

# **OPTIMIZACIJA SKLOPA MED VISOKOFREKVENČNIM GENERATORJEM IN NIZKOTLAČNO PLAZMO**

Rok Zaplotnik

**Doktorska disertacija**  
**Mednarodna podiplomska šola Jožefa Stefana**  
**Ljubljana, Slovenija, maj 2012**

**Komisija za oceno doktorske disertacije:**

*doc. dr. Uroš Cvelbar, IJS, Jamova 39, Ljubljana, Slovenija*

*doc. dr. Miha Čekada, IJS, Jamova 39, Ljubljana, Slovenija*

*doc. dr. Tomaž Gyergyek, IJS, Jamova 39, Ljubljana, Slovenija*

**MEDNARODNA PODIPLOMSKA ŠOLA JOŽEFA STEFANA**  
JOŽEF STEFAN INTERNATIONAL POSTGRADUATE SCHOOL



Rok Zaplotnik

**OPTIMIZACIJA SKLOPA MED  
VISOKOFREKVENČNIM GENERATORJEM  
IN NIZKOTLAČNO PLAZMO**

**Doktorska disertacija**

**OPTIMIZATION OF COUPLING BETWEEN  
HIGH-FREQUENCY GENERATOR AND  
LOW PRESSURE PLASMA**

**Doctoral Dissertation**

*Mentor:* prof. dr. Miran Mozetič

*Somentor:* doc. dr. Alenka Vesel

Ljubljana, Slovenija, maj 2012



# Kazalo

<b>Povzetek</b> . . . . .	<b>VII</b>
<b>Abstract</b> . . . . .	<b>IX</b>
<b>Seznam kratic</b> . . . . .	<b>XI</b>
<b>1 Uvod</b> . . . . .	<b>1</b>
<b>2 Teorija</b> . . . . .	<b>5</b>
2.1 Kisikova plazma . . . . .	5
2.1.1 Rekombinacija kisikovih atomov . . . . .	7
2.1.2 Odstranjevanje depozitov . . . . .	8
2.2 Metode merjenja gostote nevtralnih kisikovih atomov . . . . .	9
2.2.1 NO titracija . . . . .	9
2.2.2 Absorpcijske metode . . . . .	10
2.2.3 Aktinometrija . . . . .	10
2.2.4 Katalitične sonde . . . . .	12
2.3 Plazemske razelektritve . . . . .	13
2.3.1 Visokofrekvenčne razelektritve . . . . .	13
2.4 Sklopitev . . . . .	15
2.4.1 Induktivno sklopljena plazma – ICP . . . . .	15
2.4.2 E- in H-način . . . . .	16
2.4.3 Impedančno prilagajanje . . . . .	18
2.4.4 Uskladitveni členi in Smithov diagram . . . . .	18
2.5 Pretakanje plina skozi vakuumski sistem . . . . .	24
<b>3 Eksperiment</b> . . . . .	<b>27</b>
3.1 Merilni instrumenti – razelektritveni parametri . . . . .	27
3.1.1 Električni parametri . . . . .	27
3.1.2 Vakuumski parametri . . . . .	28
3.2 Merilni instrumenti – plazemski parametri . . . . .	28
3.2.1 Katalitična sonda . . . . .	28
3.2.2 Optična katalitična sonda . . . . .	29
3.2.3 Optična emisijska spektroskopija - OES . . . . .	31
3.3 Izračun gostote atomov . . . . .	32
3.4 Mali plazemski sistem . . . . .	34
3.4.1 Uskladitveni člen . . . . .	35
3.5 Veliki plazemski sistem . . . . .	39
3.5.1 Optimizacija sklopa velikega plazemskega sistema . . . . .	41
3.6 Jedkanje depozitov . . . . .	47
3.6.1 Spektroskopija Augerjevih elektronov – AES . . . . .	48
<b>4 Rezultati in razprava</b> . . . . .	<b>51</b>
4.1 Mali plazemski sistem . . . . .	51
4.1.1 Moč . . . . .	51
4.1.2 Temperatura katalitične sonde . . . . .	52
4.1.3 Gostota atomov . . . . .	55
4.1.4 Stopnja disociacije . . . . .	58

