsou po ukončení měření počítačem vyčtena z paměti SRAM a zobrazena v podobě naměřených sondových charakteristik pro primární vizuální posouzení. Ve všech případech jsou naměřená data programově doplněna komentářem, protokolem měření a ukládána ve standardním formátu v textových řetězcích ASCII (American Standard Code for Information Interchange) do souborů na disku. Data mohou být uložena v plné výši nebo mohou být před uložením předzpracována středováním. Vytvořené textové soubory je pak možno importovat do standardního systému (například MS - EXCEL[®]) nebo do speciálního systému pro zpracování fyzikálních měření a naměřená data dále zpracovávat, vyhodnocovat a prezentovat. Programové vybavení pro měřicí systémy bylo též autorem vyvíjeno a zdokonalováno v programovacích jazycích MACROASSEMBLER[®], QBASIC[®] a C. Konečné verze měřicích a ovládacích programů jsou napsány v jazyce C.

7.2.2 Dosažené parametry měřicího systému vyvinutého v letech 1995 - 1996

Výše popsany měřicí systém, vyvinutý v letech 1995 - 1996 dosahoval těchto parametrů:

- rychlost měření při řízení osobním počítačem (dle použitého PC) $\cong 2,5 \cdot 10^5$ vzorků s^{-1}
- rychlost měření při hardwarovém řízení synchronizačním obvodem $1 \cdot 10^6$ vzorků s^{-1}
- nejmenší nastavitelné časové rozlišení při postupném vzorkování 1 μs
- linearita celého měřicího řetězce včetně izolačního zesilovače lepší než $\pm 0,1 \%$
- napěťové rozlišení (nejmenší krok napětí) generátoru tvarového signálu 50 mV
- výstupní napětí generátoru (+ nastavitelný stabilizovaný zdroj ± 30 V) $-25,6$ V $\div$ $25,5$ V
- nejmenší měřitelná hodnota proudu (rozlišení - dle použitého zesilovače) $12,24 \cdot 10^{-9}$ A

V roce 1999 došlo k rozšíření systému o přesnější číslicově řízené zdroje napětí a další programové vybavení. Stabilizovaný zdroj pevného předpětí sondy byl nahrazen též číslicově řízeným zdrojem napětí řízeným osobním počítačem s výše uvedeným osmibitovým D/A převodníkem, nastavitelným přímo z řídicího programu a programově řízený generátor tvarového signálu tvoří přesný a rychlý 12-ti bitový D/A převodník. Zdroj - generátor tvarového signálu je osazen obvodem DAC565[®] [17] s výbornou teplotní i časovou stabilitou a integrální nelinearitou $\pm 1/4$ nejméně významného bitu (LSB - Least Significant Bit).

Byla tak výrazně zlepšena přesnost nastavení výstupního napětí a celkově stálost stejnosměrných parametrů systému a to:

- díky použití přesného D/A převodníku byla zlepšena linearita celého měřicího řetězce až na $\pm 0,05 \%$ z plného rozsahu vstupní veličiny - sondového proudu převedeného na napětí.
- rozlišení generátoru tvarového signálu bylo zjemněno na krok $12,5 \text{ mV}$ z maximálního rozkmitu výstupního napětí $-25,60 \text{ V} \div 25,59 \text{ V}$.

V roce 2003 byl tento systém opět rozšířen, tentokrát o sadu zesilovačů, která pokrývá rozsah měřených proudů ($1 \mu\text{A} \div 20 \text{ mA}$). Zvláště byl vyvinut zesilovač s přenosem 10^7 V/A pro měření proudů menších než $1 \cdot 10^{-6} \text{ A}$, který umožňuje systému měřit na nejcitlivějším rozsahu s rozlišením až $6 \cdot 10^{-10} \text{ A}$ a je určen pro měření metodou dvojice sond.

Blokové schéma rozšířeného systému je uvedeno v 3. a 6. části práce, kde byl systém aplikován při sondové diagnostice stejnosměrného a mikrovlnného výboje.

7.2.3 Aplikace systému

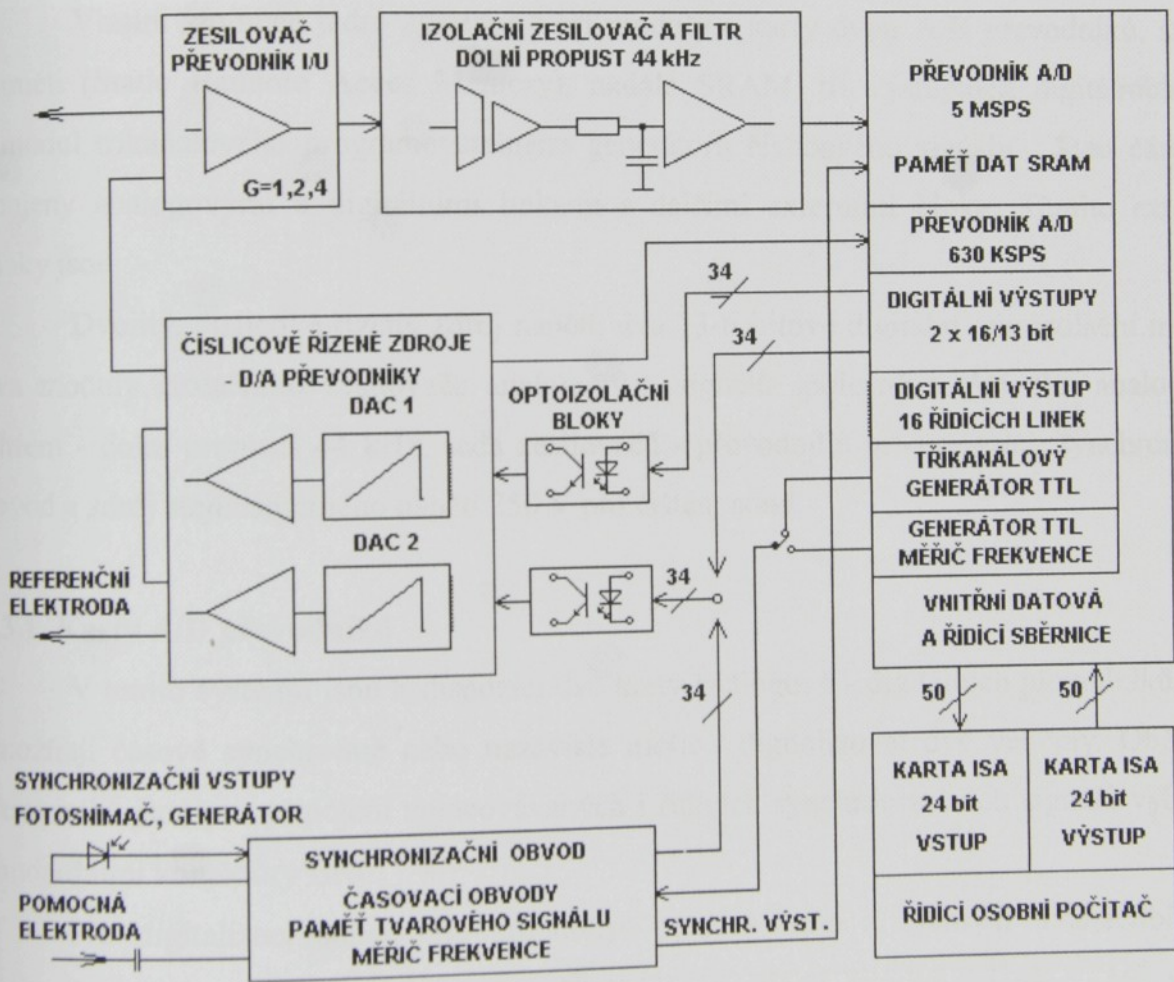
Po dokončení systému bylo nutno navrhnout testovací postupy a vhodné programové vybavení pro ověření správné funkce číslicové logiky systému. Další programové vybavení, podobné vlastnímu aplikačnímu, ověřilo rozdíly mezi teoretickými hodnotami krajních chyb a skutečně dosažené, výše uvedené, přesnosti systému a byla stanovena maximální rychlost sběru dat. Výsledky testovacích měření jsou uvedeny v [5, 8, 9]. Dalším krokem bylo ověřování funkce systému přímo při sondové diagnostice ve známých konfiguracích, jak vakuové aparatury a doutnavého výboje - skleněná výbojka, reaktor magnetronového typu, tak pracovní prostředí - inertní plyn argon. Výsledky byly srovnávány se standardně používaným měřicím systémem [5, 18] s integračním voltmetrem. Pro rychlá měření bylo nutno experimentálně stanovit vhodný tvar měřicího signálu a jeho maximální časovou změnu (napětíový krok za jednotku času), aby tento signál svými rychlými změnami nepřekročil rychlost ustálení vrstvy prostorového náboje v okolí sondy [19, 20, 21, 22, 23].

Uvedený systém byl aplikován v 5. části práce, ve specifických prostředích *in situ* plazmochemického reaktoru magnetronového typu při vytváření polymerních vrstev ve směsích uhlovodíku n-hexanu a argonu v nestabilním stejnosměrném výboji [10, 11]. Po úpravách z roku 1999 byl použit k diagnostice plazmatu ve stabilním stejnosměrném výboji při depozici vrstev Ti v reaktoru magnetronového typu s nevyváženým magnetickým polem uvedenými ve 3. části práce a publikovanými výsledky v [12]. Po rozšíření o sadu zesilovačů v roce 2003 byl systém použit při měřeních Langmuirovou sondou a při měřeních

metodou dvojice sond v mikrovlnném výboji buzeném povrchovou vlnou - surfatronu, v proudícím plazmatu, uvedené v 6. části práce a publikovanými výsledky například ve [13, 24, 25].

7.3 Univerzální měřicí systém pro sondovou diagnostiku plazmatu

V letech 2000 - 2002 byl, na základě autorem získaných zkušeností s konstrukcí a aplikací výše uvedených měřicích systémů pro sondovou diagnostiku plazmatu navržen a realizován další měřicí systém, který byl aplikován při měřeních ve stejnosměrném, stejnosměrném pulzním, vysokofrekvenčním a modulovaném vysokofrekvenčním výboji a je následně detailně popsán. Blokové schéma měřicího systému je zobrazeno na obr. 7.3.1.



Obr. 7.3.1 Blokové schéma univerzálního měřicího systému.

Nový systém byl navržen jako stavebnice oddělitelných a vzájemně propojitelných bloků, modulů. Toto řešení umožňuje jednoduchou výměnou jednotlivých modulů změnu hardwarové konfigurace za optimální pro konkrétní experiment. Pro komunikaci a řízení jádra

systému osobním počítačem byly použity vyvinuté dále popsané paralelní karty ISA (**I**ndustry **S**tandard **A**rchitecture) [14] s plnou šíří zapisovaného a čteného datového slova šestnáct bitů, které poskytují dostatečnou průchodnost dat při rychlých měřeních, řízených přímo programem z osobního počítače řady PC (**P**ersonal **C**omputer). Jádru systému bylo umístěno do standardní skříně určené pro zásuvné desky (karty) velkého evropského formátu 125 x 175 mm. Ve skříně jsou umístěny napájecí zdroje oddělené pro číslicovou a analogovou část modulů a konektorový rám s konektory FRB 62 a přímými konektory se 62 kontakty (obchodní označení SLOT 62, RM 2,54). Jako doplněk pro pohodlnou práci při experimentálních měřeních je do skříně umístěn manuálně laditelný generátor signálu s výstupní napětíovou úrovní odpovídající obvodům číslicové logiky TTL (**T**ransistor - **T**ransistor **L**ogic) [16] s pětímístnou indikací nastaveného kmitočtu na aktivním displeji.

Vlastní zmíněné jádro systému tvoří moduly - karty dvou A/D převodníků, statické paměti (**S**tatic **R**andom **A**cces **M**emory), nadále SRAM, tři výstupních digitálních karet a modul tříkanálového programovatelného generátoru číslicového signálu. Tyto části jsou spojeny analogovými a digitálními linkami s dalšími externími bloky. Těmito externími bloky jsou:

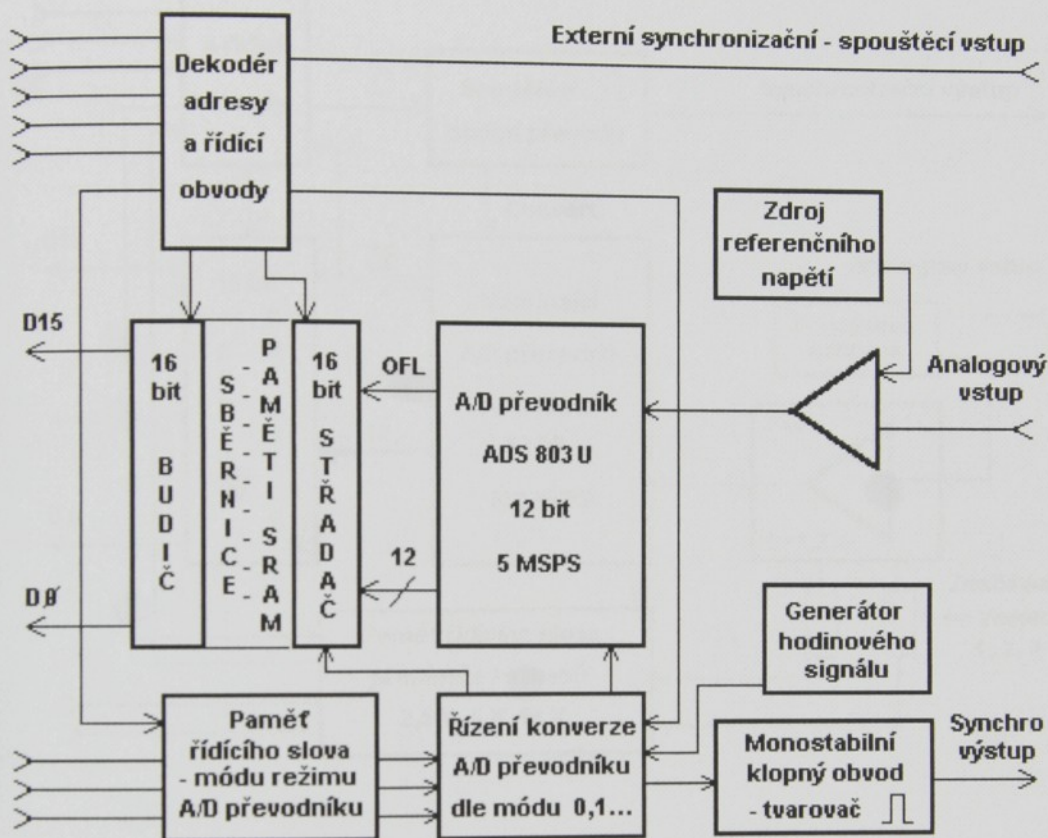
Dvojitý, číslicově řízený zdroj napětí, dva 13-ti bitové digitální optoizolační moduly, dva moduly izolačního zesilovače analogových signálů společně s aktivním analogovým filtrem - dolní propustí 44 kHz, sada zesilovačů - převodníků proud/napětí, synchronizační obvod a zdroj stejnosměrného napětí 250 V pro čištění sond.

7.3.1 Karty A/D převodníků

V tomto systému jsou k dispozici dvě karty analogově - digitálních převodníků, které umožňují časově synchronně nebo nezávisle měřit - digitalizovat dvě veličiny. Obě karty převodníků jsou pro připojení zpracovávaných i řídicích synchronizačních signálů vybaveny standardními konektory BNC.

Pro digitalizaci sondového proudu je použita karta s rychlým dvanáctibitovým vzorkujícím A/D převodníkem ADS 803[®] [15] s rychlostí vzorkování až $5 \cdot 10^6$ vzorků za sekundu (5 MSPS - **M**ega **S**amples **P**er **S**econd) a její blokové schéma se nachází na obrázku 7.3.1.1. Převodník je vybaven předzesilovačem s nastavitelným napětíovým ofsetem, kterým umožňuje digitalizovat bipolární vstupní napětí v jednom pevném rozsahu ± 10 V. Napětíové rozlišení, respektive kvantování převodníku je při tomto rozsahu 4,8852 mV. Tento pevný rozsah byl zvolen z důvodu optimalizace linearitě přenosu

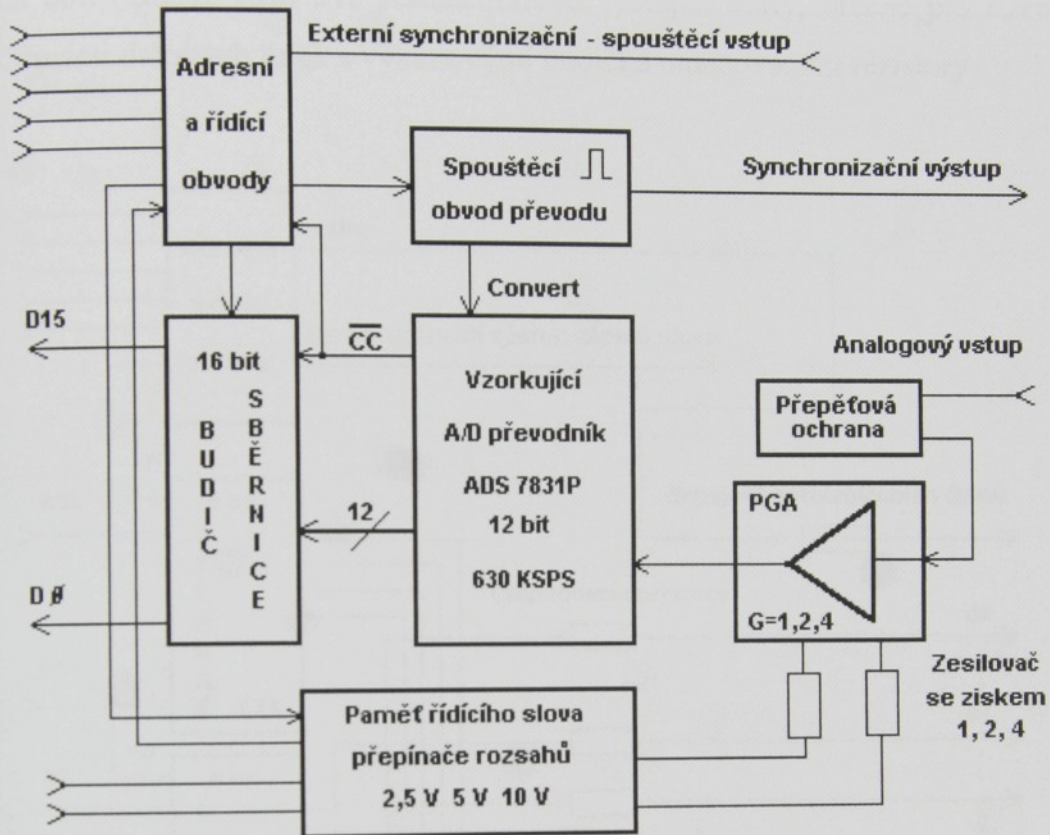
s předřazeným izolačním zesilovačem, který dosahuje linearity $\pm 0,01$ % z plného rozkmitu vstupního a výstupního napětí ± 10 V. Změna rozsahu měřeného sondového proudu je prováděna manuálně přepínačem změnou přenosu proud/napětí kterou umožňují nastavit jednotlivé moduly.



Obr. 7.3.1.1 Blokové schéma karty A/D převodníku pro digitalizaci napětí přiváděného z převodníku proud/napětí.

V případě že změna rozsahu modulu zesilovače nedostačuje lze rozsah změnit výměnou modulu předzesilovače sondového proudu za jiný s odpovídajícím rozsahem. Převodník může ve spojení s na kartě umístěným programovatelným spouštěcím sekvenčním obvodem pracovat v několika módech sběru dat. Například umožňuje vzorkování v reálném čase se spouštěním programem nebo náhodným externím impulzem, dále je možné postupné vzorkování nebo kontinuální režim s programovým vyčítáním dat. Tato karta A/D převodníku je též určena pro spolupráci se statickou pamětí dat SRAM (Static **R**andom **A**cces **M**emory) při rychlých, externím generátorem spouštěných a dále synchronizovaných měřeních s časovým rozlišením. Za tím účelem je karta vybavena synchronizačním vstupem a výstupem - signálem ukončení převodu.

Pro digitalizaci další požadované veličiny slouží karta 12-ti bitového vzorkujícího A/D převodníku ADS 7831[®] [15] s rychlostí převodu $630 \cdot 10^3$ vzorků za sekundu (630 KSPS - Kilo Samples Per Second) a její blokové schéma se nachází na obrázku 7.3.1.2.



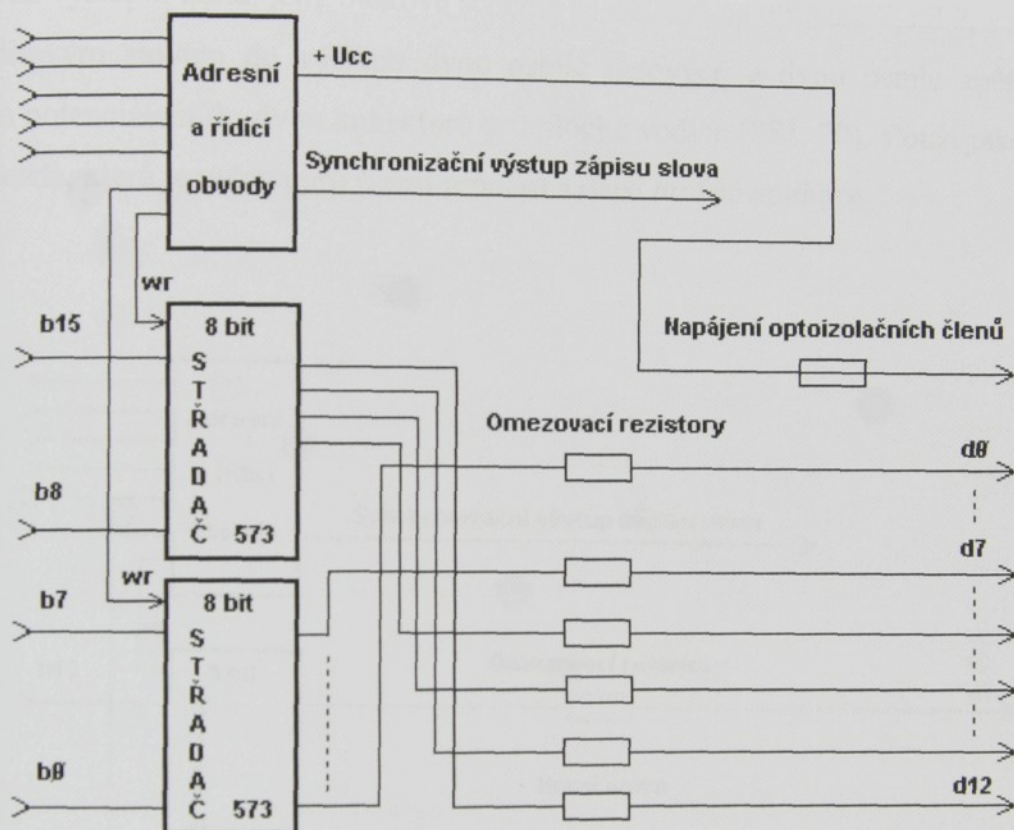
Obr. 7.3.1.2 Blokové schéma karty A/D převodníku pro digitalizaci další veličiny.

Vzhledem k tomu, že tento převodník je určen pro univerzální použití, je na kartě převodníku umístěn předzesilovač s programově nastavitelným ziskem. Tímto zesilovačem je možno volit rozsahy vstupních napětí na $\pm 2,5$ V, ± 5 V a ± 10 V a měnit tak rozlišení na 1,2213 mV, 2,4426 mV, respektive 4,8852 mV. Na čelní panel skříně je konektorem BNC vyveden signál ukončení převodu, kterým je též možno synchronizovat činnost převodníku s dalšími obvody. Jako příklad může posloužit možnost nastavování napětí jednoho z číslicově řízených zdrojů prostřednictvím vloženého synchronizačního obvodu po sériové lince. Použitím synchronizačního obvodu je možno výrazně urychlit také proces programově řízeného sběru dat, a to až 8 x.

Obě uvedené karty analogově - digitálních převodníků dosahují nelinearity analogově - digitálního převodu ± 1 nejméně významný bit (LSB - Least Significant Bit) tj. $\pm 0,012$ % z plného rozsahu vstupního napětí.

7.3.2 Karty digitálních výstupů

V jádře systému jsou integrovány celkem tři šestnáctibitové karty digitálních výstupů. Dvě zcela identické, které slouží pro ovládání dvou nezávislých a galvanicky oddělených digitálně řízených zdrojů napětí. Blokové schéma jedné z této dvojice výstupních karet se nachází na obr. 7.3.2.1. Tyto dvě šestnáctibitové výstupní karty, určené pro řízení zdrojů, využívají třinácti datových linek s výkonovými budiči a omezovacími rezistory.



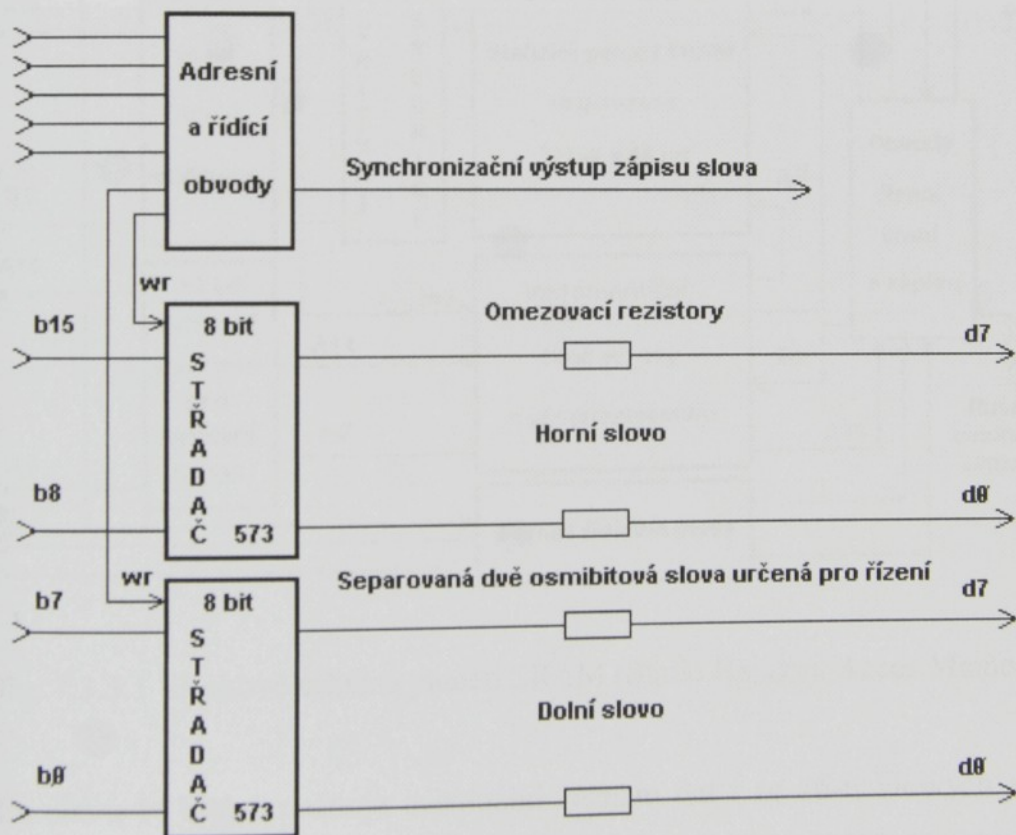
Obr. 7.3.2.1 Blokové schéma výstupní číslicové karty pro řízení zdrojů.

Dvanáct datových linek je určeno pro nastavení napětí zdrojů a jedna řídicí linka ovládá relé, která odpojují měřicí systém od obvodu diagnostické sondy a připojují k diagnostické sondě zdroj čistícího napětí.

Výstupní číslicové karty jsou spojeny plochými, 1,8 m dlouhými 34-žilovými vodiči s optoizolačními bloky konektory PSL34, odkud jsou stejnými konektory a plochými vodiči digitální signály připojeny k bloku číslicově řízených zdrojů napětí. Celková délka datových vodičů dosahuje až 3,6 m, což umožňuje umístit jádro měřicího systému a řídicí počítač mimo prostor, kde se nacházejí výkonové generátory a vysokonapěťové zdroje pro napájení výboje. Řešení spojení, digitální výstup - plochý vodič 1,6 m - optoizolační blok - plochý vodič 1,6 m

- číslicově řízený zdroj, zamezuje indukci rušivých napětí do této, z hlediska toku dat, výkonné přenosové cesty. Řízení zápisu karet digitálních výstupů umožňuje díky svému obvodovému řešení zápis celého šestnáctibitového slova jedním zápisovým impulsem. To je důležité pro nastavování rychlých, číslicově řízených zdrojů napětí, kde by se při zápisu datového slova po bajtech objevila nejprve hodnota výstupního napětí odpovídající zapisované části řídicího slova a teprve při zápisu zbývajících částí řídicího slova by se ustalovala na výstupu skutečně nastavovaná a požadovaná hodnota výstupního napětí.

Třetí výstupní karta, jejíž blokové schéma se nachází na obrázku 7.3.2.2, s rozděleným šestnáctibitovým slovem do výstupu dvou osmic datových a dvou osmic zpětných linek s nulovým potenciálem do dvou konektorů pro ploché vodiče (PSL 20), slouží jako podpůrná výstupní karta, která je určena pro řízení procesů a další možné aplikace.



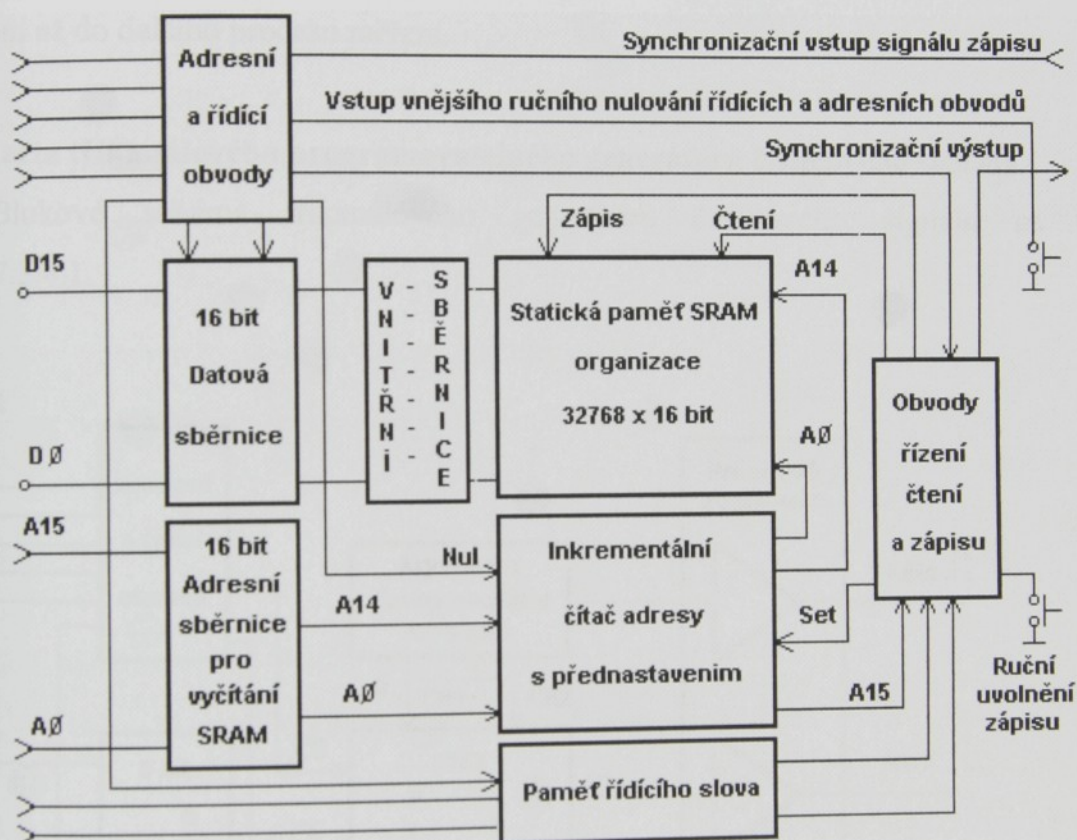
Obr. 7.3.2.2 Blokové schéma výstupní 16-ti bitové karty pro řízení procesů.

Konkrétními aplikacemi podpůrné výstupní karty s číslicovými výstupy může být řízení technologického procesu depozice vrstev nebo automatického sběru dat při kontinuálním monitorování sledovaných veličin. Jinou aplikací může být řízení číslicově řízených

zdrojů, generátorů signálu, napájecích zdrojů a jiných zařízení. Je tak možné například programové řízení krokových motorů, elektricky ovládaných ventilů nebo jiných výkonných prvků v procesech, které vyžadují automatizované programové řízení.

7.3.3 Karta paměti digitalizovaných dat SRAM (Static Random Acces Memory)

Karta statické paměti s libovolným přístupem slouží k ukládání digitalizovaných dat v širší slova 16 bitů. Blokové schéma karty SRAM je zobrazeno na obr. 7.3.3.1.



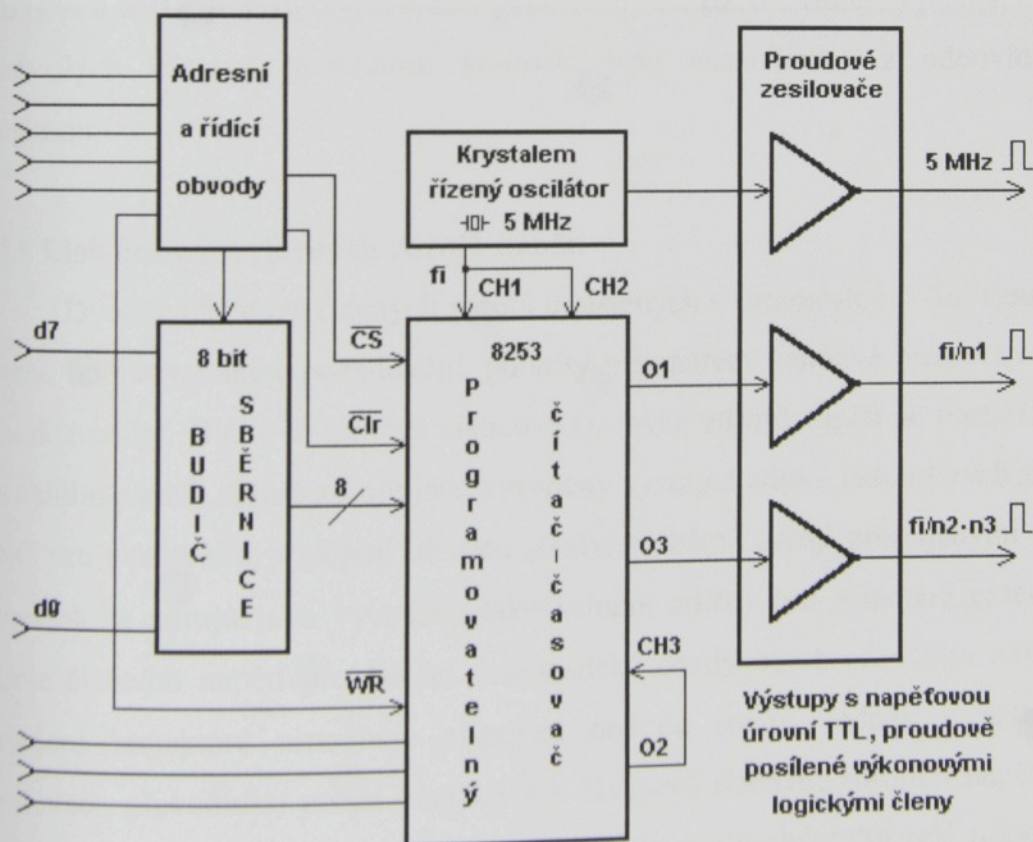
Obr. 7.3.3.1 Blokové schéma paměti SRAM (Static Random Acces Memory).

Šíře slova 16 bitů umožňuje eventuální záznam dat i ze 16-ti bitových analogově - digitálních převodníků s vysokým rozlišením. Kapacita paměti je 32768 16-ti bitových slov. Paměťová karta je určena pro spolupráci s modulem rychlého ($5 \cdot 10^6$ vzorků/s) A/D převodníku ADS803[®] [15], používaného pro digitalizaci sondového proudu při synchronizovaných měřeních s časovým rozlišením nebo pro rychlý záznam jednorázových dějů. V těchto případech už by nestačovaly rychlostí vykonání instrukčního cyklu a vstupně/výstupní operace ani současné nejvýkonnější osobní počítače. Zápis dat do paměti je řízen pulsy, které při platnosti dat na výstupu A/D převodníku vysílá výše zmíněný

sekvenční spouštěcí obvod na kartě A/D převodníku. Karta je vybavena vlastním inkrementálním generátorem adresy, řídicími obvody pro hardwarový zápis dat a programové vyčítání dat z paměti do řídicího počítače. Tyto obvody je možno nastavovat do uvedených režimů a počáteční adresy zápisu dat řídicím programem nebo je možné nastavení adresy "0" pro zápis a uvolnění signálů zápisu manuálně tlačítky na panelu. Časování zápisu dat a inkrementace adresy dalšího zapisovaného slova umožňuje spolupracovat i s rychlejšími A/D převodníky až do rychlosti odebrání vzorku a A/D převodu $20 \cdot 10^6$ vzorků za sekundu (20 MSPS - **M**ega **S**amples **P**er **S**econd). Do paměti jsou data zapisována i při kontinuálním sběru dat řídicím programem a mohou být v paměti uchována nebo vyčítána pro vizuální posouzení až do dalšího procesu měření.

7.3.4 Karta tříkanálového programovatelného generátoru číslicového signálu

Blokové schéma tříkanálového generátoru číslicového signálu se nachází na obr. 7.3.4.1.



Obr. 7.3.4.1 Blokové schéma programovatelného generátoru s výstupní úrovní TTL.

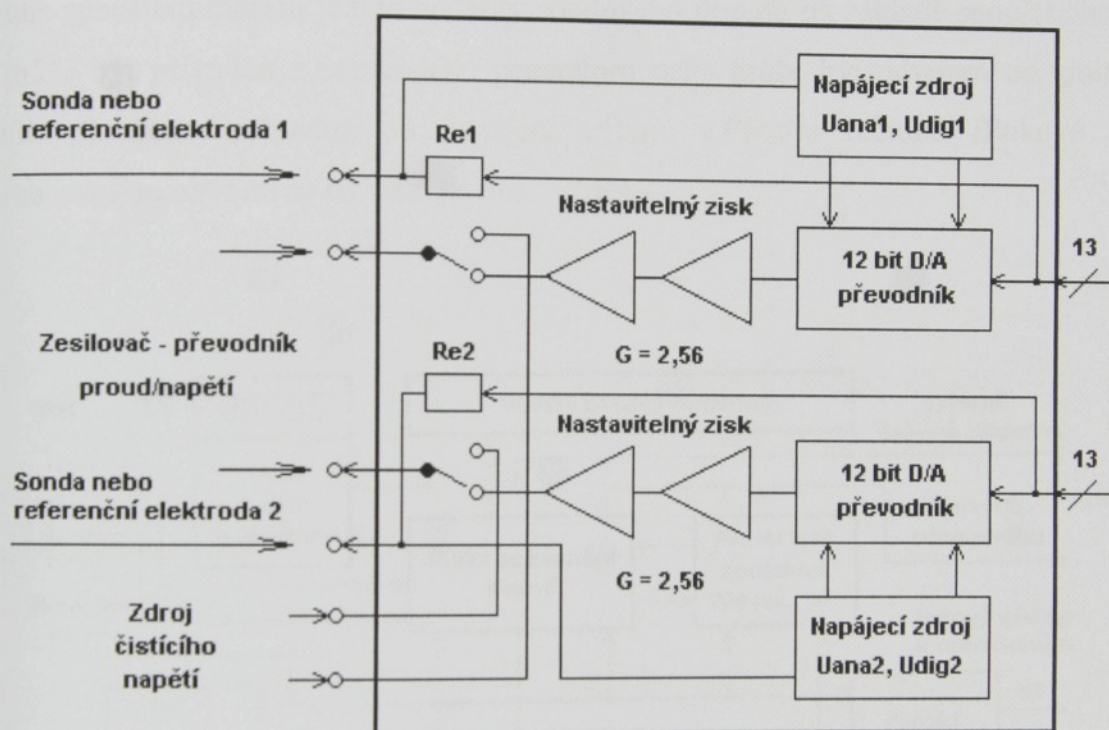
Programovatelný generátor číslicového signálu s výstupními napětíovými úrovněmi číslicové logiky TTL (Transistor - Transistor Logic) „0 V“ a „5 V“ [16], slouží ke generování signálu, kterým je možné nastavovat zpoždění synchronizačního obvodu, řídit proces časově ekvidistantního sberu dat v reálném čase nebo jako zdroj hodinového signálu, například pro sekvenční obvody.

Výstupní signál je odvozen z krystalem řízeného oscilátoru o kmitočtu 5 MHz, což zabezpečuje dlouhodobou i krátkodobou teplotní stabilitu generovaného kmitočtu na přibližně ± 5 ppm. Tento signál je zesílen výkonovými logickými členy 74S40 a přímo vyveden na čelní panel skříně standardním konektorem BNC. Další dva výstupy se stejnou napětíovou úrovní a hodnotami proudu, vyvedené konektory BNC, jsou odvozeny z programovatelné děličky/čítače 8253 [26]. Základní kmitočet oscilátoru je přiveden na do kaskády zapojený, 2 x šestnáctibitový programovatelný dělič/čítač, jehož výstupem mohou být pulzy s kmitočtem $0,001 \text{ Hz} \div 5 \text{ MHz}$. Další programovatelný dělič je šestnáctibitový a jeho výstupem může být kmitočet $76 \text{ Hz} \div 5 \text{ MHz}$. Oba výstupy číslicového signálu jsou též proudově posíleny výkonovými logickými členy 74S40. Kromě výstupního signálu o pevném kmitočtu 5 MHz, je programovatelný generátor plně řízen z řídicího počítače a hodnoty dvou nezávislých výstupů generátoru kmitočtu jsou nastavovány z odpovídajícího řídicího programu.

7.3.5 Blok číslicově řízených zdrojů napětí

Dvojice číslicově řízených zdrojů umístěných v samostatné skříně slouží k nastavování přesné hodnoty napětí požadované polarity při měření sondové, respektive volt-ampérové charakteristiky. Blokové schéma číslicově řízených zdrojů napětí se nachází na obr. 7.3.5.1. Na čelním panelu skříně zdrojů jsou vyvedeny výstupní zdířky jednotlivých zdrojů a konektor BNC pro eventuální připojení obvodu sondy, s oběma zdroji propojenými v sérii. Na čelní panel bloku zdrojů jsou vyvedeny také vstupní zdířky pro připojení externího napájecího zdroje čistícího napětí pro čištění diagnostické sondy bombardováním nabitými částicemi. Zapojení konektorů umožňuje připojení obvodu sondy, jednak k aktuálně použitému zesilovači, převodníku proud - napětí a k číslicově řízeným zdrojům napětí nebo je obvod sondy odpojen od číslicově řízených zdrojů a je prostřednictvím relé připojen k externímu zdroji stejnosměrného napětí, určeného k čištění sondy. Číslicově řízené zdroje napětí jsou zapojeny jako zcela ekvivalentní a vzájemně zaměnitelné. Oba zdroje jsou osazeny 12-ti bitovými proudovými násobícími digitálně - analogovými převodníky DAC565[®] [15], jež

jsou ekvivalenty AD565[®]. Tyto převodníky disponují výbornými parametry. Integrální nelinearita je v rozsahu teplot $0\text{ }^{\circ}\text{C} \div 70\text{ }^{\circ}\text{C}$ zaručena na $\pm 1/4$ nejméně významného bitu (LSB - Least Significant Bit), což odpovídá $\pm 0,003\%$ plného rozsahu. Rychlost ustálení těchto převodníků s odchylkou $\pm 0,01\%$ od nastavované hodnoty je 250 ns. Aktivní napěťový výstup tvoří připojené převodníky proud - napětí s operačními zesilovači, s výstupním napětím $\pm 10\text{ V}$. Toto napětí je 2,56 x zesíleno v dalším stupni, který je vybaven speciálním operačním zesilovačem OPA445[®] [15] s velkým rozkmitem výstupního napětí.



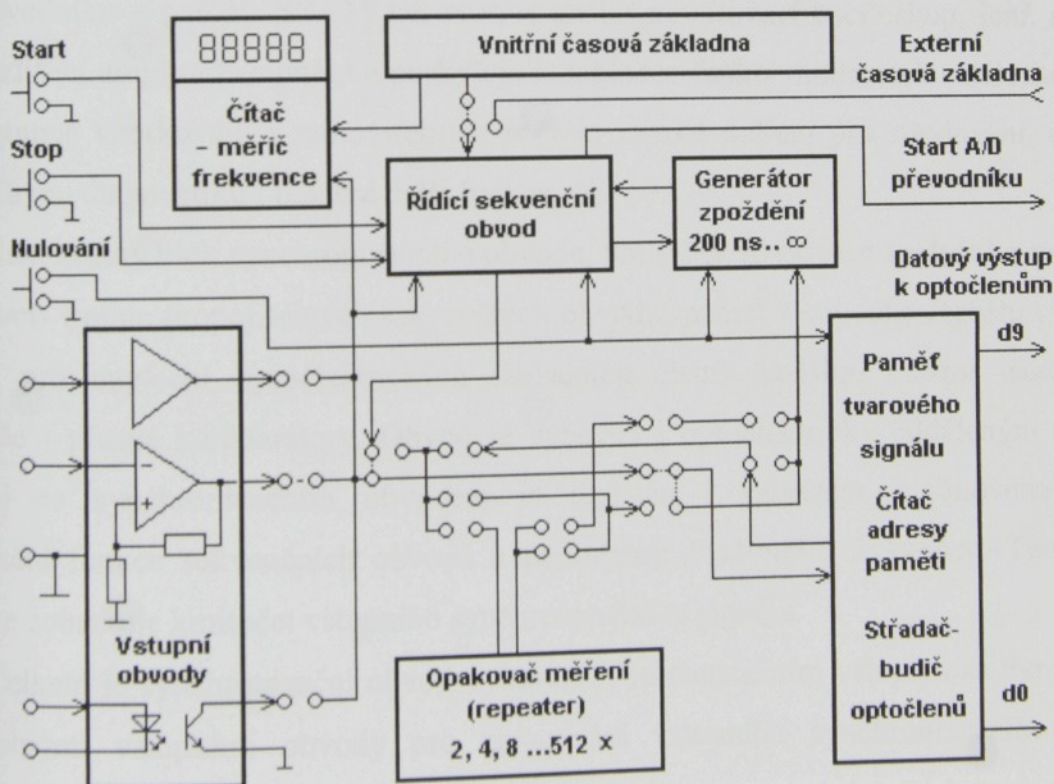
Obr. 7.3.5.1 Blokové schéma číslicově řízených zdrojů napětí.

Výrobce [15] uváděná rychlost přeběhu výstupního napětí zesilovače je $10\text{ V}\mu\text{s}^{-1}$. Zesilovač může být napájen napětím až $\pm 45\text{ V}$ a je tak možno, alternativně zvětšením přenosu na 4,096, zvyšovat výstupní napětí zdrojů na teoretických $\pm 40\text{ V}$. Výstupní napětí jednotlivých zdrojů je možno nastavovat v rozsahu $-25,60\text{ V} \div 25,59\text{ V}$. Oba zdroje jsou při měření zapojeny v sérii a výstupní napětí je tak zdvojnásobeno na $-51,20\text{ V} \div 51,18\text{ V}$. Pro posílení výstupního proudu jsou operační zesilovače vybaveny komplementární dvojicí výkonových tranzistorů. Výstupní proud zdrojů pak může být větší než 200 mA. Velikost výstupního proudu je limitována použitými napájecími zdroji. Oba číslicově řízené zdroje napětí jsou též odděleně napájeny ze samostatných galvanicky oddělených napájecích zdrojů.

se stabilizací výstupního napětí. Napájecí napětí pro převodníky je stabilizováno 2 x, neboť přímo na desce převodníků jsou umístěny další třísorkové 15-ti voltové stabilizátory pro obě napájecí větve, jak kladného 78L15[®] [27], tak záporného napětí 79L15[®]. Zdroje pro napájení číslicové části digitálně - analogových převodníků a výstupní části optoelektrických izolačních členů jsou též galvanicky odděleny. Tato část je též napájena stabilizovaným napětím 5 V.

7.3.6 Synchronizační obvod

Významnou součástí měřicího systému je synchronizační obvod. Tento obvod umožňuje spouštění měření jediné hodnoty sondového proudu na základě spouštěcího pulzu, který může být přiváděn z nezávislého generátoru nebo může být odvozen od kmitů nebo nestabilit plazmatu, případně od napájení výboje v Plzním režimu. Blokové schéma synchronizačního obvodu se nachází na obr. 7.3.6.1.



Obr. 7.3.6.1 Blokové schéma synchronizačního obvodu.

Při požadavku rychlých měření a synchronního měření s časovým rozlišením, je synchronizační obvod hardwarově včleněn do systému a nahrazuje softwarové řízení měřicího procesu. Obvod po spuštění procesu automaticky nastavuje napětí na diagnostické sondě. Při měřeních s časovým rozlišením může být aktivována funkce automatického nastavování časového zpoždění postupného vzorkování A/D převodníkem se stanoveným počtem opakování měření ve stejné fázi pro středování [3, 4] naměřených hodnot sondového proudu. Parametry a funkce synchronizačního obvodu se nastavují hardwarově propojkami. Je tak dosaženo zjednodušení zapojení a použití propojek umožňuje spolehlivou činnost všech v procesu zapojených obvodů i při relativně vysokých kmitočtech až 10^7 Hz. Řídící počítač, respektive programové vybavení, je v tomto případě využíváno pouze k nastavování módů dalších použitých modulů, parametrů měření a k nastavení pohotovostního stavu měřicího systému před vlastním spuštěním automatického sběru dat. Tento relativně komplikovaný sekvenční obvod, koordinuje práci karty A/D převodníku a karty paměti dat SRAM. U karty A/D převodníku spouští na dálku, prostřednictvím koaxiálního kabelu, převod v definovaném okamžiku. Data jsou následně zapsána do paměti SRAM. Synchronizační obvod s kartou A/D převodníku a paměti SRAM tak tvoří digitální vzorkovací osciloskop, jenž má navíc velké rozlišení amplitudy signálu a poskytuje kombinace funkcí moderních osciloskopů, jako jsou postupné vzorkování s nastavitelným počtem vzorků měření pro středování, optimální pro sondovou diagnostiku i některé další funkce.

Samostatný blok synchronizačního obvodu, umístěný ve skřínce společně s napájecími zdroji, tvoří trojice propojitelných sekvenčních obvodů, paměť tvarového signálu s budičem sběrnice pro napájení optoelektrických izolačních členů. Dalšími částmi jsou vstupní zesilovače - přesné komparátory. Obvod je vybaven i optoelektricky odděleným vstupem. Ve skříni se synchronizačním obvodem je umístěn i generátor hodinového signálu pro zajištění funkce sekvenčních obvodů a pětimístný čítač/měřič frekvence. Tento měřič frekvence zobrazuje kmitočet vstupního synchronizačního signálu.

Celkem je synchronizační obvod vybaven synchronizačním vstupem se třemi interně přepínatelnými vstupními obvody pro zpracování vstupního synchronizačního signálu. Dalším vstupem je externí vstup hodinového signálu pro nastavování delších časů než $10\ \mu\text{s}$ pro posun po fázi sledovaného kmitu od spouštěcího impulsu při postupném vzorkování a synchronizačním výstupem s volitelnou vzestupnou nebo sestupnou hranou impulsu pro spouštění převodu karty A/D převodníku.

Uvedené vstupy a výstupy jsou vybaveny standardně používanými konektory BNC pro připojení stíněných koaxiálních kabelů. Obvod má též paralelní výstup pro připojení

plochého kabelu se 34 žilami, kterým je přes optoelektrické vazební členy osmi datovými linkami, řízen jeden z číslicově řízených zdrojů napětí. Tímto konektorem prochází též jedna datová linka, přivedená z jádra systému konektorem CINCH, která ovládá relé, které připojuje a odpojuje obvod Langmuirovy sondy nebo dvojice sond. Odpojení nebo připojení sondového obvodu je prováděno na základě příkazu řídicího programu nebo manuálně pomocí přepínače na zadním panelu skříně synchronizačního obvodu. Paralelní datový výstup umožňuje propojkou manuální nastavení výstupního tvarového trojúhelníkového signálu v rozsahu $-25,6 \text{ V} \div 0 \text{ V} \div -25,6 \text{ V}$ nebo $0 \text{ V} \div 25,5 \text{ V} \div 0 \text{ V}$, dle požadavku zkoumaného výboje.

7.3.7 Zdroj stejnosměrného napětí pro čištění sondy

Zdroj stejnosměrného napětí pro čištění sondy slouží po připojení s vhodnou polaritou k obvodu sondy k čištění sondy dopadajícími nabitými částicemi - ionty. Zdroj je umístěn do samostatné plastové skřínky s dvojitou izolací, aby nemusel být použit ochranný vodič, který by mohl vytvářet zemní smyčky. Konstrukce zdroje vychází z požadavků na zdroje čistícího napětí. Zdroj má relativně velký vnitřní odpor, takže se chová jako zdroj proudu. Proud tekoucí obvodem sondy při čištění ionty jsou relativně velmi malé $10^{-6} \text{ A} \div 10^{-4} \text{ A}$. Omezením velikosti proudů ve výše uvedených mezích je též vyřešena i ochrana před nebezpečným dotykem. Napájení zdroje čistícího napětí je též galvanicky odděleno od napájecího síťového rozvodu, a to sériově zapojenými kondenzátory na vstupu izolačního transformátoru. Velikost výstupního „čistícího“ proudu je možno manuálně, jednak stupňovitě přepínačem rozsahu a jednak plynule potenciometrem nastavovat nebo úplně odpojit. K indikaci správné funkce zdroje a informaci o probíhajícím čistícím procesu je použito panelové měřidlo, které může volitelně zobrazovat nastavené napětí do maximální nastavitelné hodnoty 250 V, respektive jeho pokles po připojení sondového obvodu nebo zobrazovat velikost proudu sondovým obvodem až do přibližně 2000 μA .

Výstupní hodnoty napětí, proudu a zbytkového náboje v případě nahodilého nebo trvalého dotyku splňují parametry doporučené normou ČSN 33 - 2000 - 4 - 41 [28].

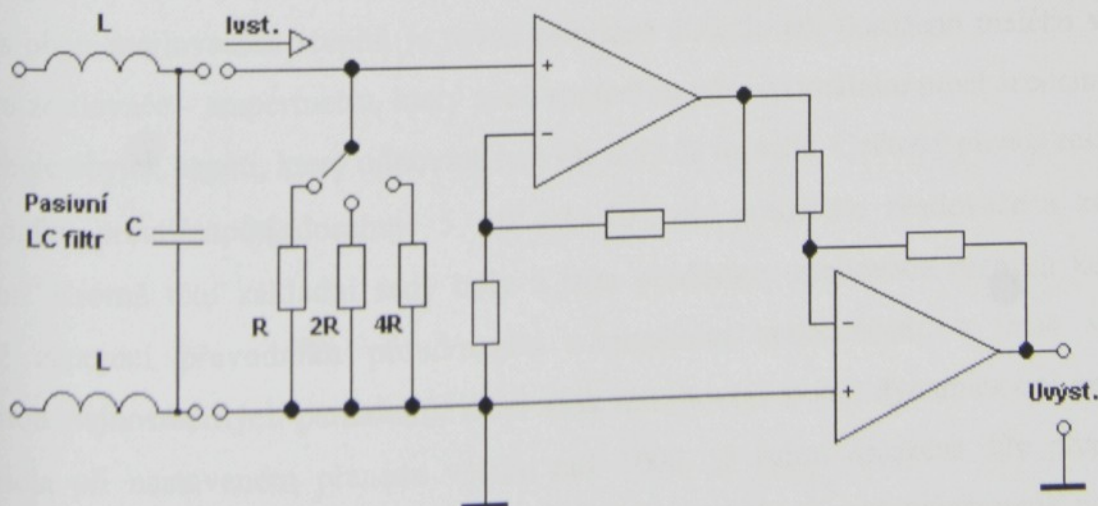
7.3.8 Optoelektrické izolační bloky

Pro galvanické oddělení číslicově řízených zdrojů napětí, které jsou součástí obvodu diagnostické sondy, respektive prostředím výboje, slouží dva identické a vzájemně záměnné optoelektrické izolační bloky. Tyto jsou tvořeny rychlými optoelektrickými oddělovacími

členy 6N137[®] [29] s udávaným koeficientem přenosu (CTR, Coefficient of Transmission) 700 %. Rychlost přenosu dat je 10 MBd (Mega Baud, mega bit za sekundu). Zaručované izolační napětí je 2,5 kV. Tyto členy zabezpečují galvanické oddělení jádra systému od číslicově řízených zdrojů a taktéž galvanické oddělení číslicového řízení jednotlivých zdrojů od sebe. Optoelektrické izolační členy umožňují libovolné, vzájemné sériové propojení obou zdrojů, nezávisle na polaritě jejich výstupního napětí, aniž by došlo k jejich zničení zkratem zemní smyčkou. Z hlediska střídavých signálů omezují optoelektrické oddělovací členy průnik vysokofrekvenčního rušení po digitálních linkách do jádra systému, kde se nacházejí A/D převodníky s citlivými vzorkovacími obvody a následně do ostatních analogových obvodů - zesilovacích stupňů. Oddělení chrání i řídicí osobní počítač před možným zničením průnikem vysokého napětí od zdrojů napájení výboje při možných extrémních režimech práce nebo poruchách.

7.3.9 Vstupní zesilovače, převodníky proud/napětí

Při požadavku na univerzální systém, který by byl bez komplikovaného zásahu s pomocí nástrojů do hardwaru aplikovatelný na většině zařízení, převážně menších výkonů, byla vytvořena sada výměnných zesilovačů, převodníků proud/napětí. Schéma nejčastěji používaného zapojení v sadě převodníků proud/napětí je na obrázku 7.3.9.1 Tato sada umožňuje pokrytí rozsahu sondových proudů od $5 \cdot 10^{-4}$ A do $2 \cdot 10^{-1}$ A, přičemž proudové rozlišení se pohybuje od $244 \cdot 10^{-9}$ A do $97,7 \cdot 10^{-6}$ A.



Obr. 7.3.9.1 Nejčastěji v systému používané zapojení převodníků proud/napětí.

Napájení každého výměnného zesilovače je přivedeno prostřednictvím stíněného kabelu se snadno připojitelným konektorem DIN 5 od zdroje, který současně napájí vstupní část izolačního zesilovače, umístěného společně s aktivním filtrem ve skřínce izolačního zesilovače. Připojení výstupního analogového signálu ze zesilovače, převodníku proud/napětí k izolačnímu modulu je koaxiálním kabelem, zakončeným standardním konektorem BNC. Každý zesilovač, převodník proud/napětí umožňuje manuální nastavení tří proudových rozsahů se ziskem 1x, 2x, 4x základní rozsah zesilovače, takže umožňuje velmi jemné nastavení přenosu s optimálním využitím rozsahu vstupního napětí analogově - digitálního převodníku. Zesilovače jsou standardně konstruovány bez použití jakékoli pasivní filtrace vstupního signálu, zvláště pro měření s vysokými rychlostmi sběru dat tj. většími než $2 \cdot 10^5$ vzorků za sekundu. Při požadavku měření v prostředí s vysokofrekvenčními rušivými signály jsou zesilovače na vstupu vybaveny pasivním LC filtrem, dolní propustí. Tento filtr omezuje průnik, především vysokofrekvenčních signálů do zesilovacího řetězce. Jinak je též možné vstupní filtry odstranit a měřit v reálném čase jednorázové děje s relativně vysokým časovým rozlišením. Jednorázové děje a taktéž rychlá měření by byly pasivními LC filtry zkresleny. Modulární koncepce a propojení modulů standardními konektory umožňuje snadnou výměnu zesilovačů během několika sekund a přizpůsobit tak měření parametrům daného výboje. Relativně jednoduchá koncepce a malé rozměry zesilovačů vychází i z požadavku malé kapacity systému zesilovače, který je připojován přímo k obvodu sondy.

Zesilovače jsou konstruovány převážně jako dvoustupňové viz obr. 7.3.9.1, se dvěma operačními zesilovači. Princip převodu proudu na napětí spočívá v měření úbytku napětí na sériovém rezistoru. Toto napětí je na prvním stupni s přesným nízkošumovým zesilovačem s vysokým ziskem zesíleno přibližně 100 x a dále zesíleno v následujícím stupni. Napěťový přenos obou zesilovacích stupňů je roven přibližně 500. Je tak dosaženo malého vnitřního odporu zesilovače - ampérmetru, který svou spotřebou při maximálním procházejícím proudu způsobuje úbytek napětí, který odpovídá nejvýše 0,02 % rozsahu. Celkový přenos zesilovače - převodníku proud/napětí dosahuje $5 \cdot 10^1 \div 1 \cdot 10^5$, dle použitého zesilovače a zvoleného rozsahu. Kromě této základní sady byly a jsou používány zesilovače různých konstrukcí včetně zapojení převodníku proud/napětí s operačním zesilovačem, s jinak výbornou stabilitou stejnosměrných parametrů, které však nevyhovují svými dynamickými parametry. Zpravidla při nastaveném přenosu větším než 1000, je velmi omezena šíře přenášeného pásma. Zesilovače pak mají dlouhou dobu ustálení až 100 ms, což nevyhovuje pro rychlá měření. Byly aplikovány též zesilovače s přístrojovým zesilovačem na vstupu. Je tak lépe potlačeno souhlasné napětí na vstupu, především nízkofrekvenční rušení.

Při požadavku měření sondových charakteristik metodou dvojice sond a zvláště u měření s prostorovým rozlišením, kde dosahuje sondový proud o dva až tři řády nižších hodnot (mimo svazek plazmatu ještě další řád méně) než u měření Langmuirovou sondou za stejných parametrů výboje, je možno k měřicímu systému připojit jiné moduly zesilovačů s požadovaným vyšším přenosem proud/napětí. Tyto zesilovače s vysokým ziskem již byly vyvinuty v rámci úprav a rozšíření měřicího systému z roku 1996 a aplikovány při sondových měřeních v proudícím mikrovlnném plazmatu generovaném povrchovou vlnou – surfatronem [13, 24, 25].

7.3.10 Izolační zesilovače s aktivními filtry typu dolní propust

Jak již bylo uvedeno, jádro systému je na straně digitálních výstupů, včetně osobního počítače galvanicky odděleno od systému výboje. Taktéž analogová část systému, kterou tvoří vstupní zesilovače - převodníky proud/napětí, které jsou přímou vazbou připojeny na diagnostickou sondu nebo dvojici sond, je galvanicky oddělena od jádra systému. Toto oddělení je provedeno pomocí izolačních zesilovačů. Pečlivé oddělení přes nízkou hodnotu vazební kapacity snižuje ovlivňování sondy kapacitou obvodů připojených za vstupní zesilovací stupně, připojené přímo k sondě. Galvanické oddělení dále snižuje vliv svodových proudů, které mohou významně ovlivnit výsledky měření, zvláště při měřeních metodou dvojice sond. Byly sestaveny dva identické a vzájemně záměnné izolační bloky s oddělenými napájecími zdroji, které slouží též pro napájení připojovaných vstupních zesilovačů - převodníků proud/napětí. Ve společných skříňkách s izolačním bloky jsou integrovány aktivní filtry. Tyto filtry typu dolní propust [30] omezují šíři přenášeného pásma zesilovacím řetězcem.

Pro vlastní galvanické oddělení analogových obvodů je použit monolitický izolační zesilovač s přenosem frekvenční modulací kapacitní vazbou ISO 122 P[®] [15]. Parametry tohoto izolačního zesilovače jsou zaručeny výrobcem:

- vazební kapacita uvedeného izolačního zesilovače je 2 x 2 pF.
- stabilizované napájecí napětí ± 15 V musí být odděleno pro vstup a výstup,
- linearita přenosu při zisku 1 a rozkmitu vstupního a výstupního napětí ± 10 V 0,02 %,
- šíře přenášeného pásma při zaručené linearitě 0,01 % 50 kHz
- efektivní hodnota izolačního napětí 1500 V, špičkově 2500 V
- potlačení průniku střídavého signálu při 60 Hz 140 dB

Přenos signálu izolačním zesilovačem frekvenční modulací, respektive nosná vlna přenášeného signálu způsobuje zvlnění výstupního napětí zesilovače o přibližně ± 10 mV na kmitočtu 250 kHz. Za účelem ptlačení tohoto rušivého signálu a též pro omezení šíře přenášeného pásma byl použit filtr typu dolní propust. Jedná se o zapojení aktivního analogového Butterworthova filtru třetího řádu s operačními zesilovači. Filtr má extrémně plochou přenosovou charakteristikou (do 20 kHz 0,1 dB) dle [30], s mezní frekvencí 44 kHz. V tomto filtru bylo použito běžně dostupných operačních zesilovačů řady TL 071[®], BiFet[®], šíře přenášeného pásma 11 MHz [27]. Pečlivým výběrem součástek, jak párování hodnot pasivních prvků rezistorů a kondenzátorů, tak operačních zesilovačů bylo dosaženo i výborné linearitý přenosu stejnosměrného signálu.

7.4 Komunikační vstupní a výstupní karty do sběrnice ISA a vnitřní sběrnice systému

Vstupní a výstupní karty slouží ke komunikaci mezi měřicím systémem a osobním počítačem. Prostřednictvím těchto karet je uskutečňováno nastavování parametrů a módů jednotlivých částí systému, programově spouštěna konverze analogově - digitálních převodníků, nastavovány hodnoty výstupních napětí číslicově řízených zdrojů, digitálně - analogových převodníků, je prováděno vyčítání digitalizovaných dat, jak přímo platných dat z modulů analogově - digitálních převodníků, tak z paměti dat SRAM a další požadované aktuální funkce. Po zkušenostech s paralelní komunikací měřicích systémů s řídicím počítačem bylo i u tohoto systému použito paralelní sběrnice. Za tím účelem byly vyvinuty adaptéry, zásuvné karty do sběrnice ISA (Industry Standard Architecture) [14], nadále ISA, kterou byly standardně vybaveny osobní počítače řady Personal Computer (PC). Tato sběrnice se postupně stala průmyslovým standardem a je v současnosti nejrozšířenější sběrnici, která je používána v automatizační technice. Jádrem měřicího systému se k řídicímu osobnímu počítači, respektive komunikačním kartám, připojuje dvěma 50-ti žilovými kabely. Jednotlivé žíly kabelů jsou zapojeny tak, že vždy za jedním signálovým vodičem následuje vodič zpětný. Tak je dosaženo částečného stínění plochých vodičů a jednotné impedance jednotlivých signálových linek. Pro komunikaci řídicího počítače s jádrem systému jsou použity dvě zásuvné karty do sběrnice ISA, které jsou zasunuty do prodlouženého přímého konektoru, slotu ISA v osobním počítači. Na zadní panel osobního počítače jsou vyvedeny signálové a zpětné vodiče standardními konektory CENTRONICS 50. Každá karta má svůj vlastní oddělený konektor. Řešení komunikace dvěma oddělenými kartami, jednou pro vstup a druhou pro výstup dat, bylo zvoleno z důvodu konstrukce vlastní paralelní sběrnice. Jedna karta poskytuje celkem 24 datových linek a jeden signálový vodič zápisu nebo čtení.

Oba komunikační adaptéry - karty ISA, tvoří svými datovými a řídicími linkami v jádře měřicího systému zároveň jeho vnitřní sběrnici. Základem konstrukce komunikačních karet do sběrnice ISA je využití dlouhého ISA slotu o 96 kontaktech. Tento přímý konektor umožňuje v systému osobního počítače přenášet data v šíři 16 bitů. Šestnáctibitová datová slova a tím i sběrnice ISA přestala vyhovovat v osobních počítačích hlavně při přenosu obrazové informace do grafických adaptérů a tak v současnosti jsou touto sběrnici vybaveny základní desky osobních počítačů jen na přání zákazníka. Pro řízení méně rozsáhlých automatizovaných procesů a přenos naměřených dat je svou rychlostí přenosu tato sběrnice a širě přenášených dat zcela dostačující. Možnost přenosu 16-ti bitového datového slova umožnila u výše popsaného měřicího systému zvýšit rychlost toku dat až o 50 %, díky zkrácení obslužné vstupní nebo výstupní programové rutiny a vlastní operaci vstupu nebo výstupu na sběrnici ISA.

Vstupní komunikační kartu tvoří trojice osmibitových budičů sběrnice 74245, které oddělují sběrnici počítače (ISA) od připojených vnějších obvodů a jejich činnost je řízena na základě dekodování fyzické adresy adaptéru a signálu pro čtení „/RD“ [14] sběrnice ISA. Dvojice signálově spřažených osmibitových budičů sběrnice tvoří třístavový 16-ti bitový budič sběrnice a tak načítat z periferie, měřicího systému, 16-bitové datové slovo prostřednictvím jediné instrukce programu pro vstup dat. Dekodování adresy a vlastní otevření budičů provádí programovatelný obvod typu PLD (**P**rogrammable **L**ogical **D**evice) GAL (**G**eneric **A**rray **L**ogic). Obvod GAL[®] též zesiluje signál „/WR“ [14] pro čtení dat po sběrnici ISA a tento zesílený a od sběrnice ISA oddělený signál je vyveden jako synchronizační vodič čtení. Zbývající osmice vstupních datových signálů je k dispozici k libovolnému použití, například k detekci vnější události.

Výstupní komunikační kartu tvoří trojice osmibitových střadačů/budičů sběrnice 8282, které oddělují sběrnici počítače (ISA) od připojených vnějších obvodů a jejich činnost je řízena na základě dekodování fyzické adresy adaptéru a signálu pro zápis „/WR“ sběrnice ISA. Dvojice signálově spřažených osmibitových střadačů/budičů sběrnice tvoří třístavový 16-ti bitový střadač/budič sběrnice a tak zapisovat do periferie, měřicího systému, 16-bitové datové slovo prostřednictvím jediné instrukce programu pro výstup dat. Dekodování adresy a vlastní zápis dat do střadačů provádí též programovatelný obvod GAL[®] (**G**eneric **A**rray **L**ogic). Obvod GAL[®] též zesiluje signál „/WR“ pro zápis dat po sběrnici ISA a tento zesílený a od sběrnice ISA oddělený signál je vyveden jako synchronizační vodič zápisu. Signály a od sběrnice ISA oddělený signál je vyveden jako synchronizační vodič zápisu. Signály třetího osmibitového střadače/budiče sběrnice jsou v systému využívány jako adresní. Obě popsané zásuvné karty využívají v systému osobního počítače volného adresního

prostoru, určeného pro prototypové desky tj. v šestnáctkové číselné soustavě se jedná o adresy v rozsahu **300h ÷ 31fh**.