4.1.5	E- in H-način . . . . .	59
4.1.6	Električni tok . . . . .	61
4.1.7	Električna napetost . . . . .	62
4.1.8	Impedanca plazme . . . . .	63
4.1.9	Histereza v prehodu iz E- v H-način . . . . .	65
4.2	Veliki plazemski sistem . . . . .	68
4.2.1	Dvojna vzbujevalna tuljava . . . . .	68
4.2.2	Črpalna hitrost . . . . .	71
4.2.3	Prevodnost cevi . . . . .	74
4.2.4	Temperatura katalitične sonde . . . . .	74
4.2.5	Gostota atomov v porazelektritveni komori . . . . .	78
4.2.6	Gostota kisikovih atomov v plinski mešanici Ar+O <sub>2</sub> . . . . .	82
4.2.7	Stopnja disociacije v porazelektritveni komori . . . . .	83
4.3	Jedkanje napršenega a-C:H . . . . .	85
4.4	Jedkanje napršenega a-C:H:W . . . . .	91
<b>5</b>	<b>Zaključki . . . . .</b>	<b>95</b>
<b>6</b>	<b>Zahvale . . . . .</b>	<b>99</b>
<b>7</b>	<b>Literatura in viri . . . . .</b>	<b>101</b>
	<b>Kazalo slik . . . . .</b>	<b>107</b>
	<b>Kazalo tabel . . . . .</b>	<b>111</b>
	<b>Dodatek A – Teorem o maksimalnem prenosu moči . . . . .</b>	<b>113</b>
	<b>Dodatek B – Seznam meritev in rezultatov . . . . .</b>	<b>115</b>
	<b>Dodatek C – Osebna bibliografija za obdobje 2008–2012 . . . . .</b>	<b>119</b>

## Povzetek

V tem delu smo se posvetili razvoju naprave za odstranjevanje hidrogeniziranih ogljikovih depozitov v fuzijskih reaktorjih. Amorfnih hidrogeniziranih ogljikovih nanosov (a-C:H) predstavlja velik problem za nemoteno obratovanje bodočih fuzijskih reaktorjev, katerih divertorji so izdelani iz kompozitnega materiala CFC (Carbon Fibre Composite), saj povzročajo zajetje in zadrževanje radioaktivnega tritija. Obstajajo sicer tehnike, s katerimi lahko zaviramo rast nanosov a-C:H, vendar pa nanašanja vseeno ne preprečijo popolnoma. Zato bo v bodočih fuzijskih reaktorjih potrebno redno odstranjevati nanose a-C:H. Raziskali smo možnost čiščenja a-C:H nanosov v tokamakih z uporabo nevtralnih kisikovih atomov. V ta namen smo razvili veliki plazemski reaktor, kjer z radiofrekvenčnim generatorjem vzbujamo induktivno sklopljeno kisikovo plazmo. Za odstranjevanje a-C:H depozitov z nevtralnimi kisikovimi atomi z velikih površin je namreč potreben velik vir nevtralnih kisikovih atomov. Znanje za razvoj velikega plazemskega sistema smo pridobili na manjšem plazemskem sistemu.

Najprej smo opravili vsestransko karakterizacijo malega plazemskega reaktorja, kjer smo induktivno sklopljeno plazmo vzbujali z 1,2 kW radiofrekvenčnim generatorjem. Raziskali smo obnašanje nekaterih ključnih plazemskih in razelektrivnih parametrov kisikove plazme v odvisnosti od tlaka in moči radiofrekvenčnega generatorja. Gostoto nevtralnih kisikovih atomov smo merili s katalitično sondo. S sistematičnimi meritvami smo raziskali prehode med E- in H-načinom razelektritve. Približno 35 cm od roba vzbujevalne tuljave so bile izmerjene gostote reda velikosti  $1 \times 10^{21} \text{ m}^{-3}$ . Gostote nevtralnih kisikovih atomov so bile v H-načinu približno dvakrat večje kot v E-načinu. V okolici katalitične sonde je bila stopnja disociacije približno  $\sim 5 \%$ . Pri neprekinjenem vzbujanju z radiofrekvenčnim generatorjem smo raziskali histerezo obnašanje kisikove plazme. Histereza je izrazita pri tlakih večjih od 15 Pa, širina histereze pa se linearno veča s tlakom.