Jak již bylo zmíněno, datové linky vstupní a výstupní komunikační karty ISA tvoří vnitřní sběrnici jádra měřicího systému. Vlastní vnitřní sběrnice jádra systému disponuje, díky konstrukci vstupní a výstupní karty ISA, 16-ti výstupními a 16-ti vstupními datovými linkami, které umožňují zapsat nebo přečíst 16-ti bitové slovo z nebo do modulů jádra systému. Řídící část sběrnice tvoří 8 adresních vodičů, díky nimž je možno adresovat až 256 vstupních nebo výstupních 16-ti bitových modulů. Dva signálové vodiče, jeden vyveden ze vstupní karty a jeden z výstupní karty, slouží nebo mohou sloužit pro synchronní přenos dat nebo spuštění konverze analogově-digitálních převodníků se signálem čtení sběrnice ISA „/RD“ nebo „/WR“ pro zápis. Pro rychlou detekci vnější události je možno použít 8 samostatných datových linek.

Elektrická specifikace sběrnice pro komunikaci s jednotlivými moduly jádra systému vychází z v modulech použitých moderních rychlých obvodů 74HCT245 a 74HCT573 (HCT - CMOS [31]s napětovými úrovněmi logiky TTL) - budičů sběrnice. Logická napětová úroveň je 0 V a 5 V, při proudovém zatížení jedné datové linky až 30 mA. Zpoždění průchodu signálu budiči, (74HCT245) respektive střadači (74HCT573) je přibližně 18 ns. Vnitřní sběrnice jádra systému je svými parametry dostačující pro komunikaci i s nejrychlejšími systémy osobních počítačů a navíc je schopna přenášet dat rychlostí větší než 10 MB/s.

7.5 Programové vybavení měřicího systému

Jak již bylo zmíněno v úvodu této 7. části práce, programové vybavení pro měřicí systémy bylo autorem postupně vyvíjeno a zdokonalováno. Konečné verze měřicích a řídicích programů jsou napsány v jazyce C [32] Byly konány pokusy vytvořit univerzální programový blok, který by funkčně pokryl co největší počet aplikací. Ukázalo se však, že je výhodnější vytvořit programové moduly, které budou sloužit jednotlivým aplikacím a konfiguracím systému dle systému výboje a dle režimu sběru dat. To znamená, že jiný program obsluhuje systém při měření ve stejnosměrném výboji, jiný při měření ve stejnosměrném výboji v pulzním režimu nebo při zkoumání nestabilit stejnosměrného výboje atd. Různé obslužné programové moduly také odpovídají i jiné hardwarové konfiguraci systému. Tímto způsobem bylo usnadněno ovládání jednotlivých programových modulů, protože je redukován nutný počet obsluhou zadávaných vstupních parametrů, které by bylo nutno u univerzálního programu nutno zadávat. Tento systém programů je výhodný i z hlediska operačního systému, protože, velmi zjednodušeně řečeno, programy jsou kratší

a tak je i rychlejší provádění jejich funkcí. Ukázalo se, že v některých speciálních případech bylo výhodné upravit program pro konkrétní aplikaci, například jako u původního systému při měření dvojicí sond v mikrovlnném výboji.

Ovládání zvoleného a spuštěného programového modulu při konkrétní aplikaci je prostřednictvím klíčových kláves dle zobrazeného menu na displeji - monitoru. Toto ovládání se jeví jako nejjednodušší z hlediska délky a komplikovanosti programového kódu a též nejrychlejší. Proces měření předchází nastavení parametrů měřicích módů jádra systému, konstanty přenosu proudu dle použitého vstupního zesilovače, počet měření ke středování a pevné předpětí sondy vůči referenční elektrodě. Dalším údajem může být vložený komentář k jednotlivým měřením. Vlastní proces měření je pak odstartován odpovídající klíčovou klávesou. Systém se nejprve sám otestuje na chyby analogové části, vzniklé teplotními drifty nebo průnikem rušivých signálů. Naměřená odchylka je zaznamenána a jednotlivá měření jsou o tuto odchylku opravena. Probíhající proces měření je signalizován a taktéž jeho ukončení. Po ukončení měření je možná subjektivní vizuální kontrola naměřených dat - jednotlivých sondových charakteristik. Pokud se jeví získaná data jako odpovídající, například pokud nejsou výrazně ovlivněna šumem nebo náhodnými poruchami o velké intenzitě, je možno získaná data před vlastním vyhodnocením zpracovat středováním ze získaného dostatečného počtu měření a opět vizuálně zkontrolovat. Data je pak možno uložit do souboru na disk v plné výši nebo uložit pouze předzpracované středované hodnoty. Uložený soubor má standardní formát textových řetězců ASCII (American Standard Code for Information Interchange), kde jednotlivé sloupce naměřených hodnot jsou odděleny mezerou. Součástí souboru je též protokol, který obsahuje datum, hodinu a minutu, kdy byl soubor uložen. Dalšími údaji jsou zadaná převodní konstanta použitého zesilovače, naměřená odchylka systému, počet měření ke středování a vložený komentář. Uložený soubor je pak možno archivovat nebo postoupit k dalšímu zpracování buď standardními programovými prostředky, jako jsou tabulkové kalkulátory nebo speciálními programy na zpracování a prezentaci výsledků fyzikálních měření. Program dále zobrazuje výše uvedené parametry včetně posledního použitého jména datového souboru a umožňuje používat kompletní sadu rezidentních i tranzientních příkazů operačního systému, pro práci s disky a soubory.

Výše uvedeným způsobem pracuje a je ovládán program který plně řídí proces sběru dat - měření sondových charakteristik. Podobně pracují i programy pro synchronizovaná měření s časovým rozlišením. Nastavení systému a spuštění měření je složitější. Program se v tomto případě přímo neúčastní sběru dat, protože provádění instrukčního cyklu by zvláště při rychlých měřeních bylo příliš časově náročné. Proto tuto funkci přebírá synchronizační

obvod. Obsluha musí programově pouze prostřednictvím zadaných módů nastavit kartu analogově - digitálního převodníku a kartu paměti dat (SRAM). Spuštění procesu měření je výhodné pak provádět manuálně sekvencí nastavovacích tlačítek na modulu statické paměti dat a proces vlastního sběru dat pak spustit tlačítkem na synchronizačním obvodu. Proces sběru dat proběhne automaticky a data zůstanou zapsána uložena ve statické paměti dat. Ve statické paměti dat jsou naměřená data uložena až do následujícího procesu měření, kdy jsou přepsána novými. Odtud je program na základě příkazu obsluhy může postupně vyčítat a zobrazovat k vizuální kontrole nebo vyčíst a předzpracovat středováním [3, 4]. Data mohou být podobně jako v předchozím případě doplněna komentářem, například o fázovém posuvu odběru vzorku a dalšími informacemi a uložena do textových souborů v plné výši nebo středovaná a standardně jsou ukládána do souboru se zaznamenanými parametry měření a výše uvedenými základními údaji měřicího protokolu. **Zdrojový text programu pro měření sondové charakteristiky v kontinuálním režimu je uveden v příloze V.**

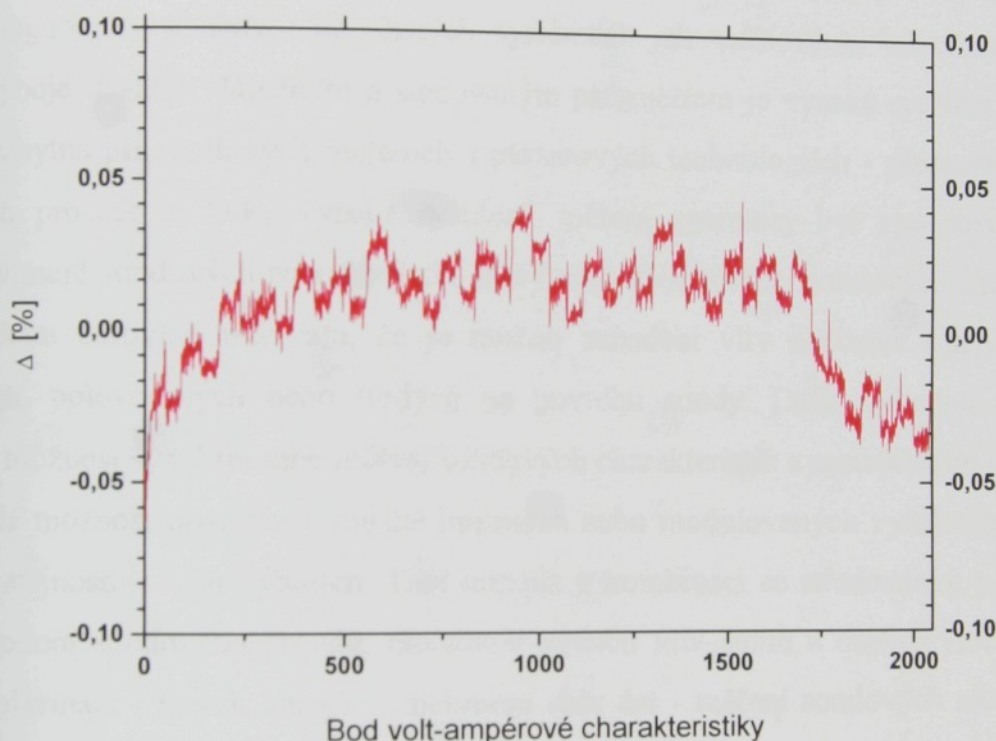
7.6 Dosažené parametry univerzálního systému pro sondovou diagnostiku plazmatu

Výše popsany měřicí systém autorem vyvinutý a realizovaný v letech 2000 ÷ 2002 na základě získaných zkušeností s konstrukcí měřicích přístrojů a přístrojů pro sondovou diagnostiku plazmatu dosahuje těchto parametrů:

- rychlost měření při řízení osobním počítačem (dle použitého PC) $\cong 2,5 \cdot 10^5$ vzorků s^{-1}
- rychlost měření při hardwarovém řízení synchronizačním obvodem $5 \cdot 10^6$ vzorků s^{-1}
- nejmenší nastavitelné časové rozlišení při postupném vzorkování 200 ns
- linearita celého měřicího řetězce $\pm 0,05 \%$
- napěťové rozlišení (nejmenší krok napětí) generátoru tvarového signálu 12,5 mV
- výstupní napětí generátoru a zdroje předpětí sondy $2 \times (25,600 \text{ V} \div 25,588 \text{ V})$
- největší a nejmenší měřitelná hodnota proudu (dle použitého zesilovače)
..... $200 \text{ mA} \div 6 \cdot 10^{-10} \text{ A}$

Výsledek testovacího měření měřicího systému je uvedený na obr. 7.6.1. Na obrázku 7.6.1 je zobrazena absolutní procentuální odchylka 2048 naměřených hodnot proudu volt-ampérové charakteristiky lineárního rezistoru od teoretických hodnot proudu vypočtených z přesného schodovitého napětí generovaného číslicově řízeným zdrojem v rozsahu $-25,60 \text{ V} \div 25,58 \text{ V}$ a známé hodnoty testovacího rezistoru, který nahrazuje obvod Langmuirovy sondy. Rychlost měření je dána výkonností

použitého osobního počítače a v daném případě dosahovala přibližně $1 \cdot 10^5$ vzorků za sekundu. Hodnota rezistoru byla měřena šestiřádovým multimetrem HP 34401A[®] a byla stanovena na 37680Ω . Naměřené volt-ampérové charakteristiky byly pro potlačení pronikajícího rušivého signálu středovány ze 64 naměřených charakteristik. Měřicí systém byl při testovacím měření uspořádán ve shodné konfiguraci pro kontinuální režim měření jako pro měření ve stejnosměrném stabilním výboji.



Obr. 7.6.1 Absolutní odchylky naměřené a teoretické hodnoty proudu volt-ampérové charakteristiky lineárního rezistoru o hodnotě 37680Ω pro 2048 naměřených hodnot proudu (bodů volt-ampérové charakteristiky) v závislosti na generovaném schodovitém napětí v rozsahu $-25,60 \text{ V} \div 25,58 \text{ V}$ s krokem 25 mV ; rychlost měření $1 \cdot 10^5$ vzorků za sekundu. Pro potlačení rušivých signálů jsou hodnoty proudu vypočteny sumačním průměrováním [3, 4] (středováním) ze 64 naměřených volt-ampérových charakteristik.

7.7 Závěr

Jak je uvedeno v cílech práce, bylo hlavním úkolem předkládané habilitační práce přispět ke zdokonalení sondového měření parametrů plazmatu ve specifickém prostředí plazmových technologií. Základem pro objektivní měření sondové diagnostiky plazmatu

v uvedených komplikovaných technologických podmínkách byl vývoj, realizace a úpravy výše popsaných měřicích systémů.

Uvedené systémy se autorovi předkládané práce podařilo realizovat, vybavit potřebným programovým vybavením, oživit a provést testovací měření pro ověření funkce a přesnosti měřicích aparatur. Systémy byly též aplikovány v konkrétních experimentálních měřeních při sondové diagnostice plazmatu viz 3. 4. 5. a 6. část práce.

Realizované měřicí systémy s rezervou splňují výchozí požadavky dle bodů 1. ÷ 4., uvedených v kapitole 7.1, které byly stanoveny před započítím jejich vývoje. Díky modulární koncepci systémů je možná různá hardwarová konfigurace systémů pro konkrétní měření sondové diagnostiky plazmatu na různých systémech jak vakuových, tak různých druhů napájení výboje. Dalším důležitým a sledovaným parametrem je vysoká rychlost sběru dat, která je nezbytná při sondových měřeních v plazmových technologiích - především různých depozičních procesech. Díky vysoké rychlosti měření aparatury byl vypracován postup rychlého snímání sondových charakteristik, který umožňuje měření sondových charakteristik v tak krátkém časovém intervalu, že je možno zanedbat vliv depozice různých vrstev, polymerních, polovodivých nebo tvrdých na povrchu sondy. Další výhodou uvedených systémů je možnost synchronního měření sondových charakteristik s nestabilitami nebo kmity výboje a též možnost pracovat v pulzně buzených nebo modulovaných vysokofrekvenčních a pulzních stejnosměrných výbojích. Tato metoda v kombinaci se středováním naměřených výbojích hodnot sondového proudu, umožňuje potlačit vliv šumů a dalších stochastických procesů v plazmatu i jiných zdrojů. Synchronní sběr dat - měření sondových charakteristik s sebou přináší možnost časového rozlišení a tak možnost zkoumání časových variací rozdělovací funkce. Jako optimální řešení byla autorem zvolena koncepce měřicích systémů, procesuálně oddělených od řídicího osobního počítače řady PC. V případě rychlého měření sondových charakteristik se osobní počítač přímo neúčastní procesu získání dat a měření řídí synchronizační obvod. Tímto způsobem bylo omezeno vyzařování vysokofrekvenčního rušení, jehož zdrojem je osobní počítač. Měřicí systémy mohou být aplikovány díky své konstrukci nejen v sondové diagnostice plazmatu, ale i v jiných experimentálních měřeních a jsou vybaveny moduly, které tato měření umožňují.

Díky modulární konstrukci je možné měřicí systémy také dále rozšířit pro další možné aplikace včetně automatizace fyzikálního experimentu nebo řízení, například technologického procesu.

V následujících tabulkách 7.7.1 a 7.7.2 jsou pro srovnání uvedeny dosahované parametry komerčních měřicích systémů pro sondovou diagnostiku plazmatu a autorem

vyvinutého univerzálního měřicího systému .

Dosažené parametry realizovaných měřicích systémů byly porovnány s komerčními aparaturami pro sondovou diagnostiku plazmatu a to firem Hiden Analytical® a Scientific Systems® [35, 36].

Tabulka 7.7.1

MS	Vzorkování [10^3 s^{-1}]	Rozlišení proudu $J_{\text{pmin}}/J_{\text{pmax}}$	Rozlišení napětí $V_{\text{pmin}}/V_{\text{pmax}}$	Časové Rozlišení
Ad	> 5000 softw. 400	$6 \cdot 10^{-10} \text{ A}$ /200 mA	12,5 mV/ $\pm 25 \text{ V}$ 12,5 mV/ $\pm 25 \text{ V}$	< 200 ns
SS	150	0,1 μA /0,25 mA př. (250 mA)	25 mV/ $\pm 100 \text{ V}$	1 μs
Hi	100	20 mA/1 A	-200 V $\div$ 100 V	< 0,5 μs

Tabulka 7.7.2

MS	Synchronizace s pulzními výboji plasma/ext. [kHz]	Počet hodnot proudu na s. charakteristiku	Paměť dat hodnot proudu	Interval měření 1 charakteristika
Ad	830 (teor. 5000)	128 $\div$ 4096 opt.	32768	256/128 μs teor. 50 μs
SS	1000/18	-	-	-
Hi	100/250	Max. 8000	8000	25 ms

Z uvedených srovnávacích tabulek 7.7.1 a 7.7.2 je zřejmé, že autorem vyvinuté a realizované měřicí systémy jsou srovnatelné s komerčními měřicími systémy a ve sledovaných parametrech, tj. rychlosti sběru dat a časovém rozlišení je dokonce předstihují.

V neposlední řadě jsou sledovaným parametrem pořizovací náklady na speciální měřicí systém, které jsou v porovnání s uvedenými komerčními systémy nesrovnatelně, více než o jeden řád, nižší.

Poděkování

Materiálové zabezpečení realizace měřicích aparatur pro sondovou diagnostiku plazmatu bylo zabezpečeno finančně podporováno v rámci spolupráce Katedry fyziky PF JU, Jeronýmova 10, České Budějovice, KEVF MFF UK, V Holešovičkách 2, Praha a FÚ AV ČR, sekce optiky, Na Slovance 2, za podpory projektů COST 515.50 a GAČR 202/95/1502 a GAČR 202/98/0666, GAČR 202/02/P021, GAČR 202/00/1592, MŠMT ČR - LN00A015 a AVOZ1-010-921 a MSM 124100004.

Literatura 7

- [1] SHIMIZU, K., AMEMIYA, H. High - speed digital measurements of probe characteristics and energy distribution function, Journal of Physics E: Scientific Instruments 9, (1976), p. 943 -946.
- [2] 1st Edge Working Group - Fast Swept Langmuir Probe, Madrid: Asociacion Euroatom Ciemat 1994.
- [3] OPPENHEIM, A., SCHAEFER, R. Discrete - Time Signal Processing, New York: Engelwood Cliffs, Prentice - Hall,1989.
- [4] DAVÍDEK, V. a kol. Prostředky diskrétního zpracování signálů. Praha: Vydavatelství ČVUT, 1994.
- [5] ADÁMEK, P. Sondová diagnostika v časově proměnném plazmatu ve směsích Ar + n-hexan [doktorská disertační práce], Praha: Matematicko - fyzikální fakulta Univerzity Karlovy, 1999.
- [6] ADÁMEK, P. The high - speed Measuring System for the Probe Diagnostics of the plasma. In Proceedings of contribution papers, Physics of Plasmas and Ionized Media, Faculty of Mathematics and Physics, Prague: Charles University, 1994, p. 60 - 65.
- [7] HARRIS SEMICONDUCTOR® Data Book - Data Acquisition Products. FL: USA, 1994.
- [8] ADÁMEK, P. The Probe Diagnostics of the Plasma by the High - Speed Measuring System, in Proceedings of contribution papers, Physics of Plasmas and Ionized Media, Faculty of Mathematics and Physics, Prague: Charles University, Sept. 1995, p. 124 - 127.
- [9] ADÁMEK, P. The high speed Measuring System for the Plasma Diagnostics - Experimental Results. In Proceedings of contribution papers, Physics of Plasmas and Ionized Media, Faculty of Mathematics and Physics, Charles University, Prague: Sept.1996, p. 133-138.

- [10] ADÁMEK, P., KALČÍK, J., ŠÍCHA, M., TICHÝ, M., BIEDERMAN, H., SOUKUP, L., JASTRABÍK, L. Contribution to the Application of the Probe technique for Plasma Monitoring in the Ar and n-Hexane Mixture Plasma during the Polymerization Process, Czechoslovak Journal of Physics vol. 49 (1999) no. 12, p.1685-1701.
- [11] ŠÍCHA, M., TICHÝ, M., ADÁMEK, P., KALČÍK, J., BIEDERMAN, H., SOUKUP, L., JASTRABÍK, L. The Application of Langmuir Probes in the Mixture of Argon and n-Hexane Plasma, in Proc. 14th International Symposium on Plasma Chemistry, Praha: Czech Republic, August, 2-6, 1999, eds. Hrabovský, M., Konrád, M., Kopecký, V. Vol. II, p. 843-848.
- [12] KVASNICA, S., ADÁMEK, P., ŠPATENKA, P. Mapping of the internal plasma parameters of an unbalanced magnetron DC discharge, in 16-th International Symposium on Plasma Chemistry, Taormina: Juni 21-27 2003, Italy. Full – Papers CD file 523, 6 p.
- [13] STRAŇÁK, V., TICHÝ, M., ADÁMEK, P., BLAŽEK, J., KRÍŽ, P. A surfatron plasma source for material processing and biomedical application, in APP Spring Meeting 2003, Bad Honnef: Germany 23.-26.2.2003, p. 129-132.
- [14] ŠNOREK, M.: Standardní rozhraní PC. Praha. GRADA, 1992.
- [15] Texas Instruments® DATA SHEET, <http://www.texasinstruments.com>.
- [16] KÜHN, E., SCHMIED, H. Handbuch Integrierte Schaltkreise. Berlin: 1980.
- [17] Analog Devices® DATA SHEET, <http://www.analog.com>.
- [18] KALČÍK, J. Czechoslovak Journal of Physics 45 (1995) p. 241.
- [19] KAMKE, D., ROSE, H. J., Z. Physik 145, (1956) p. 83.
- [20] CARLSON, R. W., OKUDA, T., OSKAM, H., Studies of the Dynamic Properties of Langmuir Probes I: Measuring Methods, Physica 30, (1964), p. 182 - 192.
- [21] CARLSON, R. W., OKUDA, T., OSKAM, H., Studies of the Dynamic Properties of Langmuir Probes II: Experimental Results, Physica 30, (1964), p. 103.
- [22] CARLSON, R. W., OKUDA, T., OSKAM, H., Studies of the Dynamic Properties of Langmuir Probes III: Discussion of the Results, Physica 30, (1964), p. 375 - 386.
- [23] SMY, P. R., GREIG, J. R. J. Phys. D 1 (1968) 351.
- [24] STRAŇÁK, V., TICHÝ, M., ADÁMEK, P., BLAŽEK, J., KRÍŽ, J., ŠPATENKA, P. Electron temperature, in surfatron-generated plasma-jet in argon measured by double Langmuir probe, in Contribution Papers ICPIG XXVI, Greifswald: Germany, 2003.

- [25] STRAŇÁK, V., TICHÝ, M., ADÁMEK, P., BLAŽEK, J., ŠERÝ, M., ŠPATENKA, P.
Probe measurement of the characteristics of surfatron generated argon plasma, in WDS
03 Proceedings of Contributed Papers, 10. – 13. červen 2003, Praha: Matfyzpress, MFF
UK, 2003,. Part II, Physics of Plasma and Ionized Media, ed. ŠAFRÁNKOVÁ, J.,
p. 407 - 411.
- [26] Intel[®] DATA SHEET, <http://www.intel.com>.
- [27] STMicroelectronic[®] DATA SHEET, <http://www.stm.com>.
- [28] Výtah z normy ČSN EN 33 – 2000 – 4 – 41, Ochrana před úrazem elektrickým
proudem, Praha: ČSNI, 2000.
- [29] Fairchild Semiconductor[®] DATA SHEET, <http://www.fairchildsemiconductor.com>.
- [30] Burr - Brown Corporation[®], Application handbook, AZ: USA, 1995.
- [31] JEDLIČKA, P. Přehled obvodů řady CMOS 4000, díl 2., Praha: BEN - technická
literatura, 1994.
- [32] Borland Co.[®] TURBO C++, - Programmers Guide, 1990.
- [33] Hiden Analytical[®] <http://www.hidenanalytical.com>
- [34] Scientific Systems[®] <http://www.reed-electronics.com>

8 ZÁVĚR

Hlavním cílem předkládané habilitační práce bylo přispět ke zdokonalení sondové diagnostiky plazmatu v systémech využívaných v technologických aplikacích, kde je její provádění komplikované jak z hlediska napájení výboje, tak probíhajícími fyzikálními a fyzikálně chemickými procesy.

Základem pro získání experimentálních dat při sondové diagnostice plazmatu v technologických podmínkách plazmových reaktorů se staly autorem vyvinuté a realizované měřicí aparatury. Tyto měřicí systémy umožnily díky různým konfiguracím ve výše popsáných komplikovaných podmínkách a režimech výboje sondová měření provádět. K získání experimentálních dat přispělo též autorem vytvořené programové vybavení těchto měřicích systémů pro sběr a předzpracování dat, které bylo přizpůsobeno konkrétním požadavkům jednotlivých experimentů.

Měřicí systémy pro sondovou diagnostiku plazmatu byly následně aplikovány při sondové diagnostice plazmatu v plazmochemických reaktorech v různých typech napájení a režimech výboje v technologických procesech. Provedená sondová měření pomocí výše zmíněných autorem vyvinutých měřicích systémů pro sondovou diagnostiku plazmatu poskytovala kvalitní data pro jejich následné správné vyhodnocení a následné získání informace o parametrech zkoumaného technologického plazmatu.

Vlastní sondová diagnostika byla aplikována v podmínkách depozičních procesů v prostředí *in situ* technologických plazmových reaktorů s různou pracovní náplní – depozice tvrdých vrstev Ti v argonu, depozice polymerních vrstev s velkým odporem ve směsi argonu a uhlovodíku n-hexanu, depozice polovodivých krystalických vrstev ZnO ve směsi argonu a kyslíku. Deponované vrstvy v jednotlivých experimentech se vyznačovaly různými fyzikálními vlastnostmi a komplikovaly specifickým způsobem měření sondových charakteristik. Taktéž napájení výboje a pracovní režim napájecích zdrojů výboje a jevy vznikající ve výboji – nestability výboje i nežádoucí rušivé signály jiného původu komplikovaly sondová měření.

Shrnutí aplikací měřicích systémů pro sondovou diagnostiku plazmatu a získaných experimentálních výsledků je uvedeno následně.

8.1 Vyvinuté měřicí systémy a jejich aplikace v sondové diagnostice plazmatu

Jak je uvedeno v cílech práce, bylo hlavním úkolem předkládané habilitační práce přispět ke zdokonalení sondového měření parametrů plazmatu ve specifickém prostředí plazmových technologií. Pro zdokonalení sondové diagnostiky byl výchozím požadavkem

vývoj, realizace a úpravy výše popsaných měřicích systémů [1, 2, 3, 4].

Uvedené systémy se autorovi předkládané práce podařilo realizovat, vytvořit odpovídající programové vybavení – příloha V., oživit a provést testovací měření pro ověření funkce a přesnosti měřicích aparatur. Systémy byly též aplikovány v konkrétních experimentálních měřeních při sondové diagnostice plazmatu viz 3. 4. 5. a 6. část práce.

Realizované měřicí systémy s rezervou splňují výchozí požadavky dle bodů 1. ÷ 4. uvedených v kapitole 7.1, které byly stanoveny před započítím jejich vývoje a jsou srovnatelné s komerčními měřicími systémy. Díky modulární koncepci systémů je možná různá hardwarová konfigurace systémů pro konkrétní měření sondové diagnostiky plazmatu na různých systémech jak vakuových, tak různých druhů napájení výboje. Dalším důležitým parametrem je vysoká rychlost sběru dat, která je nezbytná při sondových měřeních v plazmových technologiích - především různých depozičních procesech. Díky vysoké rychlosti měření aparatury byl vypracován postup rychlého snímání sondových charakteristik, který umožňuje měření sondových charakteristik v tak krátkém časovém intervalu, že je možno zanedbat vliv depozice různých vrstev, polymerních, polovodivých nebo tvrdých na povrchu sondy. Další výhodou uvedených systémů je možnost synchronního měření sondových charakteristik s nestabilitami nebo kmity výboje a též možnost pracovat v pulzně buzených nebo modulovaných vysokofrekvenčních a pulzních stejnosměrných výbojích. Tato metoda v kombinaci se středováním naměřených výbojích hodnot sondového proudu, umožňuje potlačit vliv šumů a dalších stochastických procesů v plazmatu i jiných zdrojů. Synchronní sběr dat - měření sondových charakteristik s sebou přináší možnost časového rozlišení a tak možnost zkoumání časových variací rozdělovací funkce. Jako optimální řešení byla autorem zvolena koncepce měřicích systémů, která umožňuje sběr dat odděleně od řídicího osobního počítače. V případě rychlého měření sondových charakteristik se osobní počítač přímo neúčastní procesu získání dat a měření řídí synchronizační obvod. Tímto způsobem bylo omezeno vyzařování vysokofrekvenčního rušení, jehož zdrojem je osobní počítač. Měřicí systémy mohou být aplikovány díky své konstrukci i v jiných experimentálních měřeních a jsou vybaveny moduly, které tato měření umožňují. Díky modulární konstrukci je možné systémy dále rozšířit pro další možné aplikace včetně automatizace fyzikálního experimentu nebo jiného, například technologického procesu. Měřicí systémy a programové vybavení tak umožňují jako celek volbu nebo vypracování specifické metodiky měření vycházející z podmínek konkrétního experimentu. Závěrečnou částí ke splnění hlavního cíle práce byla aplikace vyvinutých

měřicích systémů na různých druzích napájení a režimech výboje v podmínkách plazmových technologií. V následujících kapitolách je uvedeno shrnutí výsledků sondových měření v podmínkách *in situ*.

8.2 Sondová diagnostika plazmatu v magnetronovém reaktoru ve stabilním stejnosměrném výboji při depozici tvrdých vrstev

Sondová diagnostika plazmatu v magnetronovém reaktoru s nevyváženým magnetickým polem ve stabilním stejnosměrném výboji při depozici tvrdých vrstev s prostorovým rozlišením bylo prováděno *in situ* v podmínkách depozice vrstev Ti. Měřicí aparatura [4] pro sondovou diagnostiku plazmatu byla sestavena v základní konfiguraci pro měření v kontinuálním režimu ve stabilním stejnosměrném výboji. Programové vybavení pro sběr a předzpracování dat bylo upraveno pro potlačení rušivých signálů výboje i jiných zdrojů. **Aparatura vybavená uvedeným programovým vybavením umožnila sběr velkého množství dat nutného pro získání jemného prostorového rozlišení parametrů zkoumaného výboje v relativně krátkém čase [5].**

Výsledky sondových měření v magnetronovém reaktoru s nevyváženým magnetickým polem s prostorovým rozlišením ukazují, že potenciál plazmatu V_s v prvním souboru měření se při tlaku $p = 0,5 \text{ Pa}$, průtoku argonu $Q_{Ar} = 3 \cdot 1,69 \cdot 10^{-3} \text{ Pa m}^3 \text{ s}^{-1}$, $I_v = 0,4 \text{ A}$, $P = 130 \text{ W}$ v prostoru pod magnetronem mění v rozmezí $17 \text{ V} \div 0 \text{ V}$, koncentrace elektronů n_e pod magnetronem roste a klesá symetricky podle osy magnetronu v rozpětí $10^{15} \div 10^{17}$. Hodnota střední energie elektronů E_{st} dosahuje až 10 eV .

V druhém souboru měření při: $p = 2,5 \text{ Pa}$, $Q_{Ar} = 10 \cdot 1,69 \cdot 10^{-3} \text{ Pa m}^3 \text{ s}^{-1}$, $I_v = 0,4 \text{ A}$, $P = 106 \text{ W}$ se hodnota potenciálu plazmatu V_s pohybuje v rozmezí $-6 \text{ V} \div 2 \text{ V}$, koncentrace elektronů n_e a její prostorové rozložení je řádově srovnatelné s prvním souborem měření. Střední hodnota energie elektronů E_{st} se v druhém souboru měření při vyšším tlaku $p = 2,5 \text{ Pa}$ pohybuje v rozmezí $2 \text{ eV} \div 4 \text{ eV}$.

Jak bylo uvedeno, hodnoty koncentrace elektronů n_e se ve zkoumaném prostoru výboje pod magnetronem liší až o tři řády. V uvedeném prostoru byly naměřeny též rozdílné hodnoty potenciálu plazmatu V_s v rozpětí až 20 V a též se mění elektronová rozdělovací funkce EEDF (Electron Energy Distribution Function). Z výše uvedených výsledků experimentů vyplývá, že je nezbytné při studiu parametrů plazmatu

v plazmochemických reaktorech magnetronového typu provádět detailní měření s prostorovým rozlišením.

Získané kvantitativní hodnoty parametrů plazmatu s jemným prostorovým rozlišením v plazmochemickém reaktoru s nevyváženým magnetickým polem poslouží ke zdokonalení modelování procesů metodou PIC/MCC (Particle In Cell/ Monte Carlo Collision). Výsledným efektem sondové diagnostiky plazmatu s jemným prostorovým rozlišením je přínosem k lepšímu porozumění procesům v magnetronovém reaktoru, optimální umístění substrátu a následné zdokonalení technologických aplikací depozice vrstev Ti [5] - příloha I.

8.3 Sondová diagnostika v polymerním plazmatu v nestabilním stejnosměrném výboji

Pro měření sondových charakteristik v nestabilním výboji s časovým rozlišením bylo nutno za tím účelem vyvinout speciální měřicí aparaturu včetně řídicího programového vybavení [1, 2, 3]. Vyvinutou aparaturu bylo nutno otestovat, jednak z hlediska přesnosti a též z hlediska její funkčnosti při aplikaci v sondové diagnostice plazmatu, což bylo provedeno v rámci autorovy disertační práce [6]. Pro měření v nestabilním stejnosměrném výboji byla měřicí aparatura uspořádána v konfiguraci, která umožnila měření sondových charakteristik synchronně s nestabilitami výboje s časovým rozlišením. **Aparatura poskytla při sondové diagnostice v časově nestabilním polymerním plazmatu data, která nebylo možno získat klasickým měřením Langmuirovou sondou a přispěla tak ke zdokonalení procesu sběru dat v komplikovaných podmínkách depozice polymerních vrstev.**

Při aplikaci sondové diagnostiky v polymerním plazmatu ve směsích Ar a uhlovodík n-hexan byly dosaženy tyto výsledky: Opakovaně provedeným ověřovacím měřením byla potvrzena účinnost čištění sondy jejím ohřevem na dostačující teplotu tj. $220\text{ }^{\circ}\text{C} \div 250\text{ }^{\circ}\text{C}$. **Důležitým výsledkem bylo ověření spolehlivosti aplikace rychlých sondových měření při sondové diagnostice v polymerním plazmatu, která umožňují získání nezkreslených dat, aniž by během intervalu měření v čase řádově jednotek sekund docházelo k významnému ovlivnění a deformaci sondových charakteristik deponovanou polymerní vrstvou na sondě [6].**

Z výsledků srovnávacích měření v magnetronovém reaktoru vyplynulo, že hodnoty střední energie elektronů E_{s6} ve směsi Ar + 20 % n-hexanu byly o 1 řád nižší než v reaktoru ve výboji v argonu bez příměsi uhlovodíku. Toto potvrzuje i tvar naměřených sondových charakteristik viz tabulka 4.1 a obrázek 4.4.1 ve čtvrté části práce. Vypočtené hodnoty koncentrace elektronů n_e jsou naopak nižší v argonu bez příměsi než v polymerní směsi

Ar + 20 % n - hexanu, což ukazuje na vliv příměsi na probíhající procesy v polymerním plazmatu. Vyšší koncentrace elektronů naměřená ve směsi Ar + 20 % n - hexanu zřejmě souvisí se závislostí koeficientu ambipolární difúze na teplotě elektronů – při nižší teplotě elektronů je radiální difúze pomalejší.

Z výsledků sondových měření v časově proměnném polymerním plazmatu v reaktoru magnetronového typu vyplývá, že v plazmatu se vyskytují nejméně dvě energetické grupy elektronů, které vykazují vývoj v čase při fázovém posuvu po kmitu - nestabilitě plazmatu viz obrázky 4.4.1, 4.4.2, 4.4.3. Dochází zde k časovým změnám jak koncentrace n_e , tak střední energie elektronů E_{st} [6, 7], [8] – příloha II.

Uvedený vývoj energetických grup, respektive změny v zastoupení nabitých částic různých energií způsobené nestabilitami plazmatu může mít významný vliv na průběh depozičního procesu a následně kvalitu deponovaných polymerních vrstev, proto vyžadují provádění dalších měření, která budou zaměřena na objasnění uvedených jevů.

Popsané zdokonalení sondové diagnostiky *in situ* s časovým rozlišením přispěje k hlubšímu náhledu na složité procesy, které probíhají v polymerním plazmatu a poskytne možnosti k získání detailních informací vedoucích ke zdokonalení a reprodukovatelnosti technologie depozice polymerních vrstev.

8.4 Sondová diagnostika plazmatu v tryskovém systému „plasma jet“ v podmínkách depozice vrstev ZnO ve stejnosměrném a vysokofrekvenčním výboji

Sondová diagnostika v tryskovém systému s dutou katodou „plasma jet“ byla prováděna v podmínkách *in situ* depozice tenkých vrstev ZnO ve stejnosměrném a vysokofrekvenčním výboji [9, 10].

Vlastní sondová měření ve stejnosměrném a vysokofrekvenčním výboji byla prováděna vyvinutou měřicí aparaturou konfigurovanou dle použitého napájení výboje, včetně programového vybavení upraveného pro daný typ výboje a režimu sběru dat.

Ve stejnosměrném výboji byl měřicí systém uspořádán pro sondová měření v základní konfiguraci pro sondová měření ve stabilním stejnosměrném výboji v kontinuálním režimu, tj. bez použití synchronizačního obvodu, podobně jako měřicí aparatura, která byla aplikována ve 3. části práce při sondových měřeních ve stejnosměrném výboji v reaktoru magnetronového typu při depozici vrstev Ti a v 6. části práce při měření v mikrovlnném plazmatu, generovaného povrchovou vlnou - surfatronem.

Pro měření ve vysokofrekvenčním výboji byla měřicí aparatura uspořádána

v konfiguraci, která umožnila měření sondových charakteristik v modulovaném vysokofrekvenčním výboji. Vzorek sondového proudu byl odebírán synchronně s modulačním signálem 100 Hz, který generoval vysokofrekvenční napájecí zdroj výboje. Jak je uvedeno výše v kapitolách 5.1, 5.2, 5.4. a 5.5, bylo při potlačování různých složek rušivých signálů použito kombinace v uvedených kapitolách práce popsané několikastupňové filtrace a předzpracování signálu. Pro potlačení nízkofrekvenční modulační složky vysokofrekvenčního signálu sondového proudu byl do měřicího systému zapojen synchronizační obvod, který řídil spolupráci jednotlivých částí systému při sběru dat v uvedeném typu výboje v režimu postupného vzorkování.

Uvedený měřicí systém umožnil i v komplikovaných podmínkách *in situ* depozičního procesu polovodivých vrstev ZnO ve stejnosměrném a modulovaném vysokofrekvenčním výboji v plazmochemickém reaktoru vybaveném systémem trysky „plasma jet“ získat kvalitní experimentální data.

Jak vyplývá z výsledků experimentů, stejnosměrný a vysokofrekvenční výboj se odlišují v rozdělovací funkci. Ve vysokofrekvenčním výboji byla v rozdělovací funkci zastoupena jedna Maxwelllovská grupa elektronů o teplotě T_{evf} přibližně 2,5 eV a koncentrace n_{evf} dosahovala přibližně až 10^{16} m^{-3} . Ve stejnosměrném výboji se objevovaly, kromě případu průtoku $Q_{O_2} = 5 \cdot 1,69 \cdot 10^{-3} \text{ Pa m}^3 \text{ s}^{-1}$, dvě grupy elektronů („bi-Maxwelllovská“ rozdělovací funkce) s nižší a vyšší teplotou. Teplota elektronů s vyšší energií T_{eh} dosahovala až 4 eV a teplota elektronů s nižší energií se pohybovala kolem 0,5 eV, přičemž zastoupení nízkoenergetických elektronů představovalo až 80 % celkové koncentrace elektronů n_{et} , která řádově dosahovala 10^{15} m^{-3} . Je zřejmé, že se koncentrace elektronů při stejnosměrném a vysokofrekvenčním napájení významně liší – při vysokofrekvenčním napájení výboje dosahuje koncentrace elektronů o řád vyšší hodnoty než při stejnosměrném napájení výboje [10] - příloha III.

Kvalita deponovaných vrstev ZnO byla ověřena analýzou povrchu elektronovou mikrosondou, rentgenové XRD difrakcí a piezoelektrickým zkouškám GI.

8.5 Sondová diagnostika plazmatu v mikrovlnném výboji generovaném povrchovou

vlnou – surfatronu

Sondová měření v mikrovlnném výboji generovaném povrchovou vlnou byla provedena aparaturou konfigurovanou pro měření v kontinuálním režimu ve stabilním výboji, viz kapitoly 7.2.1 až 7.2.3. Aparatura byla účelově rozšířena o zesilovače -

převodníky proud napětí, I/U s vysokým ziskem, které umožnily měření proudů menších než 10^{-6} A s rozlišením až $6 \cdot 10^{-10}$ A u metody dvojice sond. Pro dané měření byla aparatura též vybavena programy pro sběr a předzpracování dat modifikovanými pro metodu měření dvojicí sond a vyšší úroveň pronikajících rušivých signálů. Při sondové diagnostice plazmatu mikrovlnného výboje bylo nutno programově přizpůsobit rychlost sběru dat omezené rychlosti odezvy vrstvy prostorového náboje v okolí sondy ve zkoumaném výboji, jak pro měření Langmuirovou sondou, tak pro měření metodou dvojice sond. **Aparatura tak umožnila sondová měření v mikrovlnném plazmatu s prostorovým rozlišením díky vysokému zisku použitých zesilovačů i přes relativně vysokou úroveň pronikajících rušivých signálů.**

V úvodní části experimentů byla určena teplota elektronů a jejich koncentrace za uvedených podmínek v pracovním plynu argonu: $p = 4$ kPa, $Q_{Ar} = 600 \cdot 1,69 \cdot 10^{-3}$ Pa m³ s⁻¹, $P = 17$ W. Teploty elektronů T_e , které byly získány z měření metodou Langmuirovy sondy 0,9 eV a metodou dvojice sond 1 eV vykazují velmi dobrou shodu. Koncentrace elektronů n_e při měření Langmuirovou sondou byla stanovena na $2 \cdot 10^{15}$ m⁻³ - příloha IV. [11].

Při měřeních s prostorovým rozlišením parametrů plazmatu byly metodou dvojice sond nejprve proměřeny závislosti rozložení elektronové teploty na radiální vzdálenosti sond od osy trubice surfatronu. Měření byla provedena pro několik hodnot axiální vzdálenosti sond od výstupu trubice surfatronu, a to 4 mm, 10 mm a 22 mm [12] - příloha IV. Z experimentálních výsledků je zřejmé, že hodnoty elektronové teploty vykazují dvě maxima, přibližně symetricky vzdálená od osy trubice surfatronu, což odpovídá osové symetrii povrchové vlny surfatronu. Toto rozložení elektronových teplot určených z našeho experimentálního měření též odpovídá spektroskopickým měřením, která byla prováděna emisní spektroskopií na vlnové délce 549,6 nm, která odpovídá Ar I. S rostoucí axiální vzdáleností od výstupu trysky, trubice surfatronu se rozložení elektronových teplot stává plošším. Ve vzdálenosti 22 mm od výstupu trysky surfatronu už nejsou výrazně patrná maxima elektronových teplot a s rostoucí vzdáleností postupně klesá střední hodnota elektronové teploty.

Při měřeních s prostorovým rozlišením parametrů plazmatu u kterých byl dalším parametrem výkon mikrovlnného generátoru, byly opět proměřeny závislosti elektronové teploty na vzdálenosti od výstupu trubice surfatronu a jako další část experimentu proběhla měření radiálního rozdělení teploty elektronů v závislosti na tlaku pracovního plynu. Z výsledků experimentů s prostorovým rozlišením parametrů plazmatu vyplývá, že radiální

rozložení teploty elektronů přímo závisí na tlaku v nádobě viz publikace [13] v příloze IV.

Během realizace předkládané práce probíhaly další experimentální měření sondové diagnostiky plazmatu v technologickém prostředí plazmových reaktorů v pulzních režimech napájení výboje. Jelikož experimentální výsledky nebyly dosud publikovány nebyly ani zahrnuty do předkládané práce.

V následujícím seznamu literatury jsou uvedeny publikace, jejichž výstupem jsou experimentální výsledky uvedené v předložené práci.

Literatura 8

- [1] ADÁMEK, P. The high - speed Measuring System for the Probe Diagnostics of the plasma. In Proceedings of contribution papers, Physics of Plasmas and Ionized Media, Faculty of Mathematics and Physics, Prague: Charles University, 1994, p. 60 - 65.
- [2] ADÁMEK, P. The Probe Diagnostics of the Plasma by the High - Speed Measuring System, in Proceedings of contribution papers, Physics of Plasmas and Ionized Media, Faculty of Mathematics and Physics, Prague: Charles University, Sept. 1995, p. 124 – 127.
- [3] ADÁMEK, P. The high speed Measuring System for the Plasma Diagnostics – Experimental Results. In Proceedings of contribution papers, Physics of Plasmas and Ionized Media, Faculty of Mathematics and Physics, Charles University, Prague: Sept. 1996, p. 133-138.
- [4] ADÁMEK, P. Measuring System for the Langmuir Probe Diagnostics of the Plasma., in Sb. sv. I, CO-MAT-TECH 2001, vydala STU Bratislava - MTF Trnava, Trnava 2001, p. 11 -16.
- [5] KVASNICA, S., ADÁMEK, P., ŠPATENKA, P. Mapping of the internal plasma parameters of an unbalanced magnetron DC discharge, in 16-th International Symposium on Plasma Chemistry, Juni 21-27 2003, Italy., Taormina: Full – Papers CD file no. 523, 6 p.
- [6] ADÁMEK, P. Sondová diagnostika v časově proměnném plazmatu ve směsích Ar + n-hexan [doktorská disertační práce], Praha: Matematicko - fyzikální fakulta Univerzity Karlovy, 1999.

- [7] ADÁMEK, P., KALČÍK, J., ŠÍCHA, M., TICHÝ, M., BIEDERMAN, H., SOUKUP, L., JASTRABÍK, L.: Contribution to the Application of the Probe technique for Plasma Monitoring in the Ar and n-Hexane Mixture Plasma during the Polymerization Process, Czechoslovak Journal of Physics Vol. 49 (1999) No. 12 p.1685-1701.
- [8] ŠÍCHA, M., TICHÝ, M., ADÁMEK, P., KALČÍK, J., BIEDERMAN, H., SOUKUP, L., JASTRABÍK, L. The Application of Langmuir Probes in the Mixture of Argon and n-Hexane Plasma, in Proc. 14th International Symposium on Plasma Chemistry, Praha: (Czech Republic), August, 2-6, 1999, eds. HRABOVSKÝ, M., KONRÁD, M., KOPECKÝ, V., vol. II, p. 843-848.
- [9] ČADA, M., HUBIČKA, Z., ADÁMEK, P., PTÁČEK, P., ŠÍCHOVÁ, H., ŠÍCHA, M., JASTRABÍK, L., SOUKUP, L.: Investigation of RF and DC Plasma – Jet System during Deposition of Highly Oriented ZnO Films. 8-th International Conference on Plasma Surface Engineering. September 9-13, 2002 Garmisch - Partenkirchen, Germany. Poster.
- [10] ČADA, M., HUBIČKA, Z., ADÁMEK, P., PTÁČEK, P., ŠÍCHOVÁ, H., ŠÍCHA, M., JASTRABÍK, L., SOUKUP, L. Investigation of RF and DC plasma – jet system during deposition of highly oriented ZnO Films, in Surface and Coatings Technology 174-175 (2003), p. 627-631.
- [11] STRAŇÁK, V., TICHÝ, M., ADÁMEK, P., BLAŽEK, J., KŘÍŽ, P. A surfatron plasma source for material processing and biomedical application, in APP Spring Meeting 2003, Bad Honnef, Germany 23.-26.2.2003, p. 129-132.
- [12] STRAŇÁK, V., TICHÝ, M., ADÁMEK, P., BLAŽEK, J., KŘÍŽ, J., ŠPATENKA, P. Electron temperature in surfatron-generated plasma-jet in argon measured by double Langmuir probe, in Contribution Papers ICPIG XXVI, Greifswald, Germany, 2003.
- [13] STRAŇÁK, V., TICHÝ, M., ADÁMEK, P., BLAŽEK, J., ŠERÝ, M., ŠPATENKA, P. Probe measurement of the characteristics of surfatron generated argon plasma, in WDS 03 Proceedings of Contributed Papers. Praha, 10. – 13. červen 2003. Part II, Physics of Plasma and Ionized Media. (ed. Šafránková, J.), s. 407 – 411. Matfyzpress, MFF UK, Praha, 2003.

Mapping of the internal plasma parameters of an unbalanced magnetron DC discharge

S. KOSIČKA^{1,2}, E. ALEŠ³, J. ŠTĚPÁNEK⁴

¹ Institute of Industrial Electronics and Automation, Faculty of Electrical Engineering, Czechoslovak Academy of Sciences, Prague, Czech Republic

² Institute of Plasma Physics, Czechoslovak Academy of Sciences, Prague, Czech Republic

³ Department of Physics, University of J. E. Purkyně, Brno, Czech Republic

⁴ Department of Material Engineering, Technical University of Brno, Czech Republic

Plasma diagnostics using thin cold cathodes (TCC) has been performed in a DC plasma of a magnetron discharge in argon at 0.5 and 1.0 Torr. The internal plasma parameters in the cathode fall and sheath potential have been measured. The internal characteristics and the spatial distribution of the probe characteristics in the cathode fall as well as the spatial distribution of the probe characteristics in the cathode fall have been measured. The results of the measurements are presented.

Příloha I

Mapping of the internal plasma parameters of an unbalanced magnetron DC discharge.

Mapping of the internal plasma parameters of an unbalanced magnetron DC discharge

S. Kvasnica^{1,2}, P. Adámek³, P. Špatenka^{3,4}

¹*Institute of Industrial Electronics and Material Science, TU-Vienna, Austria*

²*Boltzmann Institute of Biomedical Microtechnology, Vienna, Austria*

³*Department of Physics, University of South Bohemia, Czech Republic*

⁴*Department of Material Engineering, Technical University of Liberec, Czech Republic*

Abstract

Langmuir probe diagnostics using thin cold cylindrical probe has been performed in r - z plane of a DC unbalanced magnetron discharge in argon at 0.5 and 2.5 Pa. Important plasma parameters as the electron density, plasma and floating potential have been extracted from the measured characteristics and its second derivative. We present typical probe characteristics at selected locations of the discharge as well as complete spatial distributions of extracted plasma parameters. Comparison with results of recent PIC/MCC simulation is discussed.

1. Introduction

Unbalanced magnetron [5] is an interesting tool for deposition of new materials under increased ion bombardment. In contrast to the conventional balanced magnetron characterized with good magnetic confinement of plasma resulting in negligible charged particle fluxes to the substrate, in case of unbalanced magnetron the unbalanced magnetic fluxes of the inner and outer magnetic poles ('leaky' magnetic circuit) lead to increased ion/electron bombardment of the growing film. Recently spatial discharge structure and electron transport processes in such magnetron configuration has been the subject of study in Ref. [1–4]. First qualitatively correct results were also obtained with PIC/MCC model in [6]. Aim of this work is to present a comprehensive set of plasma parameters measured by the Langmuir probe technique to verify the simulation results. The obtained data will also be loaded to achieve faster the steady state of the simulation.

2. Experimental

The experiments were carried out in 20 l viton-sealed cylindrical vacuum chamber pumped out by turbomolecular pump and rotary vane pump with base pressure 5×10^{-4} Pa. The working gas (Ar) was introduced through a mass flow controller. Pressure was adjusted by a throttle valve installed between the chamber and the turbomolecular pump. Magnetron of unbalanced type with $\varnothing 80$ mm polycrystalline Ti target (99.6% purity) cathode was installed in up-side-down position (Fig. 1). Detailed description of the magnetron geometry and the FEM model of the magnetic field along with the PIC/MCC plasma simulation results were discussed elsewhere [6].

Probe tip was made from tungsten wire of 50 μ m diameter inserted in copper and glass capillaries. The outer glass capillary was about 2.5 mm longer than the inner copper capillary as shown in Fig. 1. Active part of the wire was 5 mm long. This construction avoids shortening of the probe tip with the grounded probe holder due to deposition of the conductive layer. However, the measured plasma densities can be still affected by probe area growth due to the deposition. Thus quick measurement and replacement of probe tips was important especially during measurements in the vicinity of the target. Other plasma parameters (V_{pl} , V_{fl} , T_{eff}) are not affected. Probe positioning was achieved by rotation and axial movement of the probe holder in the feedthrough as depicted in Fig. 1, where also the coordinate system is defined. In this configuration the probe tip is always perpendicular to the magnetic field lines as follows from the symmetry. Such arrangement minimizes the effect of magnetic field on the space-charge deformation around the probe. Further, the lower limit of the Larmor radius $r_L = 80 \mu$ m estimated at 1 eV and maximum magnetic field near the target 40 mT is still larger than the probe diameter. Langmuir probe measurements in magnetron discharges can be additionally affected by significant $\mathbf{E} \times \mathbf{B}$ drift which shifts the EEDF [7]. This effect is also minimized in used configuration since the probe tip is (anti)parallel with drift within the limit of 15° . Due to the cylindrical symmetry of the magnetron

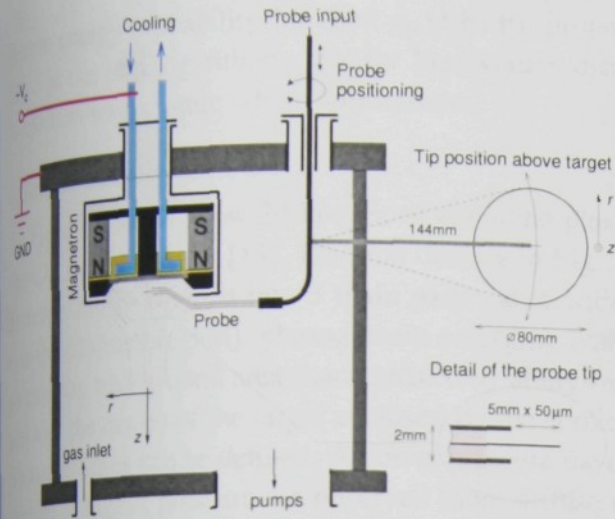


Fig. 1: Schematic diagram of the experimental set-up showing the orientation of the probe with respect to magnetron during the positioning and detail of the probe tip.

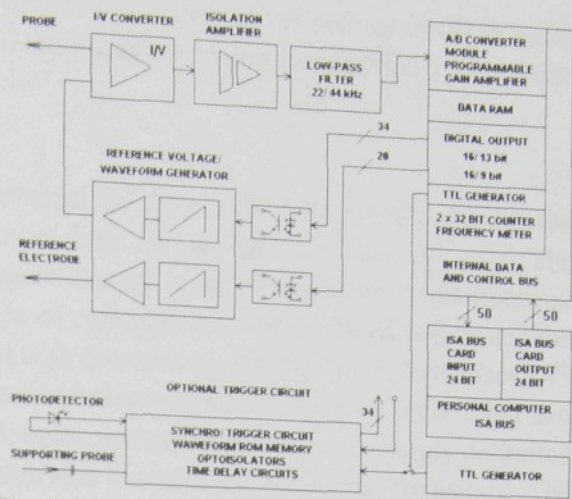


Fig. 2: Block diagram of the probe electronics

discharge measurements of the area $(0, 60) \times (4, 52)$ mm in the r - z plane would be sufficient to perform volume resolved measurements but for sake of higher confidence this area was extended to $(-60, 60) \times (4, 52)$ mm. The positioning resolution in r and z coordinates was typically 5 mm. In regions with higher gradients the resolution of z coordinate was enhanced to 2 mm.

The block diagram of the measurement electronics is shown in Fig. 2 [8]. The offset voltage was set by a 8-bit D/A converter. The probe voltage span of 50 V was swept in 1024 steps over at 20 kHz by the second 12-bit D/A converter. 400 measurements were sampled by 12-bit A/D converter and averaged for each characteristic. In very low plasma density areas outside of the plasma beam and the confined region the resolution of the probe electronics was insufficient for estimation of the correct position of the zero crossing of the probe characteristic. In this region we used voltmeter (Keithley 196) to measure the floating potential of a floating probe.

Plasma was generated using the *Advanced Energy Pinnacle Plus 5K* DC power source operating in constant current mode. First set of measurements was performed at $p = 0.5$ Pa (3 sccm Ar), at discharge current $I_c = 0.4$ A and cathode voltage $V_c = 328$ V. During the second set of measurements the pressure was $p = 2.5$ Pa (10 sccm Ar), $I_c = 0.4$ A and cathode voltage $V_c = 266$ V.

3. Data processing

Since the EEDF is generally expected to be non-Maxwellian [3, 9–11] at low pressure and in presence of the magnetic field, the Druyvesteyn method was applied. The first and second derivatives were numerically computed from the probe current using the centered difference. To reduce the noise smoothing was performed on the probe characteristic and its first derivative. We used $2 \times$ repeated running averages with length of 4 points (≈ 0.2 eV) on the data measured outside of the confined region and in the beam of plasma far from the target. Approaching the confined region with higher plasma density, the smoothing procedure was successively increased to 8×14 points (≈ 0.7 eV) average due to higher noise.

The plasma potential V_{pl} was determined from the maximum of the first derivative of the retarding probe current. EEDF (g_e) can be expressed in terms of the computed values of second derivative:

$$g_e(\mathcal{E}) = \frac{2m}{e^2 A} \sqrt{\frac{2e\mathcal{E}}{m}} \frac{d^2 I_c}{d\mathcal{E}^2} \quad (1) \quad n_e = \int_0^\infty g_e(\mathcal{E}) d\mathcal{E} \quad (2)$$

where $A = \pi \cdot d \cdot l$ is probe area of cylindrical probe of length l and diameter d , $\mathcal{E} = V_{pl} - V_{probe}$ is energy in eV [12]. The electron density n_e was numerically computed as integral of g_e (2).

$$T_{eff} = \frac{2}{3} \langle \mathcal{E} \rangle = \frac{2}{3} \frac{1}{n_e} \int_0^\infty \mathcal{E} g_e(\mathcal{E}) d\mathcal{E} \quad (3) \quad g_p(\mathcal{E}) = \frac{1}{\sqrt{\mathcal{E}}} g_e(\mathcal{E}) \quad (4)$$

The effective electron temperature T_{eff} was computed according to (3). Further we estimated the drift velocity $v_d = \mathbf{E} \times \mathbf{B} / B^2$ and the drift current $j_H = e \cdot v_d \cdot n_e$ perpendicular to the r - z plane using the gradient of the measured plasma potential and the modelled magnetic field and the measured electron density. As the

electron energy probability function g_p (EPPF) (proportional to the second derivative) defined in (4) is linear with ε in the semilogarithmic plot for Maxwellian distribution, the linear regression was applied to determine the electron temperature where appropriate.

4. Results and discussion

Figures 3 and 4 show 2d images of extracted plasma parameters at 0.5 Pa and 2.5 Pa visualized using the *OpenDX Data Explorer* [13]. Electron density in Fig. 3a, 4a ranges from 10^{14} m^{-3} to more than 10^{17} m^{-3} . The discharge can be divided into 3 main parts: area with the highest density up to 30 mm from target (referred to as the confined region), plasma beam emerging from the area of contraction of the confined region and the surrounding background area characterized by afterglow plasma with densities around 10^{14} m^{-3} . In the fact a 4th area near the center of the target enclosed by the confined region with fast secondary electrons present but low plasma densities can be defined. At lower pressure the confined region and the beam are more sharply delimited whereas at higher pressure we observed more diffuse distribution due to increased collisional frequency. The values of the electron density are similar in the both cases, however at 0.5 Pa the discharge power was 130 W while at 2.5 Pa only 106 W. For positive values of r (where probe is oriented anti-parallel to the drift) we measured up to 20% higher densities than in the opposite half-plane. Because this effect remained after rotating the magnetron, but was reversed by swapping the orientation of permanent magnets, we can conclude, that the 2 mm glass capillary holding the probe tip was somewhat shadowing the drifting electrons when oriented parallel with the drift velocity.

As already predicted by PIC/MCC model in [6] negative values of plasma potential were measured in the confined region (Fig. 3b, 4b). This effect is more pronounced at low pressure (with potentials up to -18 V), while potentials only up to -8 V were measured at 2.5 Pa. Similar results were presented recently in [2,4]. The plasma potential lies around zero in the plasma beam while the floating potential still remains negative up to -17 V (Fig. 3c, 4c). This effect can be explained by a group of fast secondary electrons present in the beam and is important for increased ion bombardment of the substrate.

Maps of the drift velocities in Fig. 3d, 4d computed from the measured plasma potential and the modelled magnetic field indicate that the drift velocity should be below 10^5 m/s which would correspond to $\sim 0.03 \text{ eV}$. This means that the probe characteristics should not be significantly distorted even if the probe was not exactly aligned in the drift direction. Integration of the drift current density in Fig. 3e, 4e over the discharge area results in total Hall current 0.16 A at 0.5 Pa and 0.09 A at 2.5 Pa.

Fig. 3d, 4d show effective temperature distribution in the discharge. Lower effective temperatures and lower difference in temperature of confined region and the beam were found at higher pressure.

Detailed EEPF at selected locations of the discharge for 0.5 Pa and 2.5 Pa is shown in Fig. 5, 6. In the background region we found Maxwellian distribution with temperatures around 0.3 eV, slightly increasing towards the target. In the plasma beam a bi-Maxwellian distribution with a low-energy part temperature around 1 eV and a high-energy part temperature around 8 eV at 0.5 Pa and 4 eV at 2.5 Pa indicating group of fast secondary electrons was found. Both temperatures as well as the ratio of high/low energy part contribution increase while approaching the confined region. In Fig. 5f still present disappearing low-energy part and non-Maxwellian part appearing in confined region can be observed. In the confined region we generally observed non-Maxwellian distributions (Fig. 5g, 6c) with larger distinction from Maxwellian distribution at lower pressure.

5. Conclusions

Mappings of the electron density, plasma and floating potentials, drift velocities and effective temperature in unbalanced magnetron DC discharge at 0.5 Pa and 2.5 Pa were obtained by means of Langmuir probe diagnostics. These mappings along with the detailed EEDF characteristics present a comprehensive set of data important for further development of the PIC/MCC model. We observed variations of the plasma density within 3 orders of magnitude. This indicates that current superparticle ratio used in the PIC/MCC simulation has to be decreased. Measurements confirmed existence of negative plasma potential in the confined region as well as the presence of fast secondaries in the plasma beam. However, simulation gives more negative potentials, which is probably caused by insufficient grid resolution near the target. Non-Maxwellian EEDF in the confined region was observed.

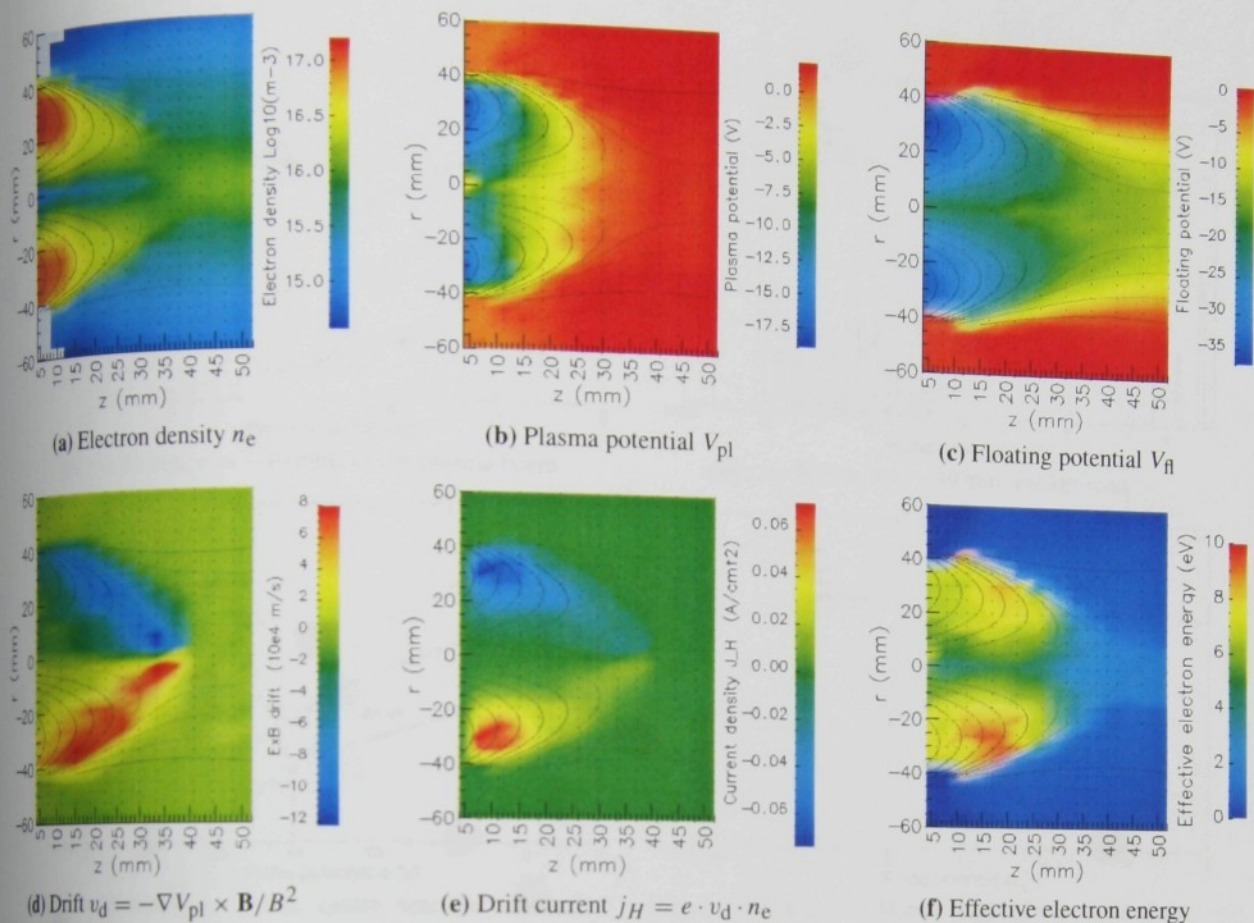


Fig. 3: Spatial distribution of extracted plasma parameters in r - z plane for discharge at 0.5 Pa; black curves represent the shape of the magnetic field, black points the measurement locations

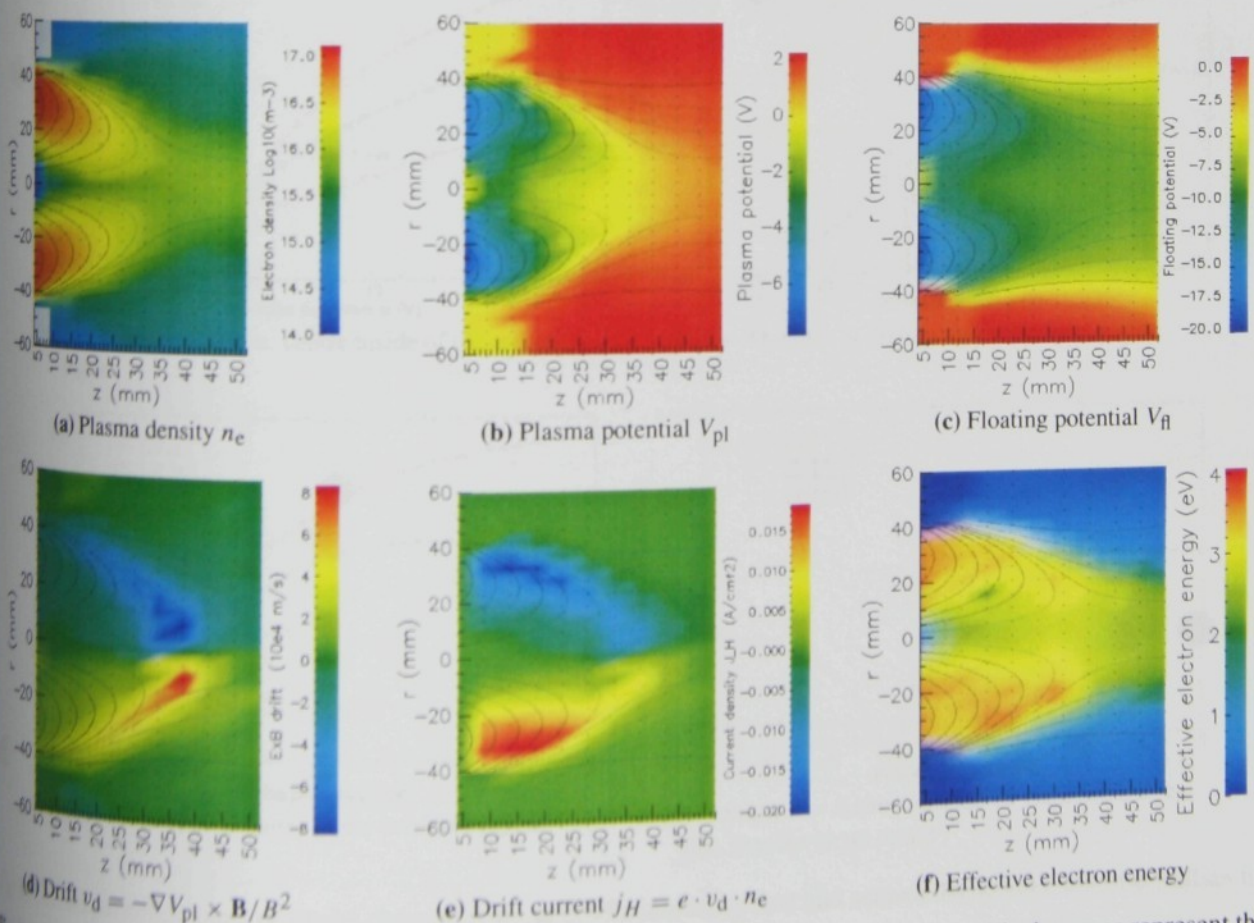
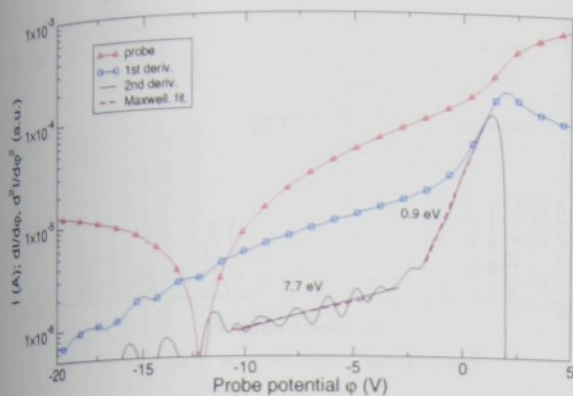
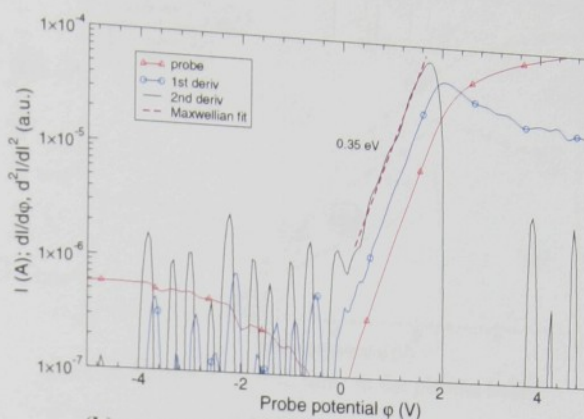