Znanje, pridobljeno na malem plazemskem sistemu, smo uporabili pri razvoju večjega plazemskega sistema. Induktivno sklopljeno plazmo smo v 2 m dolgi stekleni razelektrivni cevi z zunanjim premerom 20 cm vzbujali z 8 kW radiofrekvenčnim generatorjem. Najprej smo z načrtovanjem uskladitvenega člena in razvojem posebne dvojne vzbujevalne tuljave optimizirali sklop med radiofrekvenčnim generatorjem in nizkotlačno plazmo. Pri optimizaciji smo si pomagali s Smithovimi diagrami in z izračunom koeficienta odbojnosti električnega vezja induktivno sklopljene plazme. Ustreznost uporabe dvojne vzbujevalne tuljave smo potrdili s primerjanjem intenzitet kisikovih emisijskih črt plazme, vzbujene z uporabo navadne in dvojne vzbujevalne tuljave. Intenziteta svetlobe plazme, vzbujene z uporabo dvojne vzbujevalne tuljave, je pri enaki napetosti na tuljavi tudi do 4-krat večja od intenzitete svetlobe plazme, vzbujene z uporabo navadne vzbujevalne tuljave.

S približno 2 m dolgo stekleno povezovalno cevjo kompleksne oblike smo razelektrivno cev povezali s porazelektrivno komoro. S sistematičnimi merjenji gostot nevtralnih kisikovih atomov v porazelektrivni komori s termočlensko katalitično sondo smo ugotovili, da za določeno moč radiofrekvenčnega generatorja obstaja optimalen tlak, pri katerem dosežemo največjo gostoto nevtralnih kisikovih atomov. V porazelektrivni komori smo dosegli gostote do  $2,5 \times 10^{20} \text{ m}^{-3}$  in stopnjo disociacije do 2 %. S primerjavo gostot

nevtralnih kisikovih atomov na robu razelektritvene cevi, ki smo jih istočasno merili z optično katalitično sondo, in gostot v porazelektritveni komori smo pokazali, da je razmerje med tema dvema gostotama zelo odvisno od učinkovite črpalne hitrosti in da je optimalna učinkovita črpalna hitrost približno enaka prevodnosti povezovalne cevi. Razmerje med gostotama je bilo pri optimalni učinkoviti črpalni hitrosti približno  $\sim 20$ . Pokazali smo tudi, da gostoto v porazelektritveni komori lahko še dodatno povečamo, če kisiku dodamo okoli 20 % žlahtnega plina.

Z zadnjim sklopom meritev smo raziskali jedkanje a-C:H nanosov z nevtralnimi kisikovimi atomi. Dosegli smo zadovoljive hitrosti jedkanja (do 35 nm/s) in ugotovili, da je hitrost jedkanja a-C:H nanosov z nevtralnimi kisikovimi atomi eksponentno odvisna od temperature vzorcev in linearno odvisna od gostote nevtralnih kisikovih atomov. S pomočjo AES profilne analize smo pokazali tudi, da je nanose mešanice a-C:H:W tudi mogoče odstraniti, vendar je potrebna višja temperatura vzorcev ali večja gostota atomov.

Med izvirne znanstvene dosežke sodijo: meritve gostote nevtralnih kisikovih atomov pri prehodih iz E- v H-način razelektritve, meritve električnih in plazemskih parametrov pri histereznem obnašanju induktivno sklopljene kisikove plazme, raziskave vpliva prevodnosti povezovalne cevi in učinkovite črpalne hitrosti na prenos nevtralnih kisikovih atomov, podrobne raziskave hitrosti jedkanja a-C:H nanosov ter izpopolnjeni postopek sistematičnih meritev gostote atomov s katalitičnimi sondami.

## Abstract

In this thesis we present the development of the device for the removal of carbon deposits in fusion reactors. Amorphous hydrogenated carbon deposits (a-C:H) represent a major problem for smooth operation of future fusion reactors with divertors containing carbon tiles, because they cause retention of radioactive tritium. There are techniques which can inhibit the growth of a-C:H deposits, but these techniques, however, do not prevent deposition completely. Therefore the occasional removal of a-C:H deposits in future fusion reactors will be necessary. We investigated the possibility of cleaning a-C:H deposits in tokamaks with neutral oxygen atoms. For this purpose we have developed a large plasma reactor, where inductively coupled plasma is generated with radiofrequency generator. Removal of a-C:H deposits with neutral oxygen atoms over large areas requires the development of a huge source of oxygen atoms. Knowledge, required for the development of large plasma system, was obtained on the smaller plasma system.