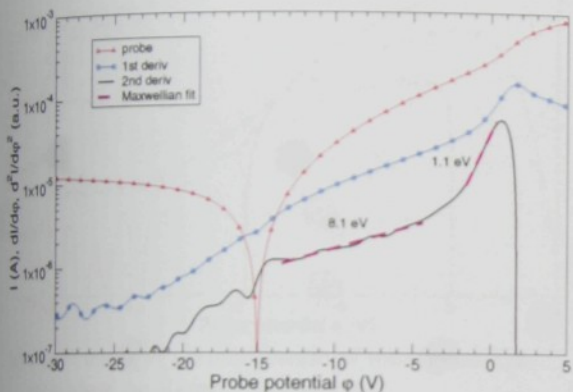
Fig. 4: Spatial distribution of extracted plasma parameters in r - z plane for discharge at 2.5 Pa; black curves represent the shape of the magnetic field, black points the measurement locations



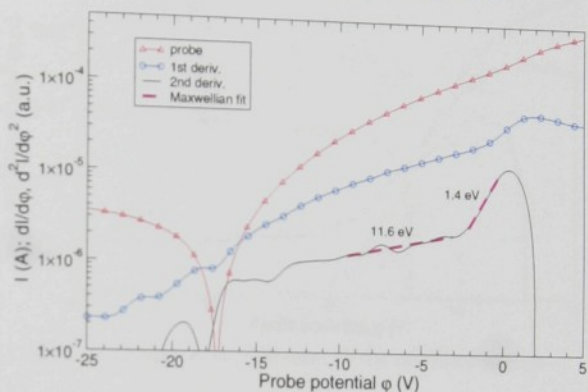
(a) $z = 52$ mm, $r = -10$ mm: in the plasma beam



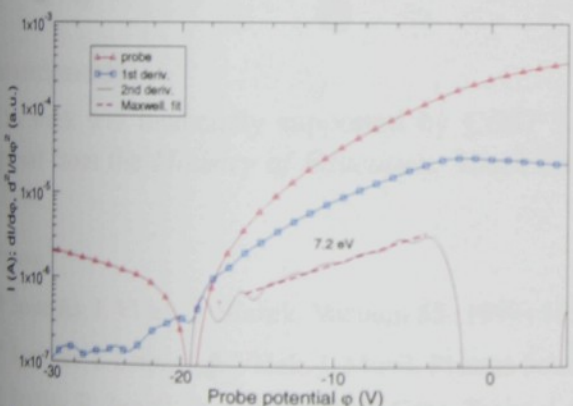
(b) $z = 38$ mm, $r = -40$ mm: background



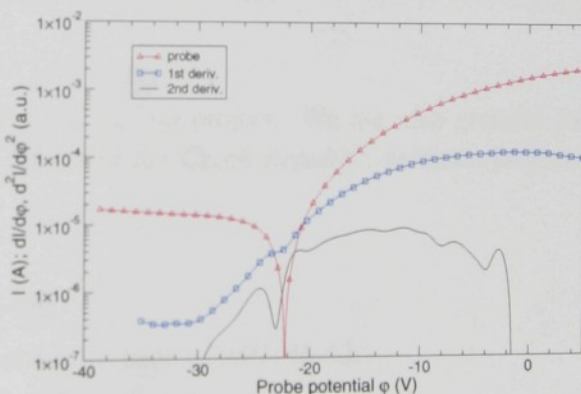
(c) $z = 38$ mm, $r = -5$ mm: centre near the confined region where the plasma beam begins



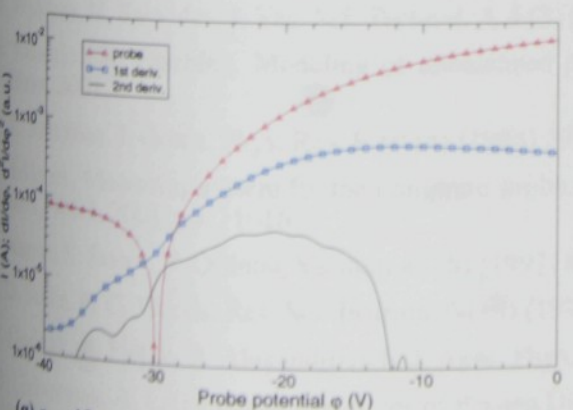
(d) $z = 22$ mm, $r = -35$ mm: edge of the confined region



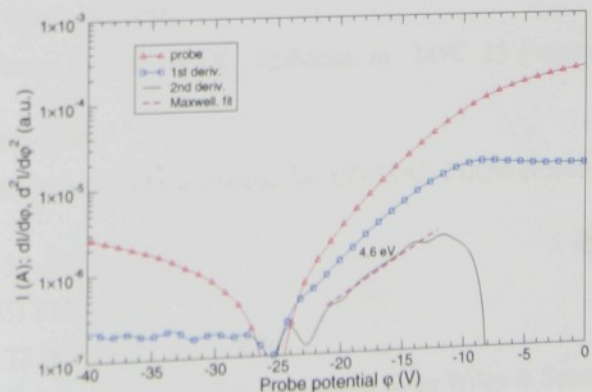
(e) $z = 22$ mm, $r = 0$ mm: centre inside of the confined region



(f) $z = 22$ mm, $r = 30$ mm: in the confined region



(g) $z = 12$ mm, $r = 25$ mm: in the confined region



(h) $z = 8$ mm, $r = 0$ mm: outside of the confined region near the target center

Fig. 5: Semilogarithmic plots of probe characteristic at 0.5 Pa including first and second derivatives and Maxwellian fits where appropriate

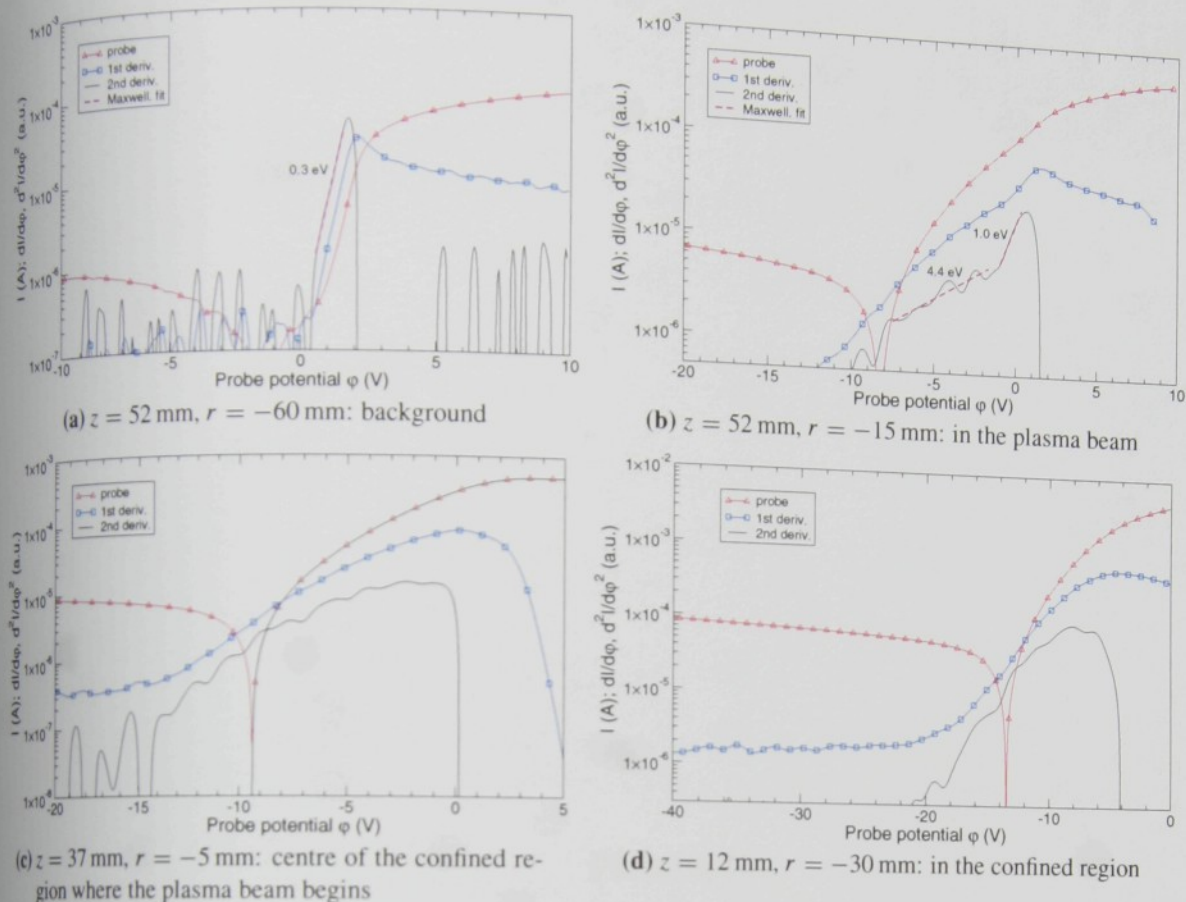


Fig. 6: Semilogarithmic plots of probe characteristic at 2.5 Pa including first and second derivatives and Maxwellian fits

Acknowledgments

This work was financially supported by COST 527 / OC 527.60 project. We are also grateful for partial support from the Ministry of Education, Youth and Sports of the Czech Republic, research project MSM J4/00004.

References

- [1] P. Špatenka, J. Vlček, J. Blažek, Vacuum 55 (1999) 165–170.
- [2] P. Špatenka, I. Leipner, J. Vlček, J. Musil, Plasma Sources Sci. Technol. 6 (1997) 46–52.
- [3] J. Bradley, R. Arnell, D. Armour, Surf. Coat. Technol. 97 (1997) 538–543.
- [4] J. Bradley, S. Thompson, Y. Gonzalvo, Plasma Sources Sci. Technol. 10 (2001) 490–501.
- [5] B. Window, N. Savvides, J. Vac. Sci. Technol. A 4 (3) (1986) 453–456.
- [6] S. Kvasnica, R. Fasching, Modeling of unbalanced planar magnetron DC discharge, in: ISPC 15 Proceedings, Orléans, 2001.
- [7] T.E. Sheridan, J. Goree, Phys. Rev. E 50 (4) (1994) 2991–2996.
- [8] P. Adámek, Measuring system for the Langmuir probe diagnostics of the plasma, in: CO-MAT-TECH Proceedings, Trnava, Vol. I, 2001, pp. 11–16.
- [9] I. Ivanov, S. Statev, V. Orlinov, Vacuum 43 (8) (1992) 837–842.
- [10] I.D. Sudit, R. C. Woods, Rev. Sci. Instrum. 64 (9) (1993) 2440–2448.
- [11] V. Godyak, R. Piejak, B. Alexandrovich, J. Appl. Phys. 73 (8) (1993) 3657–3663.
- [12] M. Lieberman, A. Lichtenberg, Principles of Plasma Discharges and Materials Processing, John Wiley & Sons, Inc., 1994.
- [13] Open source version of IBM's visualization data explorer. URL <http://www.opendx.org>

Contribution to the Application of the Probe technique for Plasma Monitoring in the Ar and n-Hexane Mixture Plasma during the Polymerization Process.

CONTRIBUTION TO THE APPLICATION OF THE LANGMUIR PROBE TECHNIQUE FOR PLASMA MONITORING IN THE Ar AND n-HEXANE MIXTURE PLASMA DURING THE POLYMERISATION PROCESS

P. ADÁMEK, J. KALČÍK

*Department of Physics, College of Education, University of South Bohemia,
Jeronýmova 10, 371 15 České Budějovice, Czech Republic*

M. ŠÍCHA *), M. TICHÝ

*Department of Electronics and Vacuum Physics, Faculty of Mathematics and Physics,
Charles University, V Holešovičkách 2, 180 00 Praha 8, Czech Republic*

H. BIEDERMAN

*Department of Macro-Molecular Physics, Faculty of Mathematics and Physics,
Charles University, V Holešovičkách 2, 180 00 Praha 8, Czech Republic*

L. SOUKUP, L. JASTRABÍK

*Division of Optics, Institute of Physics, Acad. Sci. CR,
Na Slovance 2, 182 21 Praha 8, Czech Republic*

Received 28 January 1999;
final version 30 June 1999

In the present paper the Langmuir probe technique was applied for plasma monitoring in the Ar and n-hexane mixture plasma during the polymerisation process. The experiments were performed in a stainless steel DC magnetron reactor with a planar magnetron cathode. Within the investigated range of the gas pressure, no time-stable condition of the discharge was found. The regular oscillations, of a frequency of approximately 32 kHz, were observed in the Ar and 20 % n-hexane mixture at the total pressure of 10 Pa and the discharge current of 8 mA. The experimentally obtained probe characteristics were used to determine the density and the average energy of electrons. In the DC magnetron stainless steel reactor the electron average energy in the Ar and n-hexane mixture plasma was about one order of magnitude smaller than in the case in which the working gas inside the reactor was the pure Ar.

The probe measurements in the magnetron reactor were supplemented by the experiment in the customary glass discharge tube with a hollow cathode. In the glass discharge tube and in the Ar and 10 % n-hexane mixture plasma a region of plasma parameters was found, in which the plasma was stable and no instabilities were observed. At such conditions the experiments in the glass discharge tube were used for the study of the efficiency of the probe surface cleaning methods used.

*) Also at: Division of Optics, Institute of Physics, Acad. Sci. CR, Na Slovance 2, 182 21 Praha 8, Czech Republic.

Introduction

In recent years the plasma-aided deposition processes have received increasing attention. One of them is plasma polymerisation. This process takes place in the plasma of an electrical discharge operated in a mixture of an inert gas (usually argon) and an organic gas or vapour at low pressure. Resulting deposits (called plasma polymers) differ substantially from the conventional polymers; they possess, however, unique properties. Because of these properties plasma polymers of organosilicons have been successfully applied as protective layer on aluminium reflective film in car headlights [1] or barrier films on polymer foils for packaging [2]. Plasma polymers of fluorocarbon were used for the decrease of wettability of conventional polymers (foils, fabrics, etc.) [3]. Plasma polymers containing aminogroups were used for biomedical purposes [4].

The plasma polymerisation of n-hexane became a centre of attention because of the prospect of using these plasma polymers as films modifying wettability [5] of solid surfaces. Their application (hard plasma polymers (C:H) or metal/C:H composites) as protective and non-abrasive films on metal components was proposed [6]. In spite of these successes certain problems remain, for example in reproducibility and ageing of these films mainly because of the lack of the proper *in situ* plasma diagnostics. The chief diagnostics methods used are the optical emission spectroscopy, corpuscular diagnostics (mass spectrometry) and Langmuir probes. Even if the use of probes seems to be very simple, their correct use and plausible interpretation in the real plasma polymerisation process is a problem. Biederman et al. [5] applied the standard (non-heated) Langmuir probe technique for obtaining plasma parameters in the plasma polymerisation process in the working gas mixture of $\text{Ar} + \text{H}_2\text{O} + \text{n-hexane}$. In the case of more than 2% of n-hexane in the mixture, the standard Langmuir technique could not be used due to the deposition of a plasma polymer thin film possessing high electrical resistance on the probe surface. At such experimental conditions the measured probe characteristic becomes severely affected within several minutes and is no longer correctly interpretable. Furthermore, the probe characteristic measurement is often accompanied by a hysteresis of the characteristic that is caused by the time variation of the deposited thin film resistivity.

The aim of this paper is to present an improved Langmuir probe method for *in situ* diagnostics in plasma polymerisation process of n-hexane that is (as much as possible) free of the problems described above. The other task is to improve this method for the measurements of the probe characteristic in the time-unstable plasma. The improved probe method is used to determine the density and the average energy of electrons in the DC time unstable discharge plasma in the Ar-n-hexane mixture in a stainless-steel magnetron-cathode plasma-chemical reactor. For comparison, the measurement in the pure Ar plasma is also performed.

The use of the improved Langmuir probe method for *in situ* diagnostics in plasma polymerisation process requires the investigation of the efficiency of the used probe surface cleaning procedure. This investigation has been made in the glass discharge

tube with hollow electrodes in the mixture of Ar + 10 % n-hexane where the discharge parameter range within which the discharge was stable has been found.

The experimental set-up

The experimental system consisted of a DC-discharge magnetron-cathode stainless-steel plasma-chemical reactor and a glass DC-discharge tube with hollow electrodes, see Fig. 1. The glass discharge tube was connected to the reactor by a pipe with sufficient vacuum conductivity so that the same discharge conditions could be set in both discharge systems. Both the glass discharge tube and the reactor chamber were pumped by a combination of the conventional rotary vane and the diffusion pump. In the glass discharge tube hollow electrodes (cathode and anode) were used (see Fig. 1). The diameter of the glass discharge tube was 8 cm, and its length was 45 cm.

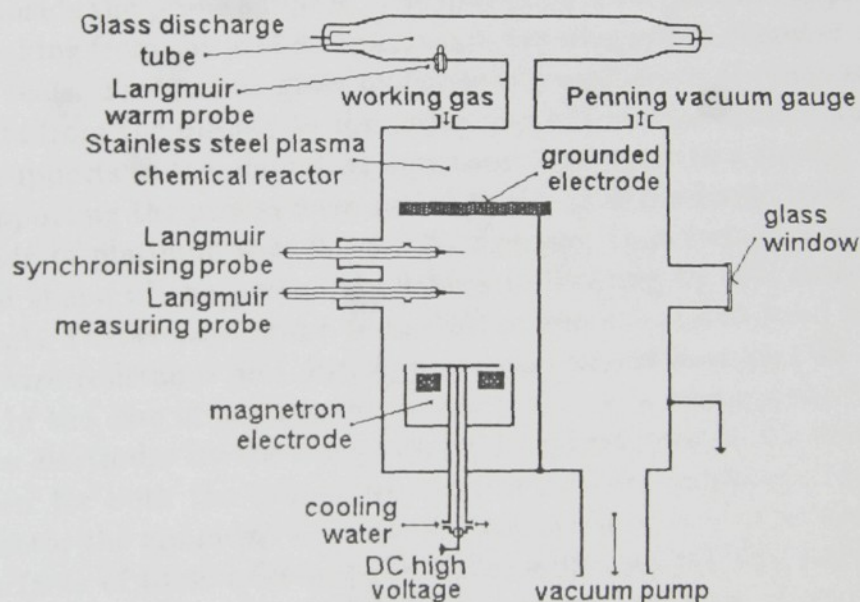


Fig. 1. Experimental set-up of the magnetron reactor together with the glass discharge tube.

The reactor was equipped with a planar balanced DC magnetron cathode (magnetic circuit made of ceramic magnets) 75 mm in diameter. The anode of the same diameter was connected with the stainless steel walls of the reactor chamber and grounded. The anode was positioned in a distance of 8 cm from the magnetron cathode (see Fig. 1). Two probes were placed inside the reactor at a distance of more than 4 cm from the magnetron cathode; one as a measuring probe and the second one would act as a synchronising probe if the plasma instabilities occur. At a distance of 4 cm from the magnetron cathode the magnetic field around the probe was weak and hence we disregarded its influence on the probe characteristic measurement.

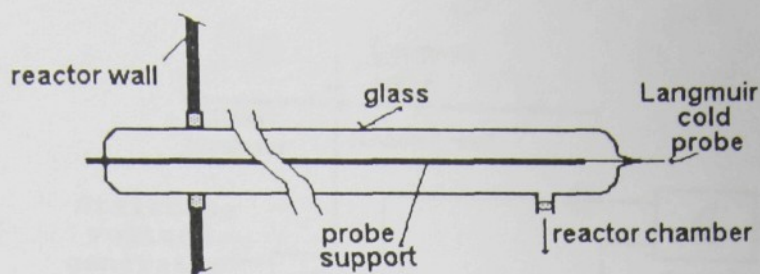


Fig. 2. The probe for the magnetron reactor with its support.

The probes in the magnetron reactor were made of platinum wire 0.1 mm in diameter and 12 mm in length, see Fig. 2. The probe support was made of molybdenum rod approximately 3 mm in diameter. This support was placed in a glass tube, the dimensions of which were approximately 16 mm in diameter and 190 mm in length. The probe tip was placed at the centre of the discharge inside the reactor, see Fig. 1. The supporting glass tube was sealed at both ends and vacuum-connected to the reactor chamber by a hole filled with porous glass, see Fig. 2. This enabled pumping of the volume inside the probe support. The described arrangement suppressed the eventual gas leaking from the probe support into the magnetron chamber along the glass-to-metal seals. The porous glass minimised the influence of electron and ion leakage currents from the plasma to the probe support molybdenum wire.

The probe supports in the glass discharge tube were made in a similar way. The glass tubes supporting the probes were sealed to the glass discharge tube wall. The probe was made of platinum wire 0.1 mm in diameter that formed a loop 12 mm in length. The shape of the probe [7] enabled its heating by DC current of the order of 100 mA. The average probe temperature was calculated from the change of the probe wire resistance and during the measurement was kept in the range (200–250)°C. In the case of heating the probe, it acts as a warm probe [7,8].

As reference electrodes for the Langmuir probe measurements the grounded anode was chosen for both the magnetron reactor and the discharge tube. In the magnetron reactor the grounded body of the system also served as a reference electrode. The surfaces of these reference electrodes were continuously cleaned by the DC discharge current. Therefore the influence of the reference electrode surface contamination on the deformation of the probe characteristic was negligible.

The probe measurements have been made by means of a computer-controlled set-up, see Fig. 3. The personal computer controls an 8-bit D/A converter that acts as a staircase source of the probe voltage. After each probe voltage step, the probe current is measured by means of a current-to-voltage converter. The output of the current-to-voltage converter is connected to the high-speed A/D converter. The time of the analogue to digital conversion is approximately 1 μ sec. The ultimate time interval for the measurements of the whole probe characteristic that contains 128 measured points is therefore approximately 128 μ sec. The measurements of the probe characteristic in the time-unstable plasma have been made by means of the time-resolved method. In this case the probe current measurement was triggered in such a way that the probe current was measured in certain phase of the plasma instability. The synchronising circuit (see Fig. 3) obtained the signal from

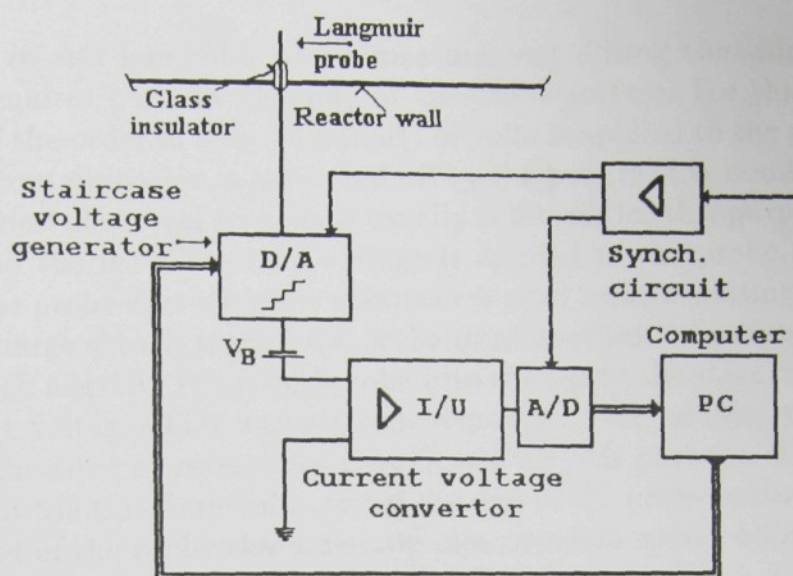


Fig. 3. Schematic diagram of the electronic devices for the measurements of probe characteristics.

the synchronising probe (the second probe in the reactor). Therefore in each plasma instability period only one point of the probe characteristic was measured. In this case the time interval for the whole probe characteristic measurement depended on the period of the plasma instability.

Instead of the high-speed A/D converter a slower A/D converter that was based on the double integration method could be used. The time interval for measurement of the whole probe characteristic by means of this slower A/D converter was of the order of 10 s. The advantage of this A/D converter consists in the noise suppression due to the analogue integration. The disadvantage of this A/D converter is on the other hand the relatively long time of the analogue to digital conversion. For this reason this slower A/D converter has been used only for the probe measurement in the stable discharge plasma.

The data from A/D converters were sent to the personal computer. After that the obtained experimental data have been processed by means of the data processing software.

The probe method and its verification

In order to avoid the influence of the deposited polymer thin film on the probe diagnostic it is necessary to keep the probe surface clean during the probe characteristic measurement. This can be realised in the two following ways:

- (1) Clean the probe surface by means of an ion bombardment and immediately thereafter start the probe measurement, or
- (2) Apply the Langmuir probe that is operated at an elevated temperature, which prevents the creation of the thin film on the probe surface.

In case (1) the *in situ* Langmuir probe measurement during the thin film deposition process requires periodic cleaning of the probe surface. For this purpose negative voltage of the order of tens (hundreds) of volts is applied to the probe and the probe surface contamination is sputtered off by the positive ion bombardment, see e.g. [8,9]. A period of several seconds is usually sufficient for this purpose. After the cleaning period the usual working voltage is applied to the probe. The next measurement of the probe characteristic commences after certain waiting time that allows the space charge sheath around the probe to recover from the state that corresponds to the high negative (cleaning) probe bias voltage to the state corresponding to the working voltage. This waiting time depends on the plasma parameters [10] and usually the time of several ms is sufficient for this purpose. The general requirement is that the time interval between the end of the probe surface cleaning period and the end of the probe characteristic measurement must be short enough compared to the characteristic time of the thin film creation. When this requirement is fulfilled the polymer thin film deposited on the probe surface during the probe measurement has a negligible effect on the measured probe characteristic.

In case (2) the Langmuir probe operates at an elevated temperature, which prevents the deposition of the thin film on the probe surface. Monitoring of the plasma parameters during the deposition process requires a probe temperature that does not influence the probe characteristic. Such a probe is called a "warm probe" and it allows evaluation of the plasma parameters from the measured probe data by means of an ordinary procedure [7,8]. The probe can be constructed as a wire-loop heated directly by a DC current or as a disc or cylinder heated indirectly. The disadvantage of the wire-loop warm probe consists in the voltage-drop along the wire loop that is necessary to heat up the probe. However, by a suitable choice of the probe wire diameter the voltage drop along the wire loop can be held within reasonably small limits. On the other hand, the indirectly heated probe has a more complicated construction and hence usually bigger dimensions. Generally, probe temperatures up to 800°C can be used for the tungsten probe; the platinum probe requires a much lower temperature. Since the hot probe heats up the surrounding plasma, the best choice is to use as a low probe temperature as possible. The lowest probe temperature that makes possible measurement of the probe characteristic without distortion caused by probe insulating coating has to be found experimentally for each particular plasma polymerisation process.

It has been found experimentally that the discharge plasma in the Ar and n-hexane mixture can be time-unstable. Such plasma instabilities can be accompanied by the time variations of the plasma parameters and for this reason they can influence the plasma polymerisation process. Therefore, in case a plasma instability occurs, it is necessary to investigate the time-variations of the plasma parameters. The measurements of time-variations of plasma parameters by the probe technique require the time-resolved high-speed probe characteristic measurement. Our system that makes such measurements possible was described in the previous chapter.

The cold probe is usually smaller than the warm probe since the construction of the latter is more complicated. Therefore, in order to decrease the disturbance

of the plasma caused by the probe, the cold probe was used in our measurement in the magnetron reactor. It was necessary, however, to compare the efficiency of both above-mentioned probe cleaning procedures (1) and (2) experimentally before we applied the method (1) in our probe measurement. This investigation has been made in the glass discharge tube with hollow electrodes in the mixture of Ar + 10 % n-hexane. Here the discharge parameter range within which the discharge was stable has been found. For this reason the slower A/D converter has been used.

The comparison of the probe cleaning methods has been performed by using the wire-loop probe the surface of which could be cleaned by either of the methods (1) and (2) described above. In other words, the cold probe has been realised from the wire-loop probe for which the heating was switched off.

The probe surface has been successively cleaned by the two methods mentioned above in the following way: At first the probe surface was preliminary cleaned and after that the cold probe measurement instantly started. After that the probe characteristic measurements were repeated with the same probe heated by the DC current without any additional probe surface cleaning.

The preliminary cleaning of the probe surface (before the described measurements took place) has been done by elevating the probe temperature to the dark

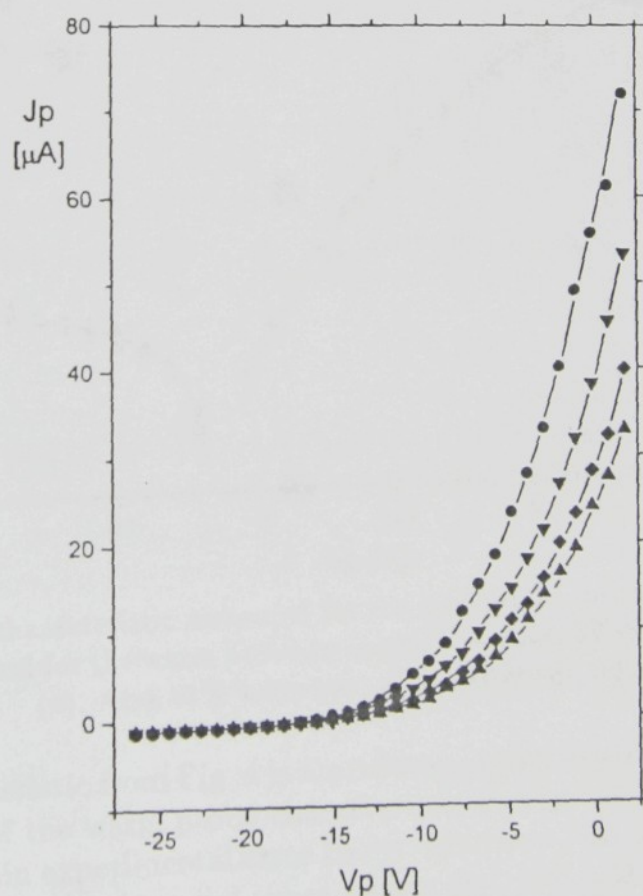


Fig. 4. Langmuir probe characteristics measured for (standard, non-heated) cold probe, (downward direction: measured immediately after the cleaning procedure and for 2, 4, and 6 minutes after the cleaning procedure). Ar + 10 % n-hexane, glass discharge tube.

red colour of the probe wire for a short time. Immediately after cooling off the probe the measurements with the cold probe have been successively repeated four times. The time interval between the two subsequent measurements was 2 minutes. In Fig. 4 the examples of the obtained cold probe characteristics are shown. The probe characteristics presented in Fig. 4 for the cold probe show that after several ten-second periods the thin films deposited on the probe surface have remarkable influence on the probe characteristic. Experimentally it was revealed that the degradation of the probe characteristic became greater with increasing the time delay after the probe cleaning.

Immediately after the end of the described measurements the probe without additional cleaning was heated up to the temperature of approximately $(220\text{--}250)^{\circ}\text{C}$ and the probe characteristic measurement with this warm probe was performed after stabilisation of the probe temperature (approximately 3 minutes after the end of cold probe measurements). In other words, the first warm probe characteristic has been made approximately 9 minutes after the preliminary cleaning procedure. The probe characteristic of the warm probe is depicted in Fig. 5. For comparison

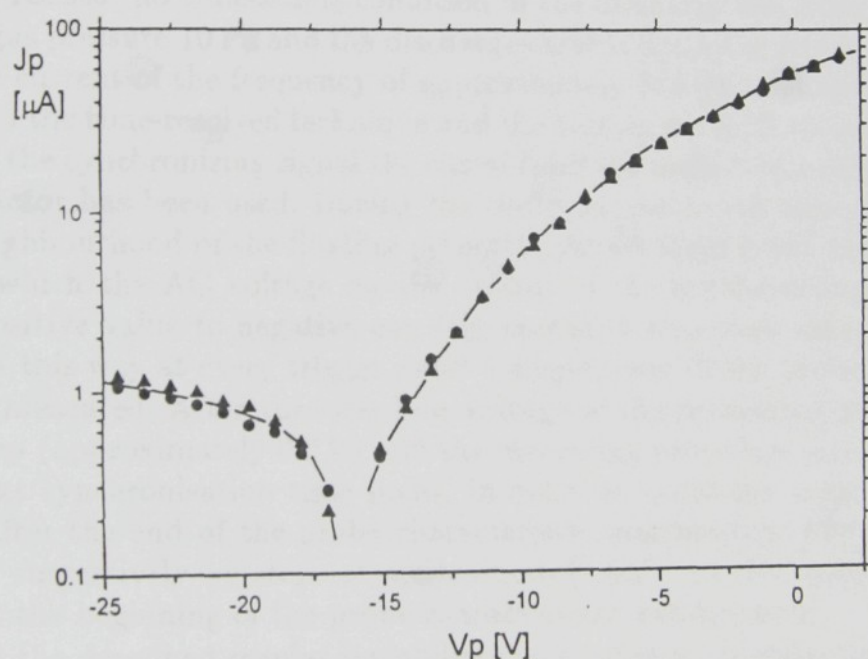


Fig. 5. The probe characteristic measured for the cold probe immediately after the cleaning procedure (▲) and for the warm probe measured 9 minutes after the cleaning procedure (●). Ar + 10 % n-hexane, glass discharge tube.

the probe characteristic from Fig. 4 is also shown in this figure. It is seen from Fig. 5 that the shapes of the warm probe characteristic and the cold probe characteristic are identical within experimental error limits. Moreover, the measurement with the warm probe was repeated several times during the time interval of 20 minutes and no variation of the probe characteristic shape was observed.