First a comprehensive characterization of small plasma reactor was made. In the small reactor inductively coupled plasma was created with the use of 1.2 kW radiofrequency generator. The behavior of some key discharge and plasma parameters of oxygen plasma as a function of pressure and generator power was investigated. Density of neutral oxygen atoms was measured by a standard catalytic probe. The systematic measurements were performed in order to study the transitions between E- and H-mode. Approximately 35 cm from the edge of the excitation coil the densities were around  $1 \times 10^{21} \text{ m}^{-3}$ . The neutral oxygen atom densities in H-mode were approximately two times higher than in E-mode. The dissociation fraction in the vicinity of the catalytic probe was about  $\sim 5 \%$ . Hysteresis behavior of oxygen plasma was investigated during continuous excitation with radiofrequency generator. Hysteresis was observable at pressures higher than 15 Pa and the width of hysteresis was increasing linearly with pressure.

Knowledge, obtained on the smaller plasma system, was used for the development of a large plasma system. The discharge tube was 2 m long with the diameter of 20 cm, and the excitation of inductively coupled plasma was performed with 8 kW radiofrequency generator. First an optimization between high-frequency generator and low pressure plasma was made with impedance matching network and dual-excitation coil. For optimization we used the Smith chart and a reflection coefficient calculation of an electric circuit of inductively coupled plasma. The suitability of dual-excitation coil was confirmed by comparing oxygen emission line intensities of plasma generated in normal and in the dual-excitation coil. The light intensity of plasma generated in dual-excitation coil at a certain coil voltage was about 4-times higher than the light intensity of plasma generated in normal excitation coil.

The after glow chamber was connected to the discharge tube with approximately 2 m long glass connecting tube of a complex shape. Systematic measurements of the neutral oxygen atom density, using standard catalytic probe, lead to the conclusion, that for certain generator power there is an optimum pressure at which the maximum neutral oxygen atom density is reached. In the after glow chamber the densities were up to  $2,5 \times 10^{20} \text{ m}^{-3}$  and the dissociation fraction was up to 2 %. By comparing the neutral oxygen atom densities

on the edge of the discharge tube, measured with an optical catalytic probe, to the densities measured in an after glow chamber, it was shown that the ratio between these two densities is highly dependent on the effective pumping speed. The optimal effective pumping speed was approximately equal to the conductance of the connecting tube. At the optimal effective pumping speed the ratio between densities on the edge of the discharge tube and in an after glow chamber was about  $\sim 20$ . It was also shown, that the neutral atom density in the after glow chamber can be increased, if a small amount ( $\sim 20\%$ ) of noble gas is added to oxygen.

The last set of measurements was dedicated to the study of a-C:H etching with neutral oxygen atoms. Suitable etching rates were reached (up to 35 nm/s). It was found that the etching rates of a-C:H deposits with neutral oxygen atoms are exponentially dependent on sample temperature and linearly dependent on the density of neutral oxygen atoms. It was shown, using AES profile analysis, that mixed deposits a-C:H:W can also be removed, but at higher temperatures and higher neutral oxygen atom density is needed.

The original scientific achievements of this work are: neutral oxygen atom density measurements in transitions from E- to H-mode, electrical and plasma parameters measurements during hysteresis behavior of inductively coupled oxygen plasma, the study of the connecting tube conductance and the effective pumping speed impact on the transfer of neutral oxygen atoms, the detailed study of a-C:H deposits etching rates and the improved measuring procedure for the systematical measurements of the atom densities with catalytic probes.

## Seznam kratic

a-C:H	=	amorfen hidrogeniziran ogljikov nanos
a-C:H:W	=	nanos mešanice amorfnega hidrogeniziranega ogljika in volframa
AES	=	(Auger electron spectroscopy) spektroskopija Augerjevih elektronov
CCD	=	(Charge Coupled Device) polprevodniški detektor svetlobe
CCP	=	(Capacitively Coupled Plasma) kapacitivno sklopljena plazma
CFC	=	(Carbon Fibre Composite) kompozit iz ogljikovih vlaken
DEMO	=	(DEMOstration Power Plant) demonstracijska elektrarna
EEDF	=	(Electron Energy Distribution Function) funkcija porazdelitve energije elektronov
FOCP	=	(Fiber Optic Catalytic Probe) optična katalitična sonda
ICP	=	(Inductively Coupled Plasma) induktivno sklopljena plazma
IR	=	infrardeče
JET	=	(Joint European Torus) skupni evropski tokamak
MFC	=	(Mass Flow Controller) krmilnik masnega pretoka
OES	=	(Optical Emission Spectroscopy) optična emisijska spektroskopija
p.e.	=	poljubne enote
PLC	=	(Programmable Logic Controller) programabilni krmilnik
RF	=	radijske frekvence
RMS	=	(Root Mean Square) kvadratni koren povprečnega kvadrata
sccm	=	standardni kubični centimeter na minuto
SCI	=	(Science Citation Index) indeks citiranja
TALIF	=	(Two Photon Laser-Induced fluorescence) dvofotonska laserska fluorescenca