It is possible to conclude that we found a suitable temperature of the warm probe (approximately $(220\text{--}250)^{\circ}\text{C}$) that allowed continuous *in situ* measurement

of the plasma parameters in the Ar and n-hexane mixture discharge-plasma at our experimental conditions without substantial creation of a thin film on the probe surface. Furthermore we found that the cold probe characteristic becomes apparently influenced at our experimental conditions only after about several ten-second periods after preliminary cleaning of the probe surface. This knowledge verifies the application of the cold probe for the diagnostic of the plasma-chemical reactor and yields the data for the adjustment of the experimental set-up (speed of the measurement, waiting time after the ion bombardment).

Measurements in the magnetron reactor

Measurements in the Ar and 20 % of n-hexane working gas mixture

During the measurements in the magnetron reactor the working gas mixture of argon and 20 % n-hexane was leaked into the reactor chamber and the total gas pressure was kept constant at 10 Pa. The DC discharge current was 8 mA.

Within the investigated range of the gas pressure, the discharge current and the series resistor no time-stable condition of the discharge has been found. At the working gas pressure 10 Pa and the discharge current 8 mA the regular instability of the probe current of the frequency of approximately 32 kHz has been observed. For this reason the time-resolved technique and the high-speed A/D converter have been used. For the synchronising signal the signal from the second (synchronising) probe in the reactor has been used. During the probe measurement this probe was kept at the neighbourhood of the floating potential. As a trigger event the zero crossing point in which the AC voltage on the output of the synchronising probe varied from a positive value to negative one (the so-called zero-cross detector) has been chosen. In this way at every trigger event a single point of the probe characteristic has been measured. After that the bias voltage of the measuring probe increased by one step (approximately 0.2 V) and the measuring procedure has been repeated at the next synchronisation time point. In order to avoid the high probe current impulse after the end of the probe characteristic measurement the probe voltage decreased successively by steps of approximately 0.2 V to the value of the probe voltage at the beginning of the probe characteristic measurement.

Besides the described regular instability the stochastic irregular variation of the plasma parameters connected with the local light-flash on the magnetron cathode has been observed. For this reason the probe characteristic measurement has been repeated 16 times and the average value has been calculated. All 16 probe characteristics have been measured during the time interval of the order of 0.1 s.

The probe characteristic measurement has been done immediately after cleaning the probe surface by ion bombardment. Due to the short measuring time interval the surface of the cold probe has been kept clean and the influence of the deposited thin polymer film on the probe characteristic has been suppressed. The probe signal has been passed through an analogue low-pass filter ($f_{\text{lim}} \approx 44 \text{ kHz}$) in order to suppress the noise that was generated predominately by the investigated plasma. The obtained probe characteristic is shown in Fig. 6 together with the probe char-

acteristic obtained in pure Ar (this measurement is described in the next part). In order to study the reproducibility the described probe characteristic measurement in the argon and 20% n-hexane mixture was repeated after a time interval of approximately 3 minutes. The reproduced probe characteristic is also shown in Fig. 6. The comparison of both probe characteristics measured in the argon and 20% n-hexane proves good reproducibility of the presented probe measurement (the two probe characteristics are almost indistinguishable).

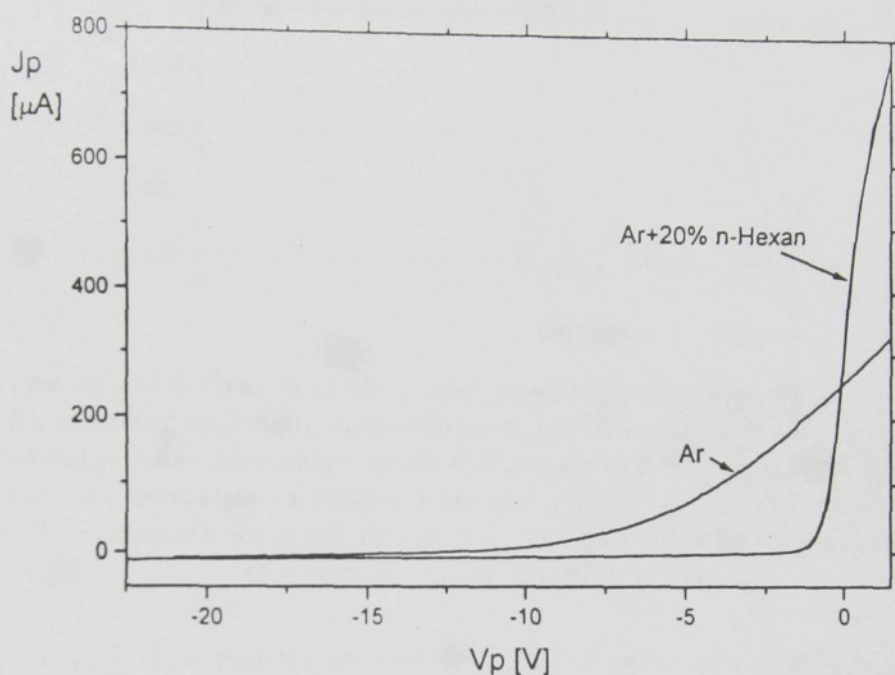


Fig. 6. The probe characteristic measured in the magnetron reactor by means of a sampling technique at the synchronising time point immediately after the preliminary cleaning procedure of the probe surface. Working gas Ar + 20 % n-hexane. The measurement was repeated after 3 minutes and both measured characteristics are presented in the figure. The example of the obtained probe characteristic in working gas pure Ar is also depicted.

In order to determine the electron energy distribution function the second derivative of the probe characteristic has been calculated. Two methods have been used:

- The "direct" method. The first derivative is calculated from two adjacent experimental points. The second derivative is obtained by the same way from the calculated first derivative.
- The Savitzky-Golay smoothing method [11]. In this case the second order approximation polynomial determined from the five experimental points has been used.

The second derivatives calculated from the obtained probe characteristics are presented in Fig. 7. In order to study the reproducibility the described probe characteristic measurements were repeated after a time interval of approximately 3 minutes. The calculated second derivative from this probe characteristic is also

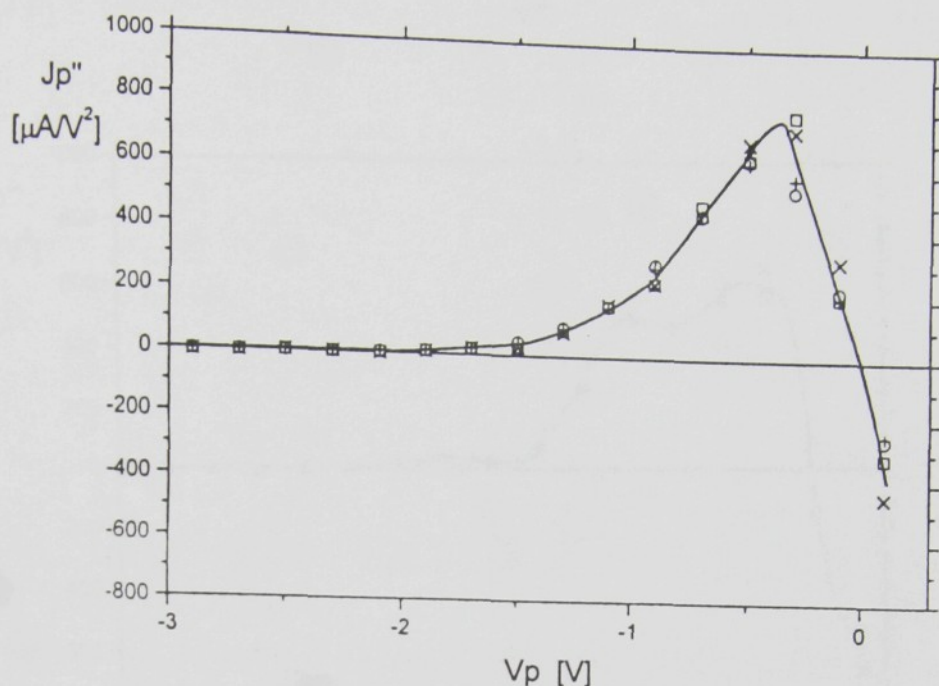


Fig. 7. The second derivative of the probe characteristics presented in Fig. 6 measured by means of a sampling technique immediately after the synchronising time point: calculated by the Savitzky-Golay smoothing method ($\square$); from the two adjacent experimental points ($\times$). The second derivative calculated from measurements repeated after 3 minutes: by the Savitzky-Golay smoothing method ($\circ$); from the two adjacent experimental points ($+$). Ar + 20 % n-hexane, magnetron reactor.

shown in Fig. 7. The results presented in Fig. 7 show acceptable reproducibility in determination of the second derivatives of the probe characteristic by means of the two methods described.

The results presented in Fig. 7 show acceptable agreement in calculation of the second derivatives by means of both methods mentioned above. The results also show reasonable reproducibility in determination of the second derivative.

Besides the above-mentioned probe measurement at the zero crossing point the measurement of probe characteristics have been repeated at a time delay of $5\ \mu\text{s}$ and $10\ \mu\text{s}$ after the synchronisation time point (the zero crossing point), respectively. In this way the time variations of the second derivatives of probe characteristics have been studied. An example of the results is shown in Fig. 8. The results presented in Fig. 8 show that in the investigated plasma at least two electron energetic groups exist in the Ar and n-hexane discharge and the shape of these groups changes with the delay time.

Measurements in the pure Ar working gas

The measurements with Ar and n-hexane mixture were supplemented by the measurements in pure Ar as the working gas. The total pressure of the working gas in the reactor and the discharge current was kept the same as in the case of the Ar and n-hexane mixture. In the discharge in pure Ar plasma no regular time variation

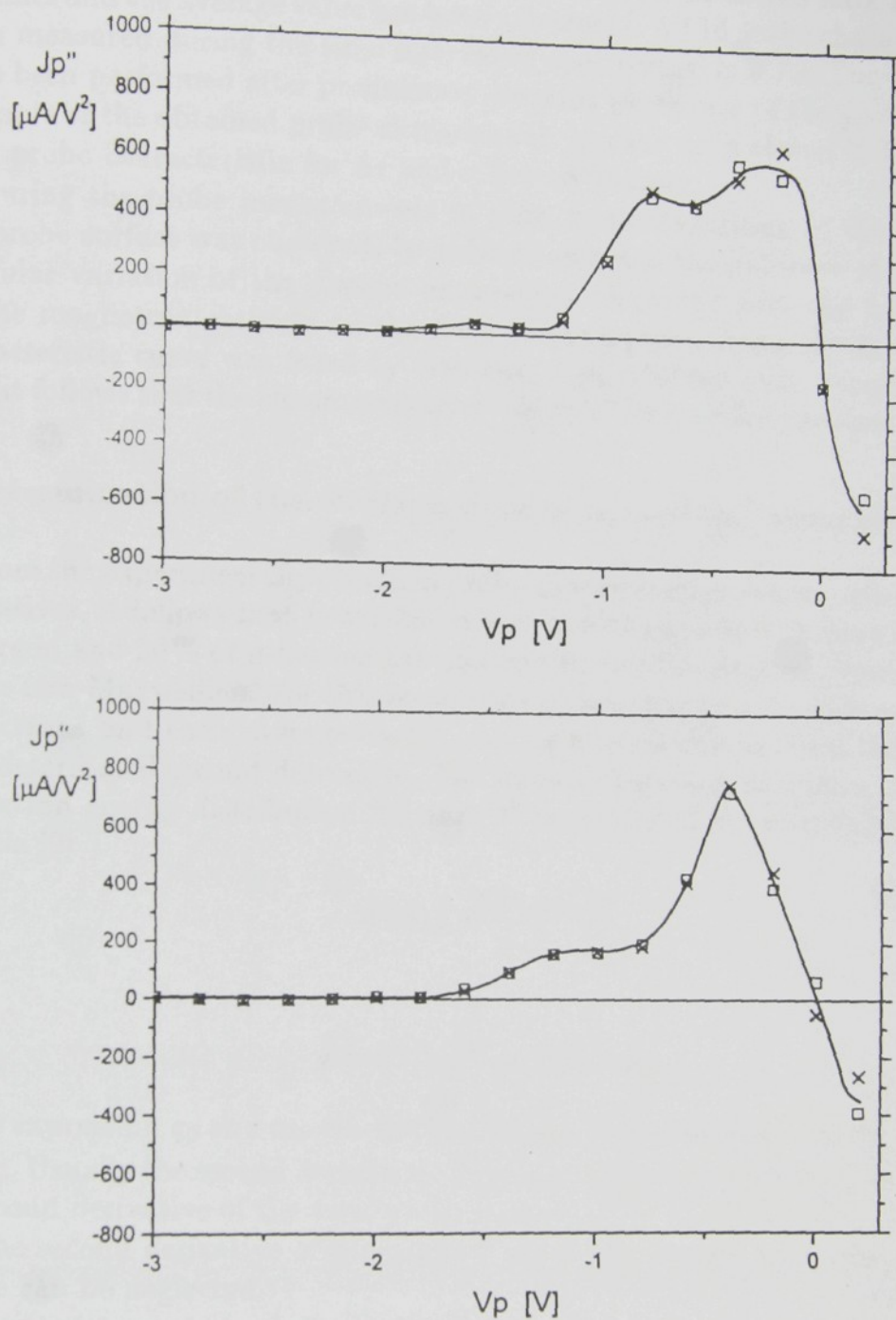


Fig. 8. The second derivatives of probe characteristics measured by means of a sampling technique delay 5 μs (upper part) and 10 μs (lower part) after the synchronising time point: calculated by the Savitzky-Golay smoothing method (□); from the two adjacent experimental points (×). Ar + 20 % n-hexane, magnetron reactor.

of the plasma parameters has been observed. Only stochastic irregular variation of the plasma parameters connected with the local light-flash on the magnetron cathode has been observed. For this reason the measurements have been repeated 16 times and the average value has been calculated. All 16 probe characteristics have been measured during the time interval of approximately 0.1 s. The measurements have been performed after preliminary cleaning procedure of the probe surface. An example of the obtained probe characteristic in pure Ar is shown in Fig. 6 together with probe characteristic for Ar and n-hexane plasma.

During the probe measurements in pure Ar no deposition of the thin films on the probe surface was observed. In order to suppress the influence of the stochastic irregular variation of the plasma parameters connected with the local light-flash on the magnetron cathode on the data computer processing the measured probe characteristic curve was fitted by Gaussian sigmoidal function. From the resulting data it follows that the electron distribution function is in this case non-Maxwellian.

Determination of the electron density n_e and the mean energy E_{ST}

From the experimentally obtained probe characteristics and its calculated second derivatives, it follows that in the DC magnetron reactor both in pure argon and in the argon and 20 % of n-hexane gas mixture as well the electron distribution function is non-Maxwellian. For this reason the plasma parameters such as the density of electrons and their average energy can be estimated only from the experimentally determined second derivative. The measured second derivative J_e'' is coupled to electron energy distribution function F by means of the so-called Druyvesteyn formula [9]

$$F(V_p) = \frac{1}{g} V_p^{1/2} J_e'' , \quad (1)$$

where

$$g = 2^{3/2} q_0^{3/2} n_e m_e^{-1/2} A_p . \quad (2)$$

In this expression q_0 and m_e are electron charge and mass respectively, A_p is probe surface. Usually the second derivative of the electron probe current J_e'' is replaced by the second derivative of the total probe current $J_p'' = d^2 J_p / dV_p^2$, i.e., it is assumed that the second derivative of the positive ion probe current with respect to probe voltage can be neglected.

Formula (1) was derived already by Mott-Smith and Langmuir in [12]. Druyvesteyn [13] extended its validity on the planar and cylindrical probe. Kagan et al. [14] proved that the expression (1) is valid for an arbitrary non-concave probe.

By means of equation (1) the electron density n_e can be determined from the formula:

$$n_e = \frac{2^{3/2} m_e}{q^{3/2} A_p} \int_0^\infty J_p'' V_p^{1/2} dV_p \quad (3)$$

and the average electron energy E_{ST} is given by:

$$E_{ST} = \frac{\int_0^{\infty} J_P'' V_P^{3/2} dV_P}{\int_0^{\infty} J_P'' V_P^{1/2} dV_P} \quad (4)$$

The calculated values of the electron density n_e and of the average electron energy E_{ST} for the argon and 20 % of n-hexane working gas mixture in the reactor are given in Table 1. The calculated values have been obtained from probe characteristic measurements at the synchronisation time point (the zero crossing point) and at the time delay of 5 μ s and 10 μ s after the synchronisation time point (the zero crossing point), respectively. Furthermore the calculated values have been obtained from the probe characteristic measured immediately after preliminary cleaning of the probe surface. For comparison the electron density n_e and the value of the average electron energy E_{ST} for pure argon working gas in the magnetron reactor are also given in Table 1.

Table 1. Plasma parameters measured in the DC magnetron reactor, Ar + 20 % n-hexane (pressure 10 Pa, discharge current 8 mA).

Working gas	Time delay (μ s)	n_e (10^9 cm^{-3})	E_{ST} (eV)
Ar	–	1.2	6.7
Ar + 20 % n-hexane	0	4.3	0.69
Ar + 20 % n-hexane	5	4.3	0.68
Ar + 20 % n-hexane	10	3.7	0.76

It should be noted that the calculated values of the electron density n_e and the average value of electron energy E_{ST} are affected by the error caused by the effect of the “rounding of the knee” of the probe characteristic near the plasma potential. The rounded knee of the probe characteristic influences the second derivative of the probe characteristic in the vicinity of the plasma potential. Therefore the estimated electron density n_e may be regarded only as a lower limit of the electron density in the investigated plasma. The estimated mean value of electron energy E_{ST} yields, on the other hand, the upper limit for the E_{ST} , since the higher energy parts of the electron energy distribution function are less influenced by the above-mentioned effect. However, the method that uses integration over the measured second derivative of the probe characteristic is the only method that allows local estimation of the electron density and the average value of electron energy in a non-Maxwellian plasma.

The results presented in Table 1 show that in the DC magnetron reactor the electron average energy in discharge plasma of the Ar and n-hexane mixture is about one order of magnitude smaller than when the working gas is pure Ar.

Discussion and conclusions

1. According to equation (1) the electron distribution function is proportional to the second derivative of the probe characteristic multiplied by the square root of the probe voltage with respect to the plasma potential. For this reason the results presented in Figs. 7 and 8 show that at least two electron energy groups exist in the investigated Ar and 20 % n-hexane plasma. This phenomenon can be connected either with the time and space variation of the local electric field in the time unstable plasma or with the reaction between the excited and charged particles. For further explanation of this phenomenon additional experiments are needed. Nevertheless it can be expected that the occurrence of the two electron energy groups may have influence on the plasma polymerisation processes and therefore on the properties of resulting plasma polymer films.

2. The experimental results show that in the DC magnetron reactor plasma in the Ar and 20 % n-hexane working gas mixture at a pressure of 10 Pa and discharge current of 8 mA the regular instability has been observed, the frequency of which was approximately 32 kHz. Such instability in the Ar and n-hexane plasma in the glass discharge tube has not been observed. For explanation of the observed regular instabilities other experiments are necessary.

The observed time instability has influence on the electron energy distribution function (see Figs. 7 and 8) which caused a slight time variation of the electron density and the average electron energy (see Table 1) and can have, due to this, an influence on the thin films deposition processes. For this reason the time stability of the plasma in the magnetron reactor should be investigated in every particular case of the thin film deposition.

3. The results presented in Table 1 show that in the DC magnetron stainless steel reactor the electron average energy in the Ar and n-hexane plasma is by about one order of magnitude smaller than in the case in which the working gas is pure Ar. The shapes of probe characteristics presented in Fig. 6 confirm this result. On the other hand, the electron density in the DC magnetron stainless steel reactor is in the Ar and n-hexane plasma higher with respect to the case in which the working gas is pure Ar. The different plasma parameters of the Ar and n-hexane plasma with respect to the pure Ar plasma in the DC magnetron reactor prove the influence of the n-hexane admixture on the plasma processes. For further explanation of the observed phenomenon further experiments are necessary.

4. The comparison of experimental results obtained by the warm probe and by the cold probe shows that the method used for probe cleaning in the present paper is for our experimental conditions sufficient to keep the probe surface clean during the time interval of the probe characteristic measurement. Experimentally it has been found that degradation of the probe characteristic caused by the thin film is remarkable after several ten-second periods, which is approximately two orders of magnitude larger than the time interval of the probe characteristic measurement used.

5. The probe characteristic obtained by the warm probe is within experimental error identical to the probe characteristic measured by the cold probe immediately

after the probe surface cleaning procedure. Furthermore, it has been found experimentally that for the warm probe during the 20 minute interval no deformation of the probe characteristic shape was observed. This experimental fact shows that in the case of Ar and n-hexane plasma the heating of the probe up to relatively moderate temperature in the range of $(200-250)^{\circ}\text{C}$ is sufficient to suppress the deposition of the thin film on the probe surface. Such moderate heating of the probe hence prevents the deformation of the probe characteristic due to this effect. Experimental results also indicate that the heating of the plasma in the neighbourhood of the warm probe has no observable influence on the measured probe characteristic. The calculated magnitude of the electron current due to the thermal emission from the warm probe at the used temperature is very small in comparison with the electron and ion probe current components, and hence it can be neglected. The experimental results also show that the influence of the secondary emitted electrons on the probe characteristic is negligible. The warm probe heated up to the range of $(200-250)^{\circ}\text{C}$ can therefore possibly be used for *in situ* monitoring of the plasma parameters during the deposition processes. Prior to the measurements with the warm probe no preliminary cleaning procedure of the probe surface is necessary. On the other hand, the disturbance of the plasma by the warm probe is higher than if the cold probe were used.

This report was financially supported by grant 202/97/1011, 202/98/0116 and 202/98/0666 of the Grant Agency of Czech Republic, by the grant 75/98 of the Grant Agency of Charles University and by project COST 516. This work has been done within the framework of Association for Education, Research and Application in Plasma Chemistry.

References

- [1] A.M. Wrobel and M.R. Wertheimer: *Plasma Deposition, Treatment and Etching of Polymers* (Ed. R. d'Agostino), Academic Press, Boston, 1990, p. 269.
- [2] W. Pische: in *Current and Possible Applications in Plasma Processing of Polymers* (Eds: R. d'Agostino, P. Favia, and F. Francasi), NATO ASI Series, Series E: Applied Sciences, Vol. 346, Kluwer Academic Publisher, Netherlands, 1997, p. 505.
- [3] R. d'Agostino, F. Caramosa, and F. Francasi: in *Current and Possible Applications in Plasma Processing of Polymers* (Eds: R. d'Agostino, P. Favia, and F. Francasi), NATO ASI Series, Series E: Applied Sciences, Vol. 346, Kluwer Academic Publisher, Netherlands, 1997, p. 3.
- [4] P. Favia: in *Current and Possible Applications in Plasma Processing of Polymers* (Eds: R. d'Agostino, P. Favia, and F. Francasi), NATO ASI Series, Series E: Applied Sciences, Vol. 346, Kluwer Academic Publisher, Netherlands, 1997, p. 487.
- [5] H. Biederman, P. Hlídaek, J. Zemek, D. Slavínská, J. Ježek, P. Zakouřil, and J. Glosík: *Vacuum* **46** (1995) 1414.
- [6] H. Biederman, P. Hlídaek, J. Pešička, D. Slavínská, V. Studžia, and J. Zemek: *Vacuum* **47** (1996) 1453.

- [7] J. Kalčík: Czech. J. Phys. **45** (1995) 241.
- [8] U. Flander and K. Wiesemann: Plasma Chem. Plasma Process. **15** (1995) 123.
- [9] V.A. Godyak, R.B. Piejak, and B.M. Alexandrovich: Plasma Sources Sci. Technol. **1** (1992) 36.
- [10] P.R. Smy and J.R. Greig: J. Phys. D **1** (1968) 351.
- [11] J.I. Fernandez Palop, J. Ballesteros, V. Colomer, and M.A. Hernandez: Rev Sci. Instrum. **66** (1995) 4625.
- [12] H.M. Mott-Smith and I. Langmuir: Phys. Rev. **28** (1926) 727.
- [13] M.J. Druyvesteyn: Z. Phys. **64** (1930) 781.
- [14] J.M. Kagan and M. Perel: Usp. Fiz. Nauk **81** (1963) 409.

Příloha III

Investigation of RF and DC plasma – jet system during deposition of highly oriented ZnO Films.

Investigation of RF and DC plasma jet system during deposition of highly oriented ZnO thin films

M. Čada^{a,b}, Z. Hubička^{a,*}, P. Adámek^c, P. Ptáček^a, H. Šichová^{a,b}, M. Šícha^{a,b}, L. Jastrabík^a

^a*Institute of Physics Academy of Sciences of the Czech Republic, Na Slovance 2, 182 21 Prague 8, Czech Republic*

^b*Faculty of Mathematics and Physics, Charles University, Prague, Czech Republic*

^c*Department of Physics, University of South Bohemia, College of Education, Jeronýmova 10, České Budějovice 37115, Czech Republic*

Abstract

RF and DC plasma jet sputtering systems were investigated as sources for deposition of ZnO thin films. Deposited zone films have a strong orientation of hexagonal crystallites with the 'c' axis perpendicular to the substrate surface. Temperature of the substrate did not exceed 150 °C during the deposition. Langmuir probe measurement performed at the substrate revealed two groups of electrons with different temperatures in the DC plasma jet. A single group of electrons was found in the RF plasma jet system. Electron concentration in the RF jet was found to be about $n_{\text{eRF}} \approx 5 \times 10^9 - 10^{10} \text{ cm}^{-3}$ with temperature $T_{\text{eRF}} \approx 2.5 - 3.5 \text{ eV}$. In the DC plasma jet, concentration of cold electrons was usually $n_{\text{ec}} \approx 10^9 \text{ cm}^{-3}$ with temperature $T_{\text{ec}} \approx 0.5 \text{ eV}$ and concentration of hot electrons was $n_{\text{eh}} \approx 10^8 \text{ cm}^{-3}$ with temperature $T_{\text{eh}} \approx 2 - 3.5 \text{ eV}$. Photographs also confirmed that the plasma density is higher in the position of the substrate in the RF jet than in the DC jet. Other obtained macroscopic parameters as plasma potential and floating potential relative to the grounded reactor are presented.

© 2003 Elsevier Science B.V. All rights reserved.

Keywords: Plasma jet; ZnO thin films; Langmuir probe; Hollow cathode discharge

1. Introduction

The low-pressure RF plasma jet sputtering system was already used for many PVD thin films deposition, for example, TiN [1], Cu₃N [2] and CN_x films [3]. Recently, a DC plasma jet system was used for the reactive sputtering of semiconductor Si:H films with electronic quality by using a silicon hollow cathode [4,5].

One possible application of ZnO films is based on their piezoelectric properties. These films are useful for fabrication of selective filters [6,7], for example, or resonators [8]. Some basic requirements of the ZnO films with high piezoelectric properties are, highly oriented hexagonal structure of the film with c-axis normal to the substrate [9,10], high density and good adhesion [9]. One of the approaches of ZnO deposition is, for example, DC and RF magnetron sputtering [11,12].

This work will describe the investigation of properties of the DC and RF plasma jet sputtering systems by

means of a Langmuir probe (LP) measurement. This study was performed for conditions used by deposition of highly oriented ZnO films.

2. Description of experimental procedure

The experimental configuration of both RF and DC plasma jet systems for the deposition of ZnO thin films is drawn in Fig. 1. A cylindrical zinc nozzle with internal diameter 3 mm is connected with an electrode powered by either the RF source with frequency 13.56 MHz or with the DC current source. The working gas mixture Ar + O₂ was fed into the pumped reactor through the zinc nozzle. The substrate was placed perpendicular to the cylindrical axis of the plasma jet 35 mm from the nozzle outlet.

A DC hollow cathode discharge was excited in the nozzle, when the DC source was used. Conductive poles of magnets placed at the nozzle outlet were electrically grounded and worked as an anode together with the grounded auxiliary ring electrode (Fig. 1). Static magnetic field between the poles was $B \approx 1.5 \times 10^{-2} \text{ T}$ in the intersection of the 'o' axis (Fig. 1) and the cylin-

*Corresponding author. Tel.: +420-2660-52995; fax: +420-2865-81448.

E-mail address: hubicka@fzu.cz (Z. Hubička).

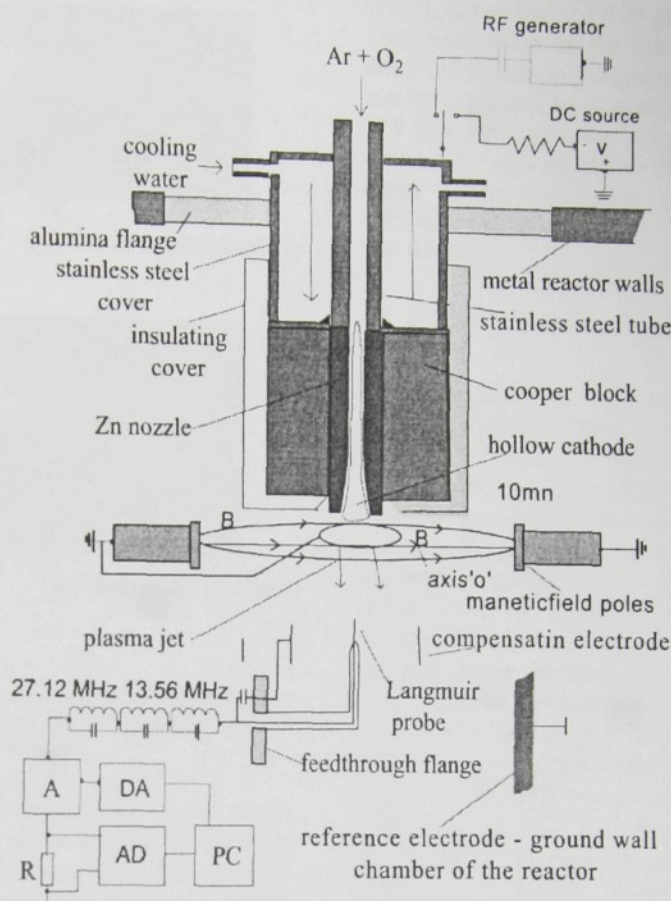


Fig. 1. Experimental setup of RF and DC plasma jet system (A, insulating amplifier, $R=150\ \Omega$).

drical axis of the nozzle. Due to this magnetic field, electron diffusion was reduced towards the substrate across the magnetic lines.

When the RF source was used, an intensive RF hollow cathode discharge was generated inside the Zn nozzle on the background of the primary capacitive RF discharge excited in the volume of the reactor [3]. The magnetic field with all the electrode configuration was kept analogous with the previous DC plasma jet configuration. Photographs of the RF and DC plasma jets, respectively, are shown in Fig. 2. RF and DC hollow cathode discharges, in combination with various configuration of magnetic field were also used by other authors [13,14]. The incoming working gas forces this RF and DC hollow cathode discharge out of the nozzle into the reactor chamber and the plasma jet interacts with the substrate. Zn nozzle is reactively sputtered due to RF or DC high-density hollow cathode discharge. ZnO thin films were deposited by these RF and DC plasma jet on single crystal Si and SiO₂ glass substrates. The substrate was electrically floating and its temperature did not exceed 150 °C during the deposition. Deposition was done at analogous conditions as per the below-men-

tioned measurement by LP. Experiments with the RF jet were performed for two magnitudes of the applied RF power $P_{RF}=100$ and 200 W. The DC plasma jet was operated for the constant total discharge current $I_d=200$ mA.

For both RF and DC excitation modes, constant argon mass flow through the Zn nozzle was set on $Q_{Ar}=40$ sccm and oxygen mass flow Q_{O_2} was varied in the range from $Q_{O_2}=5$ to 64 sccm. LP measurement was also done for $Q_{O_2}=0$ sccm. Gas pressure in the reactor was held constant on $p=6$ Pa.

Parameters of ZnO films were measured by electron microprobe and XRD diffraction in Bragg–Brentano (BB) and grazing incidence (GI) setup [2].

After ZnO samples were deposited, the substrate was replaced by the cylindrical LP. This one was placed in the position of the substrate on the plasma jet cylindrical axis (Fig. 1). The diameter of the platinum probe was 0.1 mm and the length was 3 mm. High impedance filters and a metallic hollow cylindrical compensation electrode connected with the LP through the capacitance was used as the passive compensation of RF oscillations [15]. The metallic reactor worked as a reference elec-

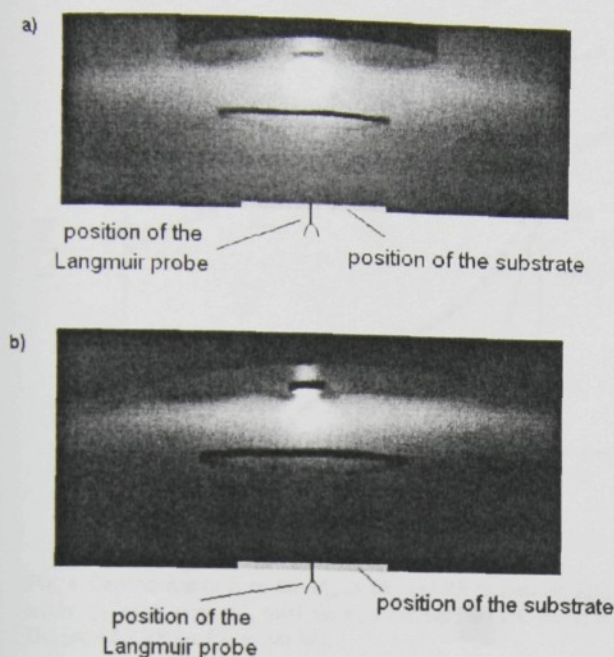


Fig. 2. Photograph of the light emission from the RF and DC plasma jet system (a) RF plasma jet system, (b) DC plasma jet system ($P_{RF}=200$ W, $Q_{O_2}=16$ sccm, $Q_{Ar}=40$ sccm).

trode for LP. Electron current dependence on the probe voltage gained from the total probe current by subtracting of extrapolated ion current was used for analysis. Magnetic field, which was lower than $B < 7 \times 10^{-3}$ T at the substrate and its effect was neglected in conditions used [16]. Cleaning of the LP was done at high negative voltage on LP by sputtering before each scan of the particular characteristic.

3. Results and discussion

3.1. Results of deposition ZnO

Both DC and RF plasma jet resulted in deposition of ZnO thin films on the Si and quartz glass substrates. Presence of Zn and O in the films was confirmed by electron microprobe analysis. Deposition rate in the case of the RF plasma jet was typically ≈ 1.2 $\mu\text{m}/\text{h}$ for the $P_{RF}=200$ W. Deposition rate for the DC plasma jet was ≈ 1 $\mu\text{m}/\text{h}$. We have deposited films with thickness ≈ 1 μm . Diffraction patterns obtained in GI geometry confirmed the presence of ZnO hexagonal crystalline phase in all the films deposited by the RF and DC jet on Si and SiO_2 . Diffraction patterns in BB geometry of two ZnO samples deposited by the RF jet and DC jet, respectively, can be seen in Fig. 3. For comparison, there are also presented the diffraction lines of ZnO standard, which is a randomly oriented poly-crystal of hexagonal ZnO. Diffraction patterns in BB geometry are characterized by only one strong reflection line 0 0 2

(ZnO). Other lines (1 0 0) and (1 0 1) were very weak. This distribution of the relative integral intensities of these reflections in comparison with the ZnO standard can be explained by the strong preferred orientation of (0 0 1) crystallographic plane parallel to the substrate surface ('c' axis normal to the substrate surface). Analogous strong orientation was observed at all the remained investigated ZnO films deposited by the DC and RF jet.

3.2. Results of measurement of the plasma jet parameters

Electron current I_e collected by LP in dependence on the probe voltage relative to the plasma U_{ps} in a typical case of the DC and RF plasma jet can be seen in Fig. 4. Character of I_e dependence was qualitatively similar for other presented conditions in either RF or DC jet.

It can be seen that the approximate model of two Maxwellian groups of hot and cold electrons can be applied in the DC jet. This bi-Maxwellian model is only an approximation and can be used only in the limited energetic range where I_e signal could be reliably separated from the extrapolated ion current. Similar model of two electron groups was found in many plasma systems as for example in the hollow cathode magnetron [14] or in the microwave excited plasma above multipolar magnetic field [17]. Log I_e was linearly extrapolated from higher negative probe voltage up to plasma potential. Extrapolated electron current I_{eh} of the hot group was subtracted from total I_e and I_{ec} of the cold electrons was obtained. Slopes of $\ln I_{eh}$ and $\ln I_{ec}$ were used for calculation of hot T_{eh} and cold T_{ec} electron temperatures, respectively. I_{ehs} and I_{ecs} saturation currents at $U_{ps}=0$ V were used for concentration determi-

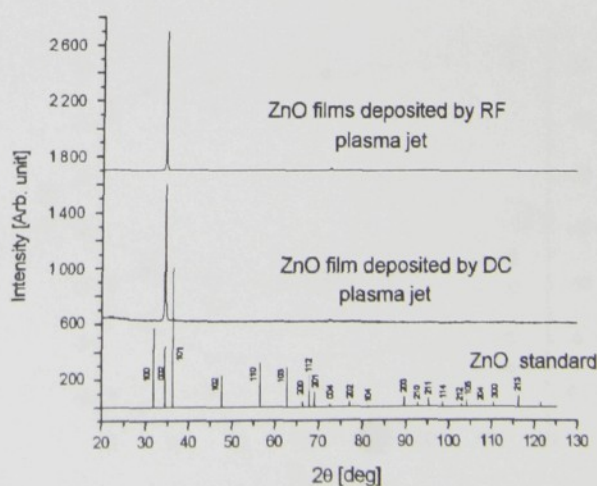


Fig. 3. XRD diffraction lines in BB geometry for ZnO deposited on SiO_2 by RF jet ($P_{RF}=200$ W, $Q_{O_2}=64$ sccm, $Q_{Ar}=40$ sccm) and DC jet ($I_d=200$ mA, $Q_{O_2}=64$ sccm, $Q_{Ar}=40$ sccm).

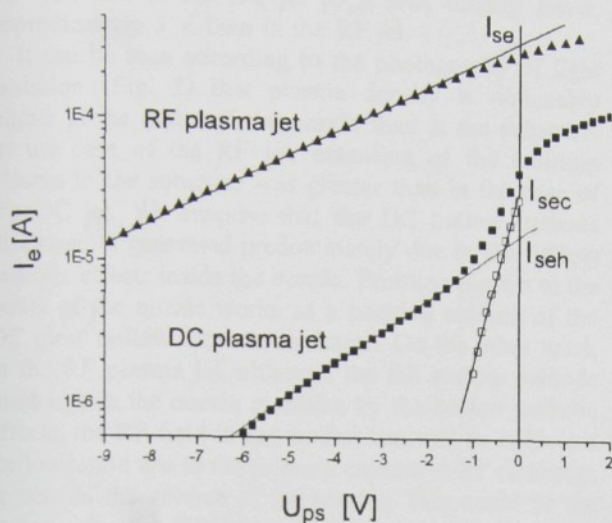


Fig. 4. Dependence of I_e on the U_{ps} in DC and RF plasma jet, respectively, $Q_{O_2} = 16$ sccm, (I_{et} total electron current (■) DC jet; (□) I_{ec} DC jet; (▲) RF jet $P_{RF} = 100$ W).

nation of the hot n_{eh} and cold n_{ec} electrons, respectively, according formulas in Ref. [17].

In the case of the RF plasma jet, the approximate model of single Maxwellian group was used. It was characterized by single temperature T_{eRF} and electron concentration n_{eRF} . Electron concentration was calculated from the saturation electron current.

Dependences of n_{eh} , n_{ec} , n_{eRF} and T_{eh} , T_{ec} , T_{eRF} on Q_{O_2} can be seen in Fig. 5. It can be seen that the total electron concentration n_{et} in the DC jet is nearly approximately one order lower than in the RF jet where $n_{eRF} \approx 5 \times 10^9 - 10^{10} \text{ cm}^{-3}$. Concentration of n_{eh} in the DC jet was even lower $n_{eh} \approx 2 \times 10^8 \text{ cm}^{-3}$. Approximately 80% of electrons in the DC jet belonged into the cold group with the low temperature $T_{ec} \approx 0.5$ eV. Exception was the case when $Q_{O_2} = 5$ sccm. Concentration n_{et} and n_{eRF} decreased for this particular Q_{O_2} and the drop was the most apparent for the cold electron group in the DC jet. In this case, n_{ec} was exceptionally lower than n_{eh} . T_{eRF} for both magnitude of the RF power together with T_{ec} increased for this particular Q_{O_2} . It supports the idea that this effect is not an error in measurement. Furthermore, the effect was repeatable.

Obtained macroscopic parameters as plasma potential U_{pl} relative to the reactor and floating potential U_{pn} relative to the plasma are presented in Fig. 6. It can be seen that these measured macroscopic parameters did not exhibit any significant exception for $Q_{O_2} = 5$ sccm. Furthermore, the results obtained from XRD analysis at deposited films under $Q_{O_2} = 5$ sccm did not differ from those deposited for remained Q_{O_2} . More detailed understanding of processes in the Zn hollow cathode and

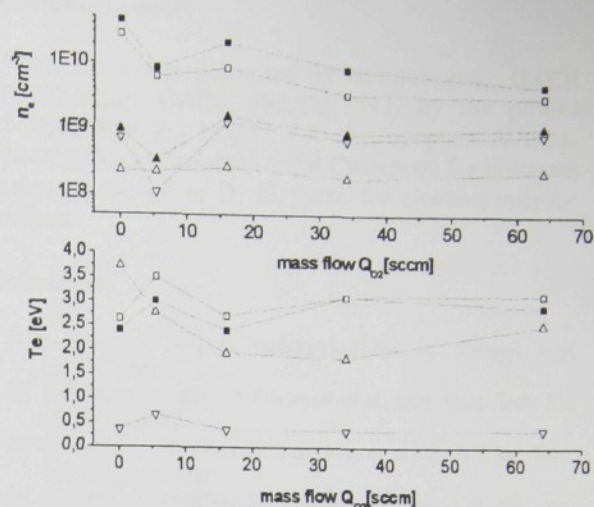


Fig. 5. Dependence of electron concentration n_e in DC and RF jet on the Q_{O_2} (n_{eh} DC jet (Δ); n_{ec} DC jet (∇); n_{et} DC jet ($\blacktriangle$); n_{eRF} RF jet $P_{RF} = 100$ W ($\square$); n_{eRF} RF jet $P_{RF} = 200$ W ($\blacksquare$)). Dependence of electron temperature T_e in DC and RF jet on the Q_{O_2} (T_{eh} in DC jet (Δ); T_{ec} DC jet (∇); T_{eRF} RF jet $P_{RF} = 100$ W ($\square$); T_{eRF} RF jet $P_{RF} = 200$ W ($\blacksquare$)).

plasma jet will be necessary for explanation of this effect.

It can be seen that $U_{pl} \approx 25-30$ V is apparently higher in the RF jet than in the DC jet where $U_{pl} \approx -1$ to $+2.5$ V. U_{pl} carries information about potential energy of positive ions relative to the reactor. Ions can gain this energy before hitting of all the grounded surfaces in this region. U_{pn} carries information about accelerating energy of positive ions hitting the growing ZnO films since the substrate was floating in our experimental setup. It can

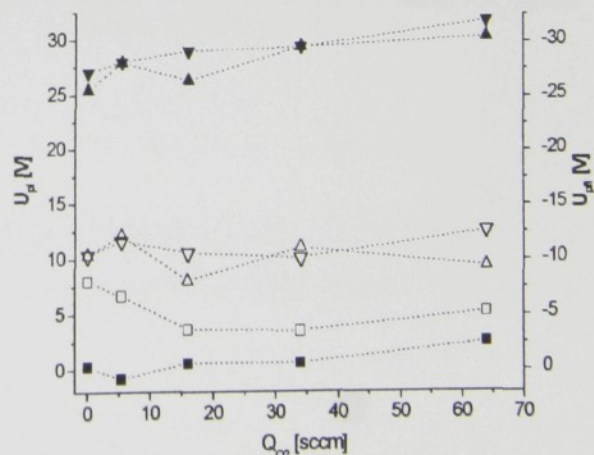


Fig. 6. Dependence of U_{pl} and U_{pn} on Q_{O_2} (U_{pl} RF jet $P_{RF} = 100$ W ($\blacktriangle$); U_{pl} RF jet $P_{RF} = 200$ W ($\blacktriangledown$); U_{pl} DC jet ($\blacksquare$); U_{pn} RF jet $P_{RF} = 100$ W (Δ); U_{pn} RF jet $P_{RF} = 200$ W (∇); U_{pn} DC jet ($\square$)).

be seen that in the DC jet $|U_{pn}|$ was usually lower, approximately 5 V, than in the RF jet.

It can be seen according to the photography of light emission (Fig. 2) that plasma density is noticeably higher at the outlet of the nozzle than at the substrate. In the case of the RF jet, extension of the emitting plasma to the substrate was greater than in the case of the DC jet. We suppose that the DC hollow cathode discharge is generated predominately due to the hollow cathode effects inside the nozzle. Emitting plasma at the outlet of the nozzle works as a positive column of the DC glow hollow cathode discharge. On the other hand, in the RF plasma jet, although the RF hollow cathode discharge in the nozzle is driven by the hollow cathode effects, the RF field in the reactor can still be sufficient for ionisation due to the primary capacitive RF discharge present in the volume of the reactor. This could be the reason why the RF active discharge region is not so well divided from the substrate as in the case of DC jet.

4. Conclusion

Parameters of the RF and DC plasma jet systems were investigated by deposition of ZnO thin films. XRD analysis confirmed presence of hexagonal crystalline phase with the strong orientation of axis 'c' normal to the substrate in ZnO films. Investigation of the plasma jets by LP revealed quite a different character of electron distribution function in the DC and RF plasma jet. In the case of the DC jet, hot and cold Maxwellian groups of electrons were found. In the case of the RF jet, only one Maxwellian group appeared with $T_e \approx 2.5$ eV. In the DC jet (except of one case $Q_{O_2} = 5$ sccm), approximately 80% electrons belonged to the cold group with very low temperature $T_{ec} = 0.5$ eV. Furthermore, LP results supported by photographs revealed that the total electron concentration n_{et} in the DC jet was significantly lower than electron concentration n_{eRF} in the RF jet.

Acknowledgments

This work was supported by postdoc grant GACR 202/02/P021, GACR 202/00/1592, by the project LN00A015 of the MSM CR and by grant AVOZ1-010-921. We are indebted to Dr Chvostová for thickness measurement and to Dr K. Jurek for electron microprobe analysis.

References

- [1] L. Bárdoš, S. Berg, H. Baránková, J. Vac. Sci. Technol. A 11 (1993) 1486.
- [2] L. Soukup, M. Šícha, F. Fendrych, et al., Surf. Coat. Tech. 321 (1999) 116–119.
- [3] Z. Hubička, M. Šícha, L. Pajasova, et al., Surf. Coat. Tech. 142 (2001) 681–687.
- [4] G. Pribil, Z. Hubička, R.J. Soukup, N.J. Ianno, J. Vac. Sci. Technol. A 19 (2001) 1571.
- [5] Z. Hubička, G. Pribil, R.J. Soukup, N.J. Ianno, Surf. Coat. Tech 160 (2002) 114.
- [6] C. Weisse, E. Feschner, Thin Solid Films 32 (1976) 116–119.
- [7] Y.W. Park, S.J. Yoon, W.K. Choi, B.H. Cho, C.Y. Park, J. Korean, Phys. Soc. 35 (1999) 517–520.
- [8] Y. Song, E.S. Kim, K. Kapila, J. Electron. Mater. 24 (1995) 83–86.
- [9] F.S. Hickernell, Proc. IEEE 64 (1976) 70–76.
- [10] B.M. Han, S. Chang, S.Y. Kim, Thin Solid Films 338 (1999) 265–268.
- [11] T. Nakada, Y. Ohkubo, A. Kunioka, Jpn. J. Appl. Phys. 30 (1991) 3344–3348.
- [12] S.H. Park, B.Ch. Seo, G. Yoon, J. Vac. Sci. Technol. A 18 (2000) 2432.
- [13] L. Bárdoš, H. Baránková, S. Berg, Appl. Phys. Lett. 70 (1997) 577.
- [14] J.W. Bradley, D.M. Willett, Y.A. Gonzalvo, J. Vac. Sci. Technol. A 17 (6) (1999) 3333–3339.
- [15] P. Špatenka, Czech. J. Phys. B 38 (1988) 996–1003.
- [16] M. Novak, M. Šícha, V. Kapicka, L. Jastrabík, L. Soukup, Z. Hubička, M. Kilma, P. Slavicek, A. Brablec, J. de Physique IV 7 (C4) (1997) 331–339.
- [17] T. Lagarde, Y. Arnal, A. Lacoste, J. Pelletier, Plas. Sources Sci. Technol. 10 (2001) 181–190.

Příloha IV

A surfatron plasma source for material processing and biomedical application

V. Stranak¹, M. Tichy², P. Adamek¹, J. Blazek¹, P. Kriz¹

¹Department of Physics, University of South Bohemia, Jeronymova 10,
371 15 Ceske Budejovice, Czech Republic

²Faculty of Mathematics and Physics, Charles University, V Holesovickach 2,
180 00 Praha 8, Czech Republic
e-mail: stranv00@centrum.cz

Abstract

We present surfatron-based plasma source and preliminary results of probe diagnostic of generated plasma. Plasma is formed from the argon gas flowing through a quartz tube, which is placed in the surfatron cavity. The plasma inside the quartz tube is then sustained further downstream by a surface wave, which propagates along the plasma column. This arrangement enables to create comparatively energetic plasma at the (relatively) remote exit of the quartz tube. We made single and double probe measurements in the plasma exiting from the nozzle at argon pressure several kPa and microwave power around 20 W. These measurements yielded the electron temperature around 1 eV and the electron density around $2 \times 10^{15} \text{ m}^{-3}$.

Introduction

At present plasma as an active medium, which interacts directly with a living tissue, is, as a rule, not exploited in medicine. As an exception it is possible to quote the probational use of the stream of thermal plasma for sterilisation and coagulation of superficial wounds [1,2]. Plasma technologies are, however, widely applied for deposition of polymer layers on the arterial and bone prostheses for increase of so-called biocompatibility, i.e. for better facilitation of the intergrowth of the prosthesis with the living tissue. Also, material, which is expected to remain in the human body for a long time, eventually lifelong, arouses - thanks to its improved biocompatibility - less declinatory reactions from the living organism. Instrumentarium made of a material like that represents reduced risk of the abridgement or failure of its desired function. As an example it is possible to present the metallic reinforcements (stents), which are applied in the artery lumen as a therapy for stenosis. In this example in some cases occurs - in frame of an excessive reaction of the artery wall, which so far is not medically treatable - the iterative stenosis. Recently, attempts were made to apply plasma to a tissue directly [3].

On the other hand the direct application of RF sources is known to medicine for a longer time already - RF surgical tools (cauteries) have the advantage in painlessness and automatic sterilisation of the incision, diathermy makes local RF heating of the living tissues. Plasma is also applied in medicine indirectly, e.g. in special light sources for therapeutic purposes.

It is possible to expect that after first trials it will become possible to exploit low-temperature plasma in medicine not only for sterilisation of wounds - i.e. de facto just removal of the unsound cells - but also for modification of cell tissues. Low-temperature plasma is suitable for such purpose since it is possible to be created at room temperature using (for human body) safe voltages/currents and common safe gases like air, oxygen or rare gases.

We attempted to construct a microwave plasma source, which in principle works at atmospheric pressure, i.e. it is applicable to medicine. Indeed, similar plasma source has already been applied for sterilisation [4]. We describe the experimental system and preliminary results of probe diagnostic of generated plasma at reduced pressure.

Experimental set-up

In principle surfatron is toroidal resonator. Fig. 1 shows surfatron cross-section. The body of the surfatron consists of two metal cylindrical coaxial sections. The tuning elements are movable plunger and coupler. That enables easy matching of the surfatron loaded with plasma to the output impedance of a microwave generator. In general, surfatrons represent for the

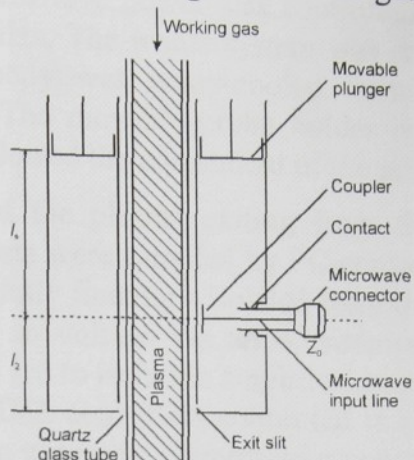


Figure 1. Axial cross-section of a surfatron.

generator a matched load so that the reflected power is near zero. No matching unit is therefore necessary. The microwave power interacts with the working gas, which flows through quartz tube, via a slit that is situated at the bottom of the surfatron body, and ionises it. The azimuthally symmetric surface wave then sustains plasma also further downstream of the cavity. For more detail see [5,6].

We used commercial (Sairem) surfatron and 300W microwave generator (GMP 03) and Ar and He as working gases. Gas flow was controlled by a MKS flow-controller. A quartz tube

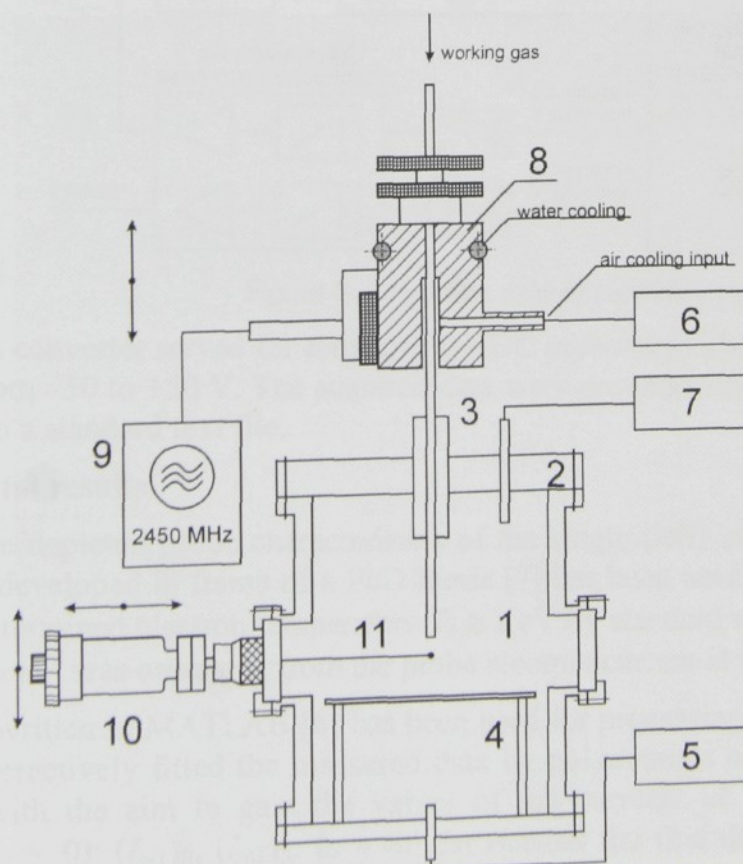


Figure 2. The diagram of the experimental set-up. 1 vacuum recipient, 2 plastic flange, 3 PTFE feed-through, 4 movable table, 5 vacuum pump, 7 manometer, 8 surfatron, 9 microwave generator, 10 probe holder, 11 Langmuir probe.

was inserted into surfatron cavity (quartz is a recommended material for its low dielectric losses and high temperature resistance). The outlet of the tube was situated in a cylindrical vacuum vessel (recipient) with four viewing ports, see Fig. 2. The upper flange of the vessel was made of plastic; otherwise the metal flange would prevent the surface wave from propagating into the vessel. The vessel volume was pumped by rotary vacuum pump down to about 4 kPa. The applied microwave power was controllable in the range from 0 to 300 W and its frequency was 2.45 GHz. The whole system was screened by means of a perforated copper tin. The surfatron body was water-cooled from the outside and air-cooled by pressurised air from inside. The movable probe holder was fixed at one of the recipient windows. The probe holder allowed the adjustment of the probe position in three dimensions.

We carried out diagnostic of the plasma exiting from the nozzle by single and double Langmuir probe. The probe data were sampled by PC-controlled measuring system shown in Fig. 3. The probe circuit was fully floating - isolated from the control part of the system. The probe current was converted to voltage via an operational amplifier with low input bias current. Its output voltage was fed to isolation amplifier, amplified and measured by the 12-bit A/D converter. Two floating D/A converters connected in series formed the probe bias. The first D/A converter - waveform generator - generated a variable probe bias in 1024 levels. The

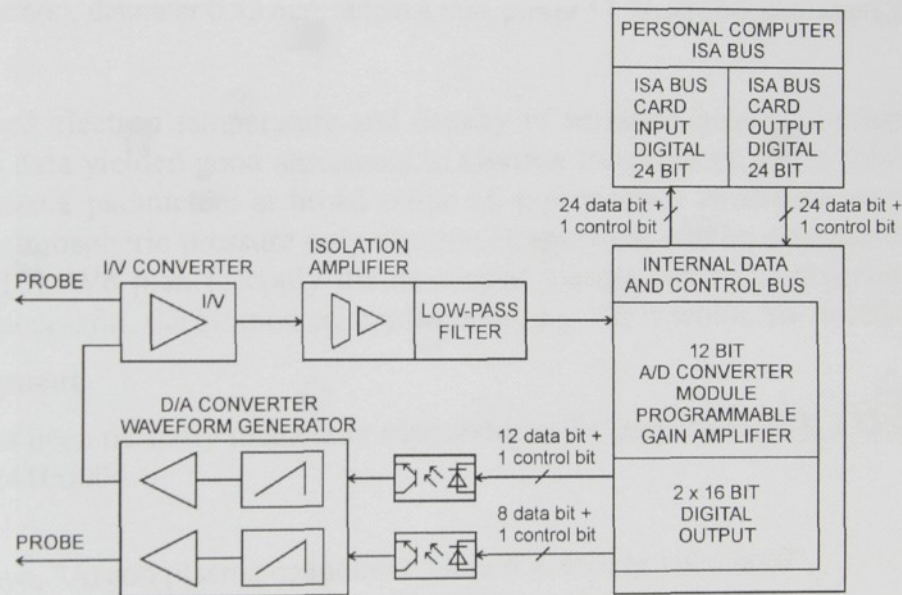


Figure 3. The probe data acquisition system.

second D/A converter served for setting of the DC probe bias. The achieved span of the probe bias was from -50 to $+50$ V. The acquired data were pre-processed by the averaging methods and saved to a standard text file.

Experimental results

In Fig. 4 we depicted probe characteristics of the single (left) and the double (right) probe. A program developed in frame of a PhD thesis [7] has been used to process the single probe data. We determined electron temperature $T_e \approx 1$ eV by standard way and the electron density $n_e \approx 2 \times 10^{15} \text{ cm}^{-3}$ was estimated from the probe electron current at the plasma potential.

A program written in MATLAB [8] has been used for processing the double probe data. The program interactively fitted the measured data by polynomials of low degree, e.g. linear or quadratic, with the aim to gain the values of ion currents of each probe at the floating potential ($U_d = 0$): $(I_{pi1})_f$, $(I_{pi2})_f$. In a similar manner the first derivative $(dI_d/dU_d)_f$ and the first derivatives $(dI_{pi1}/dU_d)_f$ and $(dI_{pi2}/dU_d)_f$ were determined. The electron temperature T_e was then calculated using the following expression [9]:

$$\frac{k_B T_e}{q_0} = \left[2 \left(\frac{dI_d}{dU_d} \right)_f - \frac{1}{2} \left(\frac{dI_{pi1}}{dU_d} + \frac{dI_{pi2}}{dU_d} \right)_f \right]^{-1} \frac{2(I_{pi1})_f (I_{pi2})_f}{(I_{pi1})_f + (I_{pi2})_f}.$$

Here k_B denotes the Boltzmann constant, q_0 the elementary charge, other symbols have already been defined above. The program also enabled to test the sensitivity of the computed temperature T_e to the choice of the fitted intervals and fitting functions. In our case the estimated electron temperature was $T_e \cong 0.9$ eV. No noise-reducing digital filters were applied.

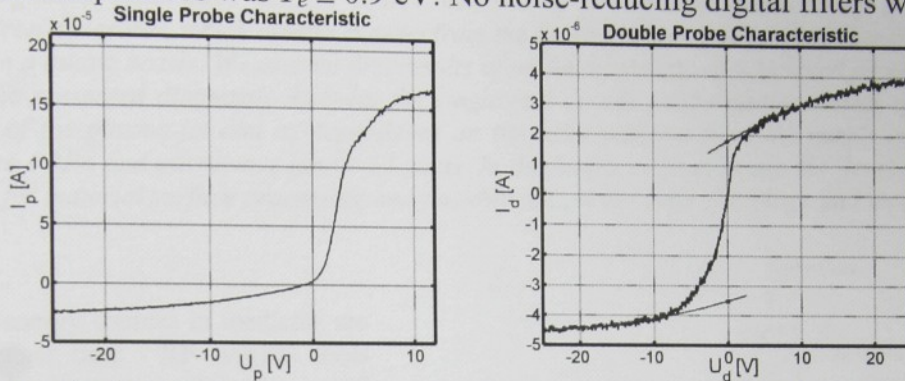


Figure 4. The single- and double-probe characteristics of surfatron-generated plasma. Tungsten cylindrical probe(s), diameter 0.13 mm, length 4 mm, power 17 W, Ar flow 600 sccm, pressure 4 kPa.

Conclusion

We determined electron temperature and density of surfatron-generated plasma. Single and double probe data yielded good agreement in electron temperature. In the future we intend to determine plasma parameters at broad range of experimental conditions up to atmospheric pressure. At atmospheric pressure only electron temperature will be determined from double-probe data [10]. We plan to apply the developed plasma source to processing of material surfaces. If successful, the biomedical applications, e.g. sterilisation, are possibly undertaken.

Acknowledgment

This work has been partially financially supported by the projects GAUK 173/02/B FYZ MFF and MSM 124100004.

References

- [1] J.D. Wayne, "Argon plasma coagulator: should everyone have one?", *Surgical Technology International VII*, (1998), p. 1.
- [2] M.J. Sessler, H.-D. Becker, I. Flesch, K.-E. Grund, "Therapeutic effects of argon plasma coagulation on small malignant gastrointestinal tumors", *J. Cancer. Res. Clin. Oncol.* **121** (1995) 235.
- [3] E. Stoffels, A.J. Flikweert, W.W. Stoffels, G.M.W. Kroesen, "Plasma needle: a non-destructive atmospheric plasma source for fine surface treatment of (bio)materials", *Plasma Sources Sci. Technol.* **11** (2002) 1-6.
- [4] S. Moreau, M. Moisan, M. Tabrizian, et al., "Using the flowing afterglow a plasma to inactivate *Bacillus subtilis* spores: Influence of the operating conditions", *J. Appl. Phys.*, **88** (2000) 1166.
- [5] M. Moisan, J. Pelletier, "Microwave excited plasma", Elsevier, Amsterdam 1999 (second impression).
- [6] A. Ricard, "Reactive plasmas", Societe Francaise du Vide, Paris 1996.
- [7] P. Kudrna, PhD Thesis, Faculty Mathematics and Physics, Charles University, Prague, Czech Republic (1996) (in Czech).
- [8] Programme documentation. Using MATLAB. The MathWorks Inc. USA 2000.
- [9] E.O. Johnson, L. Malter, *Phys. Rev.* **80** (1950) 58.
- [10] S. Klagge, M. Tichý, *Czech. J. Phys.* **B 35** (1985) 988 (in German).

3. Results of experiments

Single and double probe data yielded good agreement in electron temperature. Double probe method, however, is known to be much less sensitive to higher neutral gas pressure [7] compared to the single probe one. For this reason we determined the radial dependences of T_e

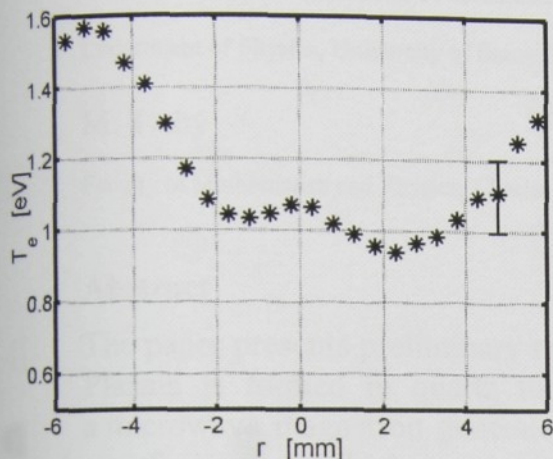


Fig. 2. The radial course of electron temperature derived from double probe data at the distance 4 mm from the nozzle exit; $r = 0$ denotes the tube axis.

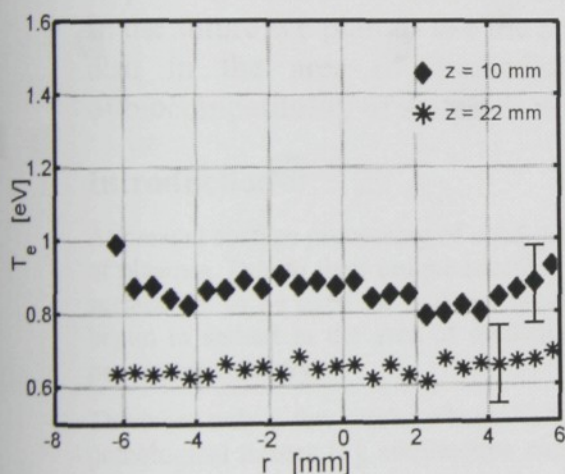


Fig. 3. The radial course of electron temperature derived from double probe data at distances 10 mm and 22 mm from the nozzle exit; $r = 0$ denotes the tube axis.

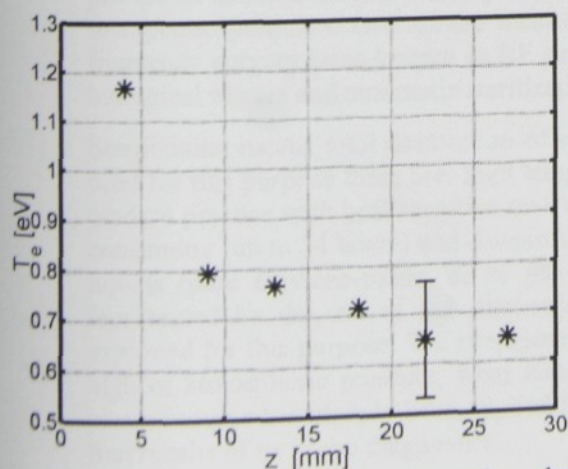


Fig. 4. Dependence of the measured electron temperature averaged over the plasma diameter on the distance from the nozzle exit.

shown in Fig. 2 and Fig. 3 by double probe measurements. Probes were inserted into the flow from the edge to the centre of plasma column. (In Figs. 2,3 from the left hand side of the pictures.) Experimental conditions were as follows: working gas Ar, absorbed power 17 W, flow rate 600 sccm, pressure in the recipient 4 kPa, inner diameter of the quartz tube 6 mm, outer diameter 8 mm. The electron temperature averaged over the radius was also calculated and then plotted vs. the distance from the nozzle exit, see Fig. 4.

4. Discussion and conclusion

We determined electron temperature and density of surfatron-generated plasma column. We measured the radial dependences of electron temperature at several distances from the nozzle exit by double probe method. The radial course of electron temperature near the outlet of the quartz tube exhibited two strong maximums at the plasma-jet edges and smaller but still distinct maximum at the axis (Fig. 2, $z = 4$ mm). This profile probably corresponds to azimuthally symmetric $m = 0$ mode of TM surface wave generated in the surfatron. The form of radial profile of electron temperature also qualitatively corresponds to spectroscopic measurements of Ar I emission at $\lambda = 549.6$ nm presented in [8]. At larger distances from the outlet the radial elec. temperature profile becomes flatter (Fig. 3) and the averaged electron temperature decreases (Fig. 4).

5. Acknowledgments

This work has been partially financially supported by the Grant Agency of Charles University, project GAUK 173/02/B FYZ MFF, and by the Ministry of Education, Youth and Sports, Research plan MSM 124100004.

6. References

- [1] M.J. Sessler, H.-D. Becker, I. Flesch, K.-E. Grund, "Therapeutic effects of argon plasma coagulation on small malignant gastrointestinal tumors", *J. Cancer. Res. Clin. Oncol.* **121** (1995) 235.
- [2] E. Stoffels, A.J. Flikweert, W.W. Stoffels, G.M.W. Kroesen, "Plasma needle: a non-destructive atmospheric plasma source for fine surface treatment of (bio)materials", *Plasma Sources Sci. Technol.* **11** (2002) 1-6.
- [3] S. Moreau, M. Moisan, M. Tabrizian, et al., "Using the flowing afterglow plasma to inactivate *Bacillus subtilis* spores: Influence of the operating conditions", *J. Appl. Phys.*, **88** (2000) 1166.
- [4] P. Kudrna, PhD Thesis, Faculty Mathematics and Physics, Charles University, Prague, Czech Republic (1996) (in Czech).
- [5] Programme documentation. Using MATLAB. The MathWorks Inc. USA 2000.
- [6] E.O. Johnson, L. Malter, *Phys. Rev.* **80** (1950) 58.
- [7] S. Klagge, M. Tichý, *Czech. J. Phys.* **B 35** (1985) 988 (in German).
- [8] M. Moisan, J. Pelletier, "Microwave excited plasma", Elsevier, Amsterdam 1999 (2nd impression).

Probe measurement of the characteristics of surfatron generated argon plasma

V. Straňák, P. Adámek, J. Blažek, M. Šerý, P. Špatenka

Department of Physics, University of South Bohemia, Jernýmova 10, 371 15 České Budějovice, Czech Republic

M. Tichý

Faculty of Mathematics and Physics, Charles University, V Holešovičkách 2, 180 00 Praha 8, Czech Republic

Abstract

The paper presents preliminary results of probe diagnostics of surfatron-based argon plasma. Plasma is formed in quartz tube, which is placed in the surfatron cavity powered by a microwave magnetron generator. The plasma inside the tube is sustained downstream by a surface wave, which propagates along the plasma column. We performed double probe measurement in the plasma exiting from the nozzle in different experimental setup: we determined electron temperature dependence on the axial and radial probe position with respect to the nozzle axis in broad range of vessel pressures and input microwave power. In the future we plan to use the surfatron plasma source for material processing and possibly also in the area of biomedicine (e.g. for sterilization of surgery tools, increasing of biocompatibility of materials used in prosthetics, coagulation of superficial wounds etc.).