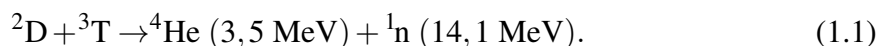
# 1 Uvod

Oskrba z energijo je eden izmed glavnih globalnih problemov našega časa. Poraba energije se povečuje, zaloge naravnih virov (fosilna goriva) pa se hitro zmanjšujejo. S fosilnimi gorivi trenutno pokrijemo največji delež potreb po energiji. Poglejmo si primer proizvodnje elektrike:  $\approx 66\%$  elektrike trenutno proizvedemo z uporabo fosilnih goriv,  $\approx 16\%$  s hidroelektrarnami,  $\approx 15\%$  z jedrskimi elektrarnami in le  $\approx 3\%$  s solarnimi, geotermalnimi, vetrnimi in ostalimi elektrarnami [1]. Pri fosilnih gorivih poleg problema zalog obstaja tudi problem onesnaževanja. Z izgorevanjem fosilnih goriv namreč proizvedemo največ toplogrednih plinov.

Obnovljivi viri energije so ena izmed rešitev energetskega problema, saj ne povzročajo emisij toplogrednih plinov in njihove zaloge niso omejene. Žal pa le z uporabo obnovljivih virov energije ne bomo mogli pokriti vseh energetskih potreb.

Ena izmed najobetavnejših dolgoročnih rešitev je pridobivanje energije s fuzijo. Fuzijske elektrarne, ki bi izkoriščale energijo, sproščeno pri zlitju jeder, so v primerjavi z jedrskimi elektrarnami, kjer se za pridobivanje energije uporablja cepitev jeder oziroma fisija, veliko bolj prijazne okolju. Pri cepitvi jeder, kjer se uporablja radioaktivno gorivo, namreč nastajajo dolgoživi radioaktivni odpadki, medtem ko pri fuzijskih elektrarnah radioaktivnih odpadkov ne bo, gorivo, ki se bo uporabljalo, pa ne bo radioaktivno. Izjema je kratkoživi tritij, ki se bo pridobival iz litija znotraj reaktorja in takoj porabil za fuzijo. Fuzijske elektrarne ne bodo proizvajale toplogrednih plinov, edini produkt fuzije bo stabilni helij, zaloge goriva za fuzijo pa bodo zadoščale za tisoče let [2].

Fuzija je reakcija, ki proizvaja energijo v zvezdah. Fuzijska reakcija, ki se prva vžge v središču zvezd pri temperaturi  $\approx 15 \times 10^6$  K, je zlitje dveh vodikovih jeder. Tako imenovana H-H fuzija pa ni najboljša reakcija za proizvodnjo energije na Zemlji. Fuzijska znanost je namreč dokazala, da je za laboratorijske pogoje najprimernejša in najbolj učinkovita fuzijska reakcija zlitje jeder dveh vodikovih izotopov: devterija (D) in tritija (T) [2]. Produkta te reakcije sta helij in nevtron, ki v obliki kinetične energije odneseta 17,6 MeV sproščene energije:



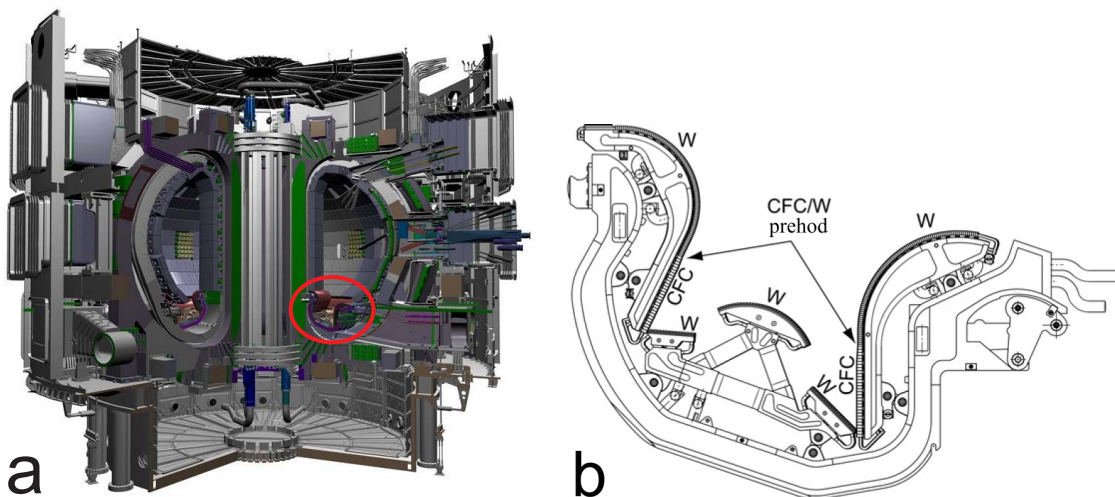
D-T reakcija ima med vsemi fuzijskimi reakcijami največji maksimum povprečne vrednosti zmnožka preseka reakcije in porazdelitve hitrosti reaktantov  $\langle \sigma v \rangle$  [3]. Poleg tega pa ta maksimum dosežemo pri najnižji temperaturi, ki pa je še vedno desetkrat višja od temperature v središču Sonca. Za to reakcijo moramo plazemske delce segreti do temperature  $\approx 150 \times 10^6$  K. Bistven razlog, zaradi katerega bomo na Zemlji uporabili reakcijo (1.1), in to pri visoki temperaturi, je želja po pridobivanju velike količine energije v razumno velikem reaktorju.

Take pogoje nameravamo doseči v tokamaku ITER (lat. pot). Cilj mednarodnega projekta ITER je dokazati, da je s fuzijo možno proizvesti komercialno dostopno energijo. Tokamak ITER naj bi bil prvi fuzijski reaktor, ki bi proizvedel več energije, kot jo porabi. Razmerje med proizvedeno in porabljeno energijo naj bi bilo  $Q \geq 10$ , kar je približno tridesetkrat več kot doseže trenutno največji tokamak JET [4]. Še vedno pa bo ITER le eksperimentalni fuzijski reaktor, s katerim bomo nabirali izkušnje in znanje, potrebne za

razvoj prve demonstracijske fuzijske elektrarne DEMO (DEMONstration Power Plant), ki naj bi proizvedla 500 MW električne energije.

Čeprav bo plazma v tokamaku ITER prostorsko omejena z magnetnim poljem, bo na nekaterih mestih vseeno prišlo do trkov delcev plazme s steno reaktorja. Do največjih toplotnih obremenitev, tudi do  $20 \text{ MW/m}^2$  [5], bo prišlo na stenah divertorja. 700 ton težki divertor bo ena izmed glavnih komponent naprave ITER, deloval bo kot velikanski izpušni sistem. Njegov namen bo iz plazme izločiti produkte fuzije (helij, toploto) in druge nečistoče. Nameščen bo po dnu vakuumske komore in bo sestavljen iz 54 zamenljivih kaset. Na vsaki izmed kaset bodo tri komponente oziroma tarče, ki bodo prišle v stik s plazmo. Tarče bodo nameščene na stičiščih silnic magnetnega polja, kjer bodo visokoenergetski delci trkali ob stene. Kinetična energija delcev se bo nato pretvorila v toploto. Kot smo že omenili, bo na teh mestih prišlo do velikih toplotnih obremenitev, zato bodo tarče morale biti vodno hlajene. Površinski materiali divertorja bodo morali prenesti temperature do  $3000 \text{ }^\circ\text{C}$  za načrtovano dvajsetletno življenjsko dobo tokamaka ITER. Izbira materialov divertorja je zato zelo pomembna.

Na sliki 1 je predstavljen presek tokamaka ITER, kjer je z rdečo obkroženo območje divertorja. Na sliki je predstavljen tudi prerez divertorske kasete z označenimi predvidenimi materiali za tarče.



Slika 1: Presek tokamaka ITER [6] (a) in skica preseka divertorske kasete [4] (b)

Tarče na divertorskih kasetah, ki bodo uporabljene v začetni fazi delovanja ITER, bodo predvidoma izdelane iz kompozita iz ogljikovih vlaken (CFC) in iz volframa. Material CFC je bil izbran zaradi izredno dobrih termičnih lastnosti [7]. Žal pa je močno občutljiv na kemijsko erozijo. Vodikovi atomi iz plazme reagirajo z ogljikovimi na površini tarč iz CFC-ja. Tvorijo se spojine  $\text{CH}_x$ , ki se desorbirajo s površine in nalagajo na mestih tokamaka, ki so izven dosega plazme. Na teh mestih nastanejo nanosi amorfnega hidrogeniziranega ogljika (a-C:H), ki predstavljajo večji problem kot sama erozija CFC-ja, zaradi katere se modificirajo stene divertorja. Nanosi a-C:H namreč povzročajo zajetje in zadrževanje radioaktivnega tritija [8,9]. Odstranjevanje nanosov a-C:H je torej nujno potrebno, saj bi drugače v ITER-ju dosegli dovoljeno mejo radioaktivnosti že po približno enem mesecu neprekinjenega delovanja [10].

Ker se kemični eroziji ogljika ni mogoče izogniti, so mnogi raziskovalci začeli razvijati tehnike zaviranja nanašanja ogljikovih depositov. Pri eni izmed obetavnih tehnik so raziskovalci zaviranje nalaganja a-C:H nanosov dosegli z vpihovanjem plinov, ki vsebujejo dušik,

v območje divertorja. Nedavni eksperimenti so pokazali, da so nanosi a-C:H tanjši zaradi formacije molekul HCN, ki se ne primejo na stene in se lahko izčrpajo iz reaktorja [11–13]. Tako imenovane "scavenger" tehnike pa nanašanja kompleksov  $\text{CH}_x$  vseeno ne preprečijo popolnoma, zato bo nanose a-C:H v tokamaku ITER treba redno odstranjevati.

Namen doktorskega dela je razvoj naprave za odstranjevanje depozitov v fuzijskih reaktorjih. Raziskali smo možnost čiščenja ogljikovih depozitov v tokamakih z uporabo nevtralnih kisikovih atomov. Za odstranjevanje hidrogeniziranih ogljikovih depozitov z nevtralnimi kisikovimi atomi z velikih površin je treba razviti velik vir nevtralnih kisikovih atomov. Največje gostote nevtralnih kisikovih atomov dobimo z induktivno sklopljeno radiofrekvenčno razelektrivijo, zato smo razvili velik plazemski sistem za vzbujanje kisikove plazme. Znanje o sklopitvi in karakteristiki kisikove plazme smo pridobili na manjšem plazemskem sistemu. Najprej smo naredili sistematične raziskave prehodov iz E- v H-način razelektritve v kisikovi plazmi. Raziskali smo obnašanje nekaterih ključnih plazemskih parametrov pri tovrstnih prehodih v odvisnosti od tlaka in moči radiofrekvenčnega generatorja. Pridobljeno znanje smo nato izkoristili za razvoj in postavitve večjega reaktorja. Na večjem plazemskem sistemu smo najprej optimizirali sklopitev med nizkotlačno plazmo in visokofrekvenčnim generatorjem, nato pa raziskali tehnike prenosa atomov od vira do območij tokamaka, kjer je potrebno odstraniti depozite. Vira nevtralnih kisikovih atomov ni možno namestiti znotraj vakuumske komore tokamaka, najbližja primerna lokacija je približno 2 m oddaljena od divertorja tokamaka. Razelektritveno komoro bo torej potrebno s povezovalno cevjo povezati s fuzijskim reaktorjem. Gostota nevtralnih kisikovih atomov v tokamaku bo zaradi rekombinacij pri prenosu veliko manjša kot gostota nevtralnih kisikovih atomov v razelektritveni komori, raziskali smo za koliko. V ta namen smo razelektritveno komoro s približno 2 m dolgo povezovalno cevjo povezali s porazelektritveno komoro, kjer smo merili gostote nevtralnih kisikovih atomov. Raziskali smo tudi, kakšen je vpliv prevodnosti povezovalne cevi in učinkovite črpalne hitrosti na prenos atomov. Nazadnje smo raziskali jedkanje a-C:H nanosov in nanosov mešanice a-C:H:W z nevtralnimi kisikovimi atomi.



## 2 Teorija

### 2.1 Kisikova plazma

Plazma je stanje plina, v katerem je znatni del molekul disociiran in ioniziran. Prehod plina v stanje plazme lahko dosežemo na dva načina:

- plin segrejemo do tako visoke temperature, da znatni del atomov razpade na pozitivne ione in elektrone, ali
- plin namestimo v močno električno polje, tako da se prosti elektroni, ki so v vsakem primeru v plinu v majhnih gostotah, pospešijo in ob neprožnih trkih z atomi ali molekulami le-te ionizirajo.

Plazme v splošnem delimo na ravnovesne in neravnovesne. Če je ionizacija molekul posledica visoke temperature plina, govorimo o termični plazmi, ker je plin v termodinamičnem ravnovesju.

Delež delcev, ki se nahajajo v različnih vzbujenih stanjih, je enolično odvisen od temperature plina in ga izračunamo iz Boltzmannove porazdelitve:

$$\frac{N_a}{N} = e^{-\frac{W_a}{kT}}, \quad (2.1)$$

kjer je  $N_a$  število delcev v nekem vzbujenem stanju,  $N$  število vseh delcev,  $W_a$  aktivacijska energija,  $k$  Boltzmannova konstanta in  $T$  absolutna temperatura. Aktivacijska energija je odvisna od vrste vzbujenosti. V primeru kisika 1 % disociacijo dosežemo pri temperaturi  $1,3 \times 10^4$  K (aktivacijska energija je disociacijska energija 5,12 eV), 1 % ionizacijo pa pri temperaturi  $3 \times 10^4$  K (aktivacijska energija je ionizacijska energija 12 eV). Če torej želimo imeti visoko stopnjo ionizacije ali disociacije molekul, mora biti temperatura plina izjemno visoka.

Neravnovesno plazmo generiramo pri nizkem tlaku z različnimi vrstami razelektritev: tlečo, enosmerno z vročo katodo, visokofrekvenčno – radiofrekvenčno (RF) in mikrovalovno (MV) ali s kombinirano razelektritvijo [14]. Pri višjih tlakih in atmosferskem tlaku poznamo še druge načine, vendar se bomo v tem delu osredotočili na nizekotlačne razelektritve.

Pri nizekotlačnih plazmah je razmeroma visoka stopnja ioniziranosti plina posledica ionizacije molekule ali atoma pri neprožnem trku hitrega elektrona z nevtralnim delcem. Gostota nabitih delcev v plazmi ni odvisna od temperature plina, ampak je mnogo velikostnih redov višja od tiste, ki jo izračunamo ob predpostavki, da je plin v termodinamskem ravnovesju. Takšne plazme imenujemo termodinamsko neravnovesne plazme. Plin se torej nahaja v termodinamskem neravnovesnem stanju, kadar zanj ne veljajo zakonitosti termodinamike. To se lahko zgodi, če:

- zasedenost različnih stanj molekul ( $N_a/N$ ) ni enolično odvisna od temperature
- je temperatura delcev v različnih stanjih različna

- delci nimajo maxwellske porazdelitve, tako da temperatura sploh ni definirana.

Plazma je v zadnjih desetletjih postala osnova številnih sodobnih tehnologij. Termična plazma se uporablja za plazemsko rezanje in varjenje, za sintezo keramike, za razgradnjo nevarnih kemijskih odpadkov, za plazemsko nanašanje debelih zaščitnih prevlek na orodja in stroje, itd.

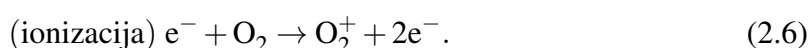
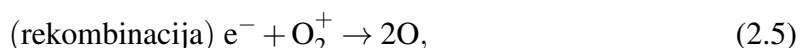
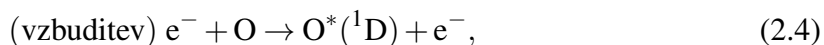
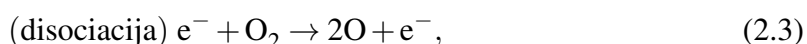
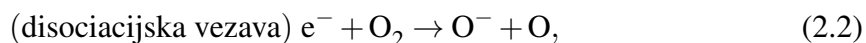
Zahteva po ekološko