Introduction

At present surface processing of solid-state samples belongs to the most important applications of assorted types of plasmas. Due to their unique reactivity and chemical interaction with materials, plasma is capable to treat the surface i.e. to be used for material deposition, surface cleaning or surface activation etc. Recently plasma has begun to spread in the area of medicine, biology and in another branches of industry (for example in food-processing industry).

There are only a few works where the stream of the plasma was directly applied to living tissue - treatment of pathological tissues [1], sterilization and coagulation of superficial wounds [2,3], removal of scared tissue etc. More frequently there are applied plasma-assisted polymer layer coatings on surgical implants with purpose to increase their biocompatibility [4]. These processes often reduce the risk of future complication with adoption of implants by a living organism. Further, plasma sterilization of medical or surgical equipment and bacterial decontamination of air are already known at this time and plasma sterilizers are being already commercially produced. In some cases it is also possible to apply plasma in medicine indirectly, e.g. in special light sources for therapeutic purposes. One of the most established methods of application of RF power in medicine is high frequency surgery (also known as RF surgery). Using RF surgery as state of the art for coagulation, cutting of biological tissues and automatic sterilization rapidly spreads [5].

Sterilization means total destruction of microorganisms and their spores. Among the most frequent techniques used for this purpose there are: high temperature, ultraviolet rays, high-energy radiation and the other factor. In modern practise with heat sensitive materials cold sterilization techniques are required. This sterilization is time-consuming (up to 24 hours) and dangerous for personal health and environment because of using toxic gases and liquids (pure ethylene-oxide, or its mixtures are used). One of the alternative techniques for sterilization is represented by the use of gas discharges. RF discharges [6] and microwave plasma discharges are mostly exploited for this purpose. We attempted to construct a microwave plasma source, which, in principle, works at high or atmospheric pressure, what makes it much easier applicable to medicine or industry. Indeed, similar plasma source has already been applied for sterilization [7]. Here we present this microwave plasma source and first results of its probe diagnostics.

Experimental arrangement

Our experiments were carried out with plasma generated by the surfatron fed by microwave power. In principle the surfatron is toroidal resonator the body of which consists of two metallic cylindrical sections. Two movable parts are used as tuning elements: the movable plunger and movable coupler connected with a microwave generator. Tuning elements enable matching of the surfatron loaded with plasma to the output impedance of a matched load so that the reflected power is near zero. A quartz tube (in our case 6 mm in inner and 8 mm in outer diameter) is inserted into a surfatron cavity and working gas flows through it. The microwave power is coupled from the resonator to the plasma via thin slit and causes ionisation of flowing gas in the quartz tube. Plasma created in this manner is sustained further downstream by a surface wave, which propagates along the plasma column [8,9]. We performed probe measurements of the plasma exiting from the nozzle outlet.

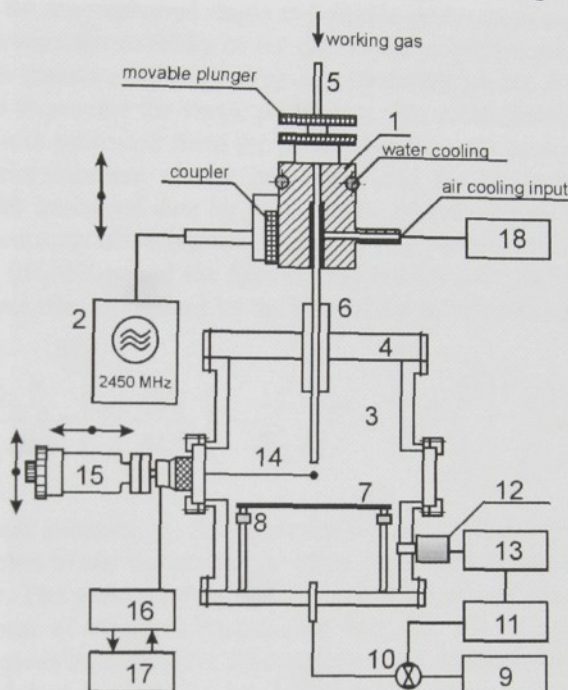


Fig. 1. Schematic diagram of the experimental arrangement. 1 surfatron body, 2 microwave generator, 3 vacuum recipient (vessel), 4 plastic flange, 5 quartz tube, 6 PTFE feed-through, 7 movable table, 8 PTFE separator, 9 vacuum pump, 10 VAT valve, 11 VAT control unit, 12 MKS Baratron, 13 MKS control unit, 14 Langmuir probes, 15 probe holder, 16 data acquisition system, 17 PC, 18 air compressor.

For generation of plasma we have used commercial (Sairem) surfatron (1) and microwave generator 300 W (GMP 03) (2) in configuration, which can be seen in Fig. 1. Experimental arrangement consists of a vacuum vessel (3) made from stainless steel. The upper flange (4) of the vessel is made of plastic in order to enable the propagation of the surface wave into the vessel. Four windows are provided in the vessel for observation of the discharge and as diagnostic ports for the probe feed-through and optical diagnostic. The outlet of the quartz tube (5) protrudes into vessel, using silicon O-ring sealed PTFE feed-through (6). As a working gas we used technical-grade argon. In the vessel there is vertical movable table (7) electrically isolated by the PTFE separator (8); isolation of the substrate table is important for single probe measurement. Working gas flow rate is controlled by MKS flow-controller. The volume of the vessel is pumped by a rotary vacuum pump (9) down to ultimate pressure of the order 10 Pa. The stepping-motor-controlled butterfly VAT valve (10) between the vessel and the pump controls the pumping speed thus allowing setting of the desired pressure independently of the working gas flow rate. The stepping-motor of the valve is controlled by VAT control unit PM-3 (11). Pressure in the vessel is sensed by MKS Baratron with an MKS control unit (12,13). There is a possibility to connect the MKS and the VAT control units feedback-wise, which keeps the desired pressure in the vessel automatically.

The diagnostics of plasma exiting from the nozzle has been accomplished by double probe measurements. Langmuire probes (14) made of tungsten wire were installed on a movable holder (15) allowing the adjustment of the probe position in three dimensions. The probe data were sampled by PC-controlled system (16, 17). The probe circuit was fully floating – isolated from the control part of the system. The current was converted to voltage via an operational amplifier with low input bias current. Its output voltage was fed to isolation amplifier,

amplified and measured by the 12-bit A/D converter. The step-like waveform source (D/A converter) generated variable probe bias in 1024 levels. The second D/A converter served for setting of the DC probe bias. The achieved span of the probe bias was from -25 to $+25$ V. The acquired data were pre-processed by the averaging methods and saved to a standard text file.

During operation with higher input power the surfatron body is cooled by flowing water, and the part of the quartz tube inside the surfatron is air-cooled by pressurised air from an air compressor (18). The whole system was screened by means of a perforated copper tin. For higher safety of the operator there was possibility to measure the power radiated outside the screening by Sairem microwave indicator.

Results of Experiments

At the beginning of our work we accomplished single and double probe measurement at low pressure. These first measurements were made to verify the usability of the developed experimental system. After this step we made diagnostics of plasma at higher pressure (up to 10 kPa) only by double probe. A program developed in frame of a PhD thesis [10] has been used to process the single probe data. We determined electron temperature by standard method and electron density was estimated from the probe electron current at the plasma potential. A program written in Matlab software development system has been used for processing the double probe data. The program interactively fitted the measured data by polynomials of low degree, e.g. linear or quadratic, with the aim to gain the values of ion currents of each probe at the floating potential ($U_d = 0$): $(I_{pi1})_f$, $(I_{pi2})_f$. By a similar technique the first derivative $(dI_d/dU_d)_f$ and the first derivatives $(dI_{pi1}/dU_d)_f$ and $(dI_{pi2}/dU_d)_f$ were determined. The electron temperature T_e was then calculated by the help of the following expression [11]:

$$\frac{k_B T_e}{q_0} = \left[2 \left(\frac{dI_d}{dU_d} \right)_f - \frac{1}{2} \left(\frac{dI_{pi1}}{dU_d} + \frac{dI_{pi2}}{dU_d} \right)_f \right]^{-1} \frac{2(I_{pi1})_f (I_{pi2})_f}{(I_{pi1})_f + (I_{pi2})_f}.$$

Here k_B denotes the Boltzmann constant, q_0 the elementary charge, other symbols have already been defined above. The program also enabled to test the sensitivity of the computed temperature T_e to the choice of the fitted intervals and fitting functions. The previous equation presents the basis of Matlab software applications, which served not only for estimation of electron temperature but also for values of saturated ion current. The knowledge about ion current gives us qualitative information about electron density. These applications are able to process the whole series of data received by the double probe. There was good congruence between results received from single and double probe characteristics.

One of our experiments was focused on measurement of the radial dependences of electron temperature at several distances from the nozzle exit by double probe method. The radial course of electron temperature near the outlet of the quartz tube proved two strong maximums at the plasma-jet edges and smaller but still distinct maximum at the axis, Fig. 2. This profile probably corresponds to azimuthally symmetric $m = 0$ mode of TM surface wave generated in the surfatron. The form of radial profile of electron temperature also qualitatively corresponds to spectroscopic measurements of ArI emission at $\lambda = 549.6$ nm presented in [7]. At larger distances from the outlet the radial elec. temperature profile becomes flatter, Fig. 3, and the averaged electron temperature decreases, Fig. 4.

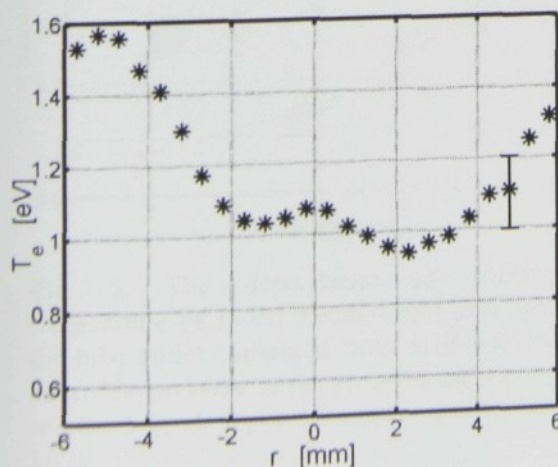


Fig.2.

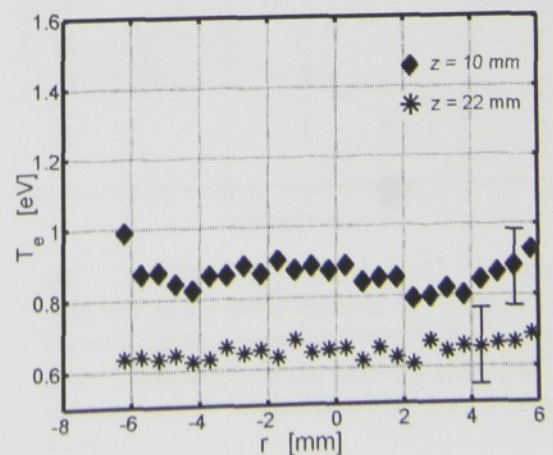


Fig.3.

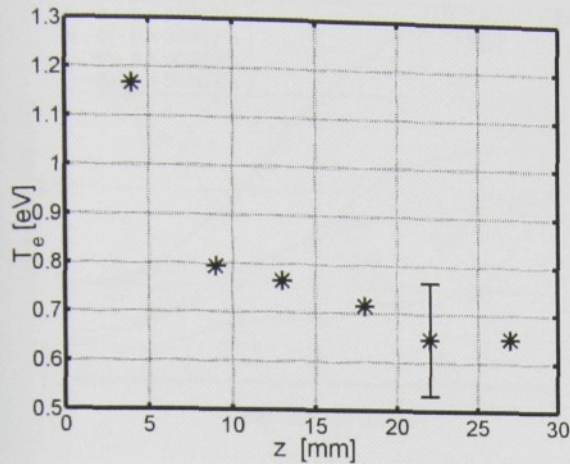


Fig. 2. The electron temperature computed from double probe data in the cross section at distance 4 mm from the outlet. $r = 0$ is axis of tube

Fig.3. The electron temperature computed from double probe data in the cross section at distance 10 mm and 22 mm from the tube outlet.

Fig.4. Dependence of the electron temperature averaged over the plasma diameter on the distance from the nozzle exit.

Fig.4.

The second part of the measurements was focused on determination of the radial dependences of electron temperature surfatron plasma at the radial distance from the axis of tube. The pressure in the vessel and microwave input power were as parameters. Radial courses of electron temperature for different pressure in the recipient are depicted in the Fig. 5 – Fig. 7. for several input microwave powers. There is depicted only one half of the course since we suppose the radial symmetry of the plasma column. We also observed that probe holder affects the streaming plasma when inserted deeper into the plasma jet. Again we can see that at the axis of the jet is the electron temperature lower than at its edges. The form of the radials course of the electron temperature depends on the pressure. At higher pressures the maximum round the edges becomes less pronounced see Fig.6. Analysis and appraisal of the measured data is not so unambiguous because the shape of exciting plasma discharge changes with pressure. By this method we can in principle achieve the same discharge by different adjustment of configuration of pressure in the vessel and incoming power.

We used tungsten probes for the measurement but in this case they were bent in right angle. This arrangement of probes allow to measure in a small area of plasma column. Probes were inserted into the flow from the edge to the centre of plasma column. The plane of measurement was 7 mm distanced from the tube outlet and perpendicular to axis of the tube. Argon was used as a working gas at mass flow rate 600 sccm. Other conditions are given in the picture, see the legends.

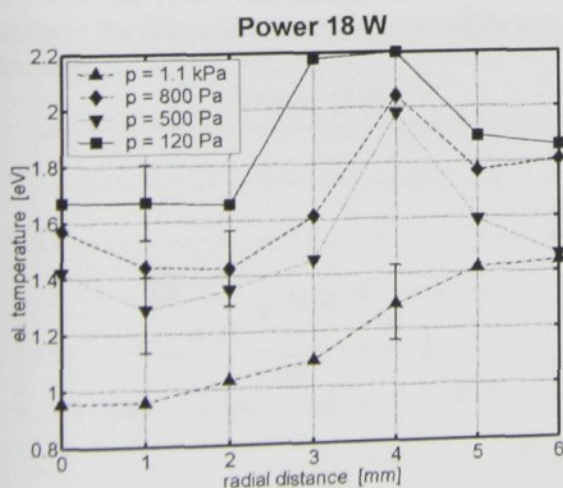


Fig. 5. The dependence of electron temperature on radial distance at 7 mm from the tube outlet computed from double probe data. The pressure in the vessel is parameter, see the legend. Input microwave power was 18 W.

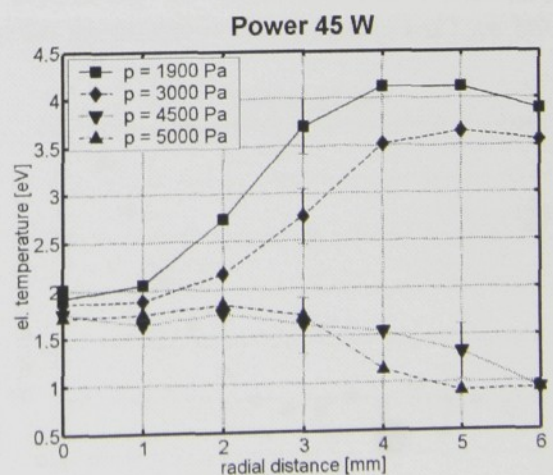


Fig. 6. The dependence of electron temperature on radial distance at 7 mm from the tube outlet computed from double probe data. The pressure in the vessel is parameter, see the legend. Input microwave power was 45 W.

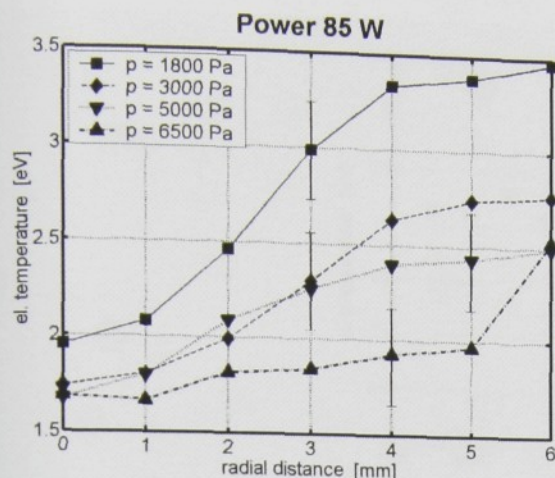


Fig. 7. The dependence of electron temperature on radial distance at 7 mm from the tube outlet computed from double probe data. The pressure in the vessel is parameter, see the legend. Input microwave power was 85 W.

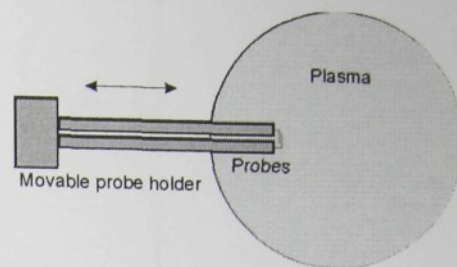


Fig. 8. Arrangement of probes in the experiment. Length of both probes is 3 mm diameter 110 μm . During measurement the probes were moved from the edge towards axis of plasma stream.

The other experiment presents the determination of dependence of electron temperature on pressure. In Fig.8. there is depicted dependence on lower input power. There is evident the increase of electron temperature in the left part of characteristic, i.e. at lower pressures. Lower electron temperature at lower pressures could be caused by the improper matching of microwave power to the plasma discharge and by the radiation of power. We have no information on the really absorbed power in plasma column, because part of input power is radiated away. Towards higher pressures the electron temperature decreases. Similar characteristic like in previous case, but at higher microwave power is shown in the Fig. 9. The rapid decrease of the electron temperature at lower pressures in the left hand part of the depicted course is fluently changing on a relatively constant value of electron temperature during high pressure. At a higher pressures (more than 1.5 kPa) the trend of dependence of electron temperature on the pressure approaches to a constant value. It is, however, possible to induce slight increase of electron temperature by increasing input power: from 1.5 eV at 25 W to 2.1 eV at 150 W; an example of such dependence can be observed in Fig. 10. For this experiment we used argon as working gas with mass flow rate 600 sccm. The straight tungsten probes were inserted into the middle of plasma column exiting the nozzle at the distance 7 mm from the nozzle end. The probe dimensions were 4 mm long and have 110 μm in diameter.

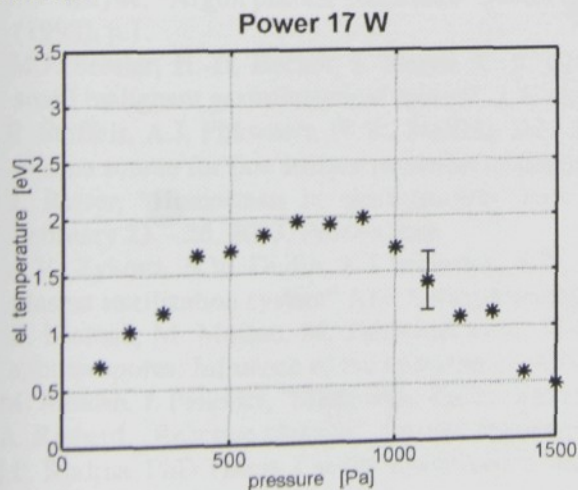


Fig.9. Dependence of electron temperature on the pressure in the recipient. Power 17 W. The probes were placed at the axis of plasma column at the distance 7 mm from the tube.

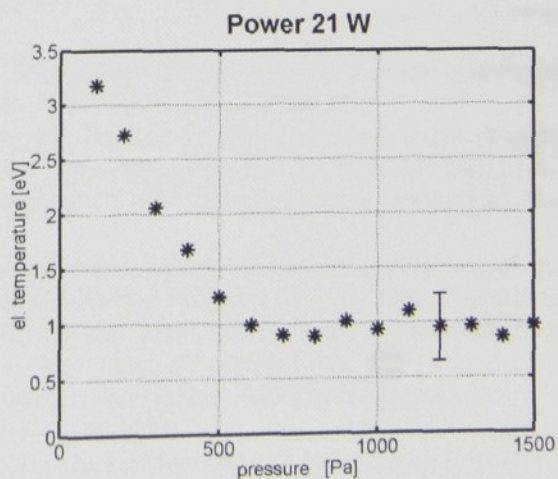


Fig.10. Dependence of electron temperature on the pressure in the recipient. Power 21 W. The probes were placed at the axis of plasma column at the distance 7 mm from the tube.

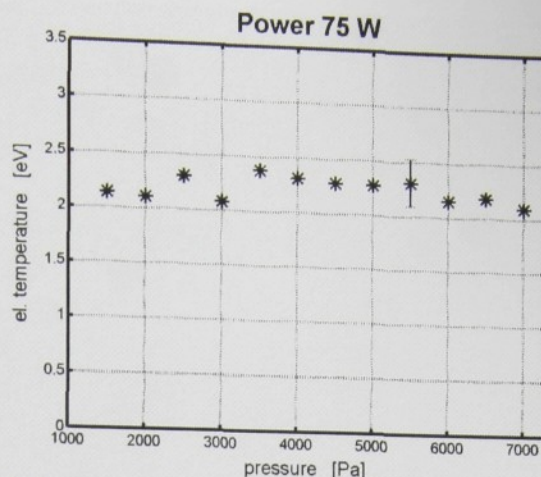


Fig. 11. Dependence of electron temperature on the pressure in the recipient. Power 75 W. The probes were placed at the axis of plasma column at the distance 7 mm from the tube.

Conclusion

The radial dependences of electron temperature on the distance from the tube outlet and on the pressure were determined with microwave power as a parameter. The electron temperature was measured by double Langmuir probe. Good agreement between single and double probe data has been achieved. The radial courses of electron temperature are strongly dependent on the pressure in the vessel. In the future we plan to perform probe diagnostic of surfatron generated plasma at broader range of experimental conditions up to atmospheric pressure.

Acknowledgement

This work has been partially financially supported by the Grant Agency of Charles University, project GAUK 173/02/B FYZ MFF, and by the Ministry of Education, Youth and Sports, Research plan MSM 124100004.

References

- [1] E. Stoffels, I.E. Keith, R.E.J. Sladek: Plasma Treatment of Biological Objects. APP Spring Meeting 2003, Bad Honnef February 23 – 26, 2003. Proceedings.
- [2] J.D. Wayne, "Argon plasma coagulator: should everyone have one?", Surgical Technology International VII, (1998), p.1.
- [3] M.J. Sessler, H.-D. Becker, I. Flesch, K.-E. Grund, "Therapeutic effects of argon plasma coagulation on small malignant gastrointestinal tumors", J. Cancer. Res. Clin. Oncol. **121** (1995) 235.
- [4] E. Stoffels, A.J. Flikweert, W.W. Stoffels, G.M.W. Kroesen, "Plasma needle: a non-destructive atmospheric plasma source for fine surface treatment of (bio)materials", Plasma Sources Sci. Technol. **11** (2002) 1-6.
- [5] J. Raiser, "Hemostasis in electrosurgery with argon plasma" APP Spring Meeting 2003, Bad Honnef February 23 – 26, 2003. Proceedings.
- [6] A.V. Zykova, S.V. Dudin, K.I. Polozhiy, S.D. Yakovin, „Improvement of process parameters of pulsed plasma sterilization system“ APP Spring Meeting 2003, Bad Honnef February 23 – 26, 2003. Proceedings.
- [7] S. Moreau, M. Moisan, M. Tabrizian, et al., "Using the flowing afterglow a plasma to inactivate *Bacillus subtilis* spores: Influence of the operating conditions", J. Appl. Phys., **88** (2000) 1166.
- [8] M. Moisan, J. Pelletier, "Microwave excited plasma", Elsevier, Amsterdam 1999 (2nd impression)
- [9] A. Richard, „Reactive plasmas“, Societe Francaise du Vide, Paris 1996.
- [10] P. Kudrna, PhD Thesis, Faculty Mathematics and Physics, Charles University, Prague, Czech Republic (1996) (in Czech).
- [11] S. Klagge, M. Tichý, Czech. J. Phys. **B 35** (1985) 988 (in German).

Příloha V

Zdrojový text programu pro měření sondové charakteristiky v kontinuálním režimu


```

/* Diagnostika plazmatu AD200X + Zobrazeni sondove charakteristiky */
/* + textovy soubor namerenych dat Langmuir + Double Probe */
/* Je pouzit Low - Pass Filter 44 kHz, Vp = - 25.5 V ...+25.5 V
** Monitorovani velicin ip , vp, 1024/ 50 mV bodu na charakteristiku
*/
/* Merici system s ADS 602 a kartou SRAM do 1 MSPS */

```

```

#include <conio.h>
#include <stdio.h>
#include <stdlib.h>
#include <graphics.h>
#include <dos.h>
#include <float.h>
#include <math.h>

```

```

#define TRUE 1
#define ku 0.012506
#define CLIP_ON 1

```

```

void Set();
void ACQUIRE();
void Save();
void InitShow();
void menu();
void cdos();
void Comment();

```

```

/* volatile long vp1[4096];*/
volatile long ip1[4096];
volatile unsigned u, lu, hu, li, hi;
char znak;
char grcoment[81];
volatile float vp, ip, ur, ki,zk,km;
volatile int i, j ,k, dp,vr,n, dummy;
volatile int mk, rk, de,g,ma;
int gdriver, gmode, x,y,xs, ys;
int errorcode;

```

```

FILE *fw, *fr; /* Pointer pro zapis a cteni souboru */
char comment[81]; /* Pole znaku pro zapis komentare */
struct time t;
struct date d;

```

```

char fname[40]; /*textovy buffer pro jmeno souboru */
char dosc[20];
int buff[1500];

```



```
int main()
```

```
{
{
system("cls");
menu();
while (TRUE)
{
switch (toupper(getch()))
{
case 'S' :Set();menu();break;
case 'A' :ACQUIRE();menu();break;
case 'D' :InitShow();menu();break;
case 'E' :Save();menu();break;
case 'O' :cdos();getchar();menu();break;
case 'Q' :exit(0);
}
}
}
}
```

```
void menu()
```

```
{
system("cls");
if(g==0)g=1;
puts("\n\n\n ");
puts("\t\t P R O B E   D I A G N O S T I C S A D 2 0 0 X\n");
puts("\t\t\t H O T K E Y - M E N U [DC]");
puts("\t\t\t*****");
puts("\t\t\t* S - Set                               *");
puts("\t\t\t* A - Acquire Data(-25..+25.5 V)         *");
puts("\t\t\t* D - Show Probe Characteristic           *");
puts("\t\t\t* E - Save Data                           *");
puts("\t\t\t* O - Operating System Command            *");
puts("\t\t\t* Q - Quit                                *");
puts("\t\t\t*****");
printf("\t\t\t Zero Correction: %f [bit] \n", zk);
printf("\t\t\t Current Amplifier Constant = %g [mA/bit]", ki);
printf("\n\t\t\t A/D Amplifier Gain = %d ", g);
printf("\n\t\t\t System Current Constant = %g [mA/bit]", ki/g);
printf("\n\t\t\t Number of Measurements: %d", n);
printf("\n\t\t\t Reference Voltage Vr + -25.6 ..25.4 V: %2.1f V", ur);
printf("\n\t\t\t Last Filename: %s \n", fname);
printf("\n\t\t\t Comment: %s \n ", comment);
}
void cdos()
{
scanf("\n Enter DOS Command %s",&dosc);
```



```

system(dosc);
}
void Set()
{
outportb(779,24);
outportb(780,12);
outportb(780,0);
outportb(779,1);
outportb(780,13);
outportb(780,0);
delay(200);

printf("\n\n ***** Plasma Diagnostics AD 200X DP - used Low - Pass Filter 44 kHz *" );

    printf("\n\t\t\t\t\t Interrupt Measurement: CTRL + BREAK \n");

    printf("\n\ Zero Correction = %f [bit]", zk);
    printf("\n\ Current Amp. Const.= 0.000977, 0.001954, 0.003908 [mA/bit]: ");
    scanf("%g",&ki);
    while(ki == 0)ki=0.000977;
    printf("\t\t\t CA Constant = %g mA/ bit", ki);
    printf("\n\ Input A/D Amplifier Gain = [0 - G=1],[1 - G=2],[2 - G=4]: ");
    scanf("%d",&mad);
    g=1;
    if(mad == 1)g=2;if(mad == 2)g=4;
    printf("\t\t\t A/D Gain = %d ", g);
    printf("\n\n Set the Reference Voltage Vr, Power O2, addr. 13d [-25,6..25,4 V]: ");
    scanf("%f",&ur);
    vr= (ur/0.2)+128 ; /* Referencni napeti Vr, zdroj 2 - 8bit */
    printf("\t\t\t Vr = %2.2f V i.e. %d bit", ur,vr);
        outportb(780,13);outportb(778,vr);
        outportb(779,1);
        outportb(780,12);
        outportb(778,0);

    outportb(779,16);
    outportb(780,0);
    printf("\n\n\t\t\t Enter Number of Measurements: ");
    scanf("%d", &n);
    while(n <= 0)n=1;
    printf("\n Destination Measurement Comment-Meas. Conditions e.t.c.max. 80 Chrs.!: \n- ");
    getchar();
    while (kbhit());
    gets(comment);
}

void Save()
{
    printf("\n\n\t\t\t Enter Output Filename: ");
    scanf("%s",&fname);

```



```

/* Open file, testing for success */
if ((fw = fopen(fname, "w")) == NULL) {
    printf(" Unaccessible File \n");
    exit(0); }
/* Write some text to the file */

for(i=0; i<=1023;i++){ fprintf(fw,"%1.4f %1.4g\n",(4*i-2047)*ku+ur, p1[i]*ki/n/100000); }

fprintf(fw, "\n ***** Plasma Diagnostics AD 200X DC - 2002 *****");
getdate(&d);
gettime(&t);
fprintf(fw, "\n %s ", comment);
fprintf(fw, "\n Date: %d:%d:%d ", d.da_day, d.da_mon, d.da_year);
fprintf(fw, "\n Time: %d:%d:%d", t.ti_hour, t.ti_min, t.ti_sec);
fprintf(fw, "\n Current Amplifier Constant = %g [mA]", ki);
fprintf(fw, "\n Zero Correction = %f [bit]", zk);
fprintf(fw, "\n A/D Amplifier Gain = %d", g);
fprintf(fw, "\n Number of Measurements: %d", n);
fprintf(fw, "\n Reference Voltage Vr + -25.6 ..25.5 V: %2.1f V", ur);
fprintf(fw, "\n Vp[V          Ip[A]:");
fprintf(fw, "\n
=====");

/* Close the file */

fclose(fw);
puts("\n\n\t\t\t Data are Saved, press ENTER!");
    getchar();
    getchar();
}

void InitShow()
{
    int xasp, yasp;    /* Used to read the aspect ratio*/
    float d;
    printf("\n\n\t\t\t Set the Scale Factor [1...10]: ");
    scanf("%f", &d);
    while(d <= 0 && d > 20) d=1;
    while(n <= 0)n=1;
    gdriver = DETECT; /* Request auto-detection */
    initgraph( &gdriver, &gmode, " ");
    errorcode = graphresult();/* Read result of initialization*/
    if( errorcode != grOk ){ /* Error occured during init */
        printf("Chyba grafickeho systemu: %s\n",
            grapherrormsg(errorcode));
        exit(1);
    }
    line(0,240,639,240);

```



```

line(0,0,639,0);
line(0,20,639,20);
line(0,0,0,479);
line(639,0,639,479);
line(0,479,639,479);
line(0,35,10,35);
line(0,220,10,220);
line(0,199,10,199);
line(0,179,10,179);
line(0,158,10,158);
line(0,138,10,138);
line(0,117,10,117);
line(0,97,10,97);
line(0,76,10,76);
line(0,56,10,56);
line(0,260,10,260);
line(0,280,10,280);
line(0,301,10,301);
line(0,321,10,321);
line(0,342,10,342);
line(0,362,10,362);
line(0,383,10,383);
line(0,403,10,403);
line(0,424,10,424);
line(0,444,10,444);
sprintf(grcomment, " +%2.2f mA", (ki*204.8)*d);
outtextxy(10,26, grcomment);
uttextxy(0,10, " ***** Acquired Probe Characteristic...[DC] press ENTER !!! *****");

sprintf(grcomment, " %2.2f mA", -(ki*204.8)*d);
outtextxy(10,446, grcomment);
xs=64; ys=(ip1[0]/n)/d+240;
for(i=0; i <= 511; i++)
{
x=i;
dp=2*i;
y=(ip1[dp]/n)/d;
line(xs,ys,x+64,y+240);
xs=x+64;
ys=y+240;
}
getch();
closegraph();
}

void ACQUIRE()
{
unsigned int ip;
int k,l,m,o;

```



```

outportb(778,vr);
outportb(779,0);/* odpojeni rele */
outportb(780,13);/* Zdroj O2 - nastaveni referencniho napeti */
outportb(780,0);
delay(10);
outportb(778,0);/* Nastaveni zdroje 1 (O1) na -25 V */
outportb(779,0);/* odpojeni pres rele */
outportb(780,12);
delay(200);

zk=0;

for(i=1; i <= 20000; i++)
{
    outportb(780,8);/*Naadresovani a precteni ADS602*/
    zk=zk+(inportb(778)+(inportb(779)-24)*256); /* Prirazeni hodnoty ip od ADS602 */
    outportb(780,0);
}
zk=zk/20000;
outportb(778,vr);
outportb(779,1);/* pripojeni rele */
outportb(780,13);/* Zdroj O2 - nastaveni referencniho napeti */
outportb(780,0);
delay(10);
outportb(778,0);/* Nastaveni zdroje 1 (O1) na -25 V */
outportb(779,16);/* a pripojeni pres rele */
outportb(780,12);
delay(250);

printf("\n\n\t\t\tREADING Data ..... Wait!");

/* Vynulovani pole dat */

for(i=0; i <= 2047; i++)
{
    vp1[i]=0;
    ip1[i]=0;
}
    outportb(778,mad);/* ADS602 */
    outportb(780,9);/*Zapis modu*/
    delay(1);
    outportb(780,8);
    inportb(779); /* Nacteni prvni hodnoty */
    outportb(780,0);

for(j=1;j<=n;j++) /* Pocet opakovani mereni */
{
    l=0;
```



```

for(m=0;m<=15; m++)
{

for(i=0;i<=255; i+=4)   /* 1024 bodu na charakteristiku */
{

/* Nastaveni vystupniho napeti*/

outportb(780,8);/*Naadresovani a precteni ADS602*/

ip1[l]=ip1[l]+(inportb(778)+(inportb(779)-24)*256)-zk; /*Prirazeni hodnoty ip od ADS602 */
outportb(780,0);
outportb(778,i);
outportb(779,m+16);
outportb(780,12);
outportb(780,0);
l=l+1;
delay(1);
}
}

for(o=15; o >=0; o-=1)
{

for(k=255; k >=0; k-=4) /* 200 mV/ bit pokles */
{
outportb(780,0);/* Postupne nastaveni vystupniho napeti Zdroj 1 na - 25 V */
outportb(778,k);
outportb(779,o+16);
outportb(780,12);
delay(1);
outportb(780,0);
}
}
outportb(779,8); /* Odpojeni obou zdroju pres rele a pripojeni na cisteni*/
outportb(780,12); /* Zdroj 1 (O1) */
outportb(780,0);
outportb(778,128);
outportb(779,0);
outportb(780,13); /* Zdroj 2 (O2) - cistici napeti na rele 2 */
outportb(780,0);
for(i=0; i<=1023; i++)
{
vp1[i]=(4*i-2047);
}
printf("\n\n\t\t\t Data are acquired, press ENTER!");
getchar();
}

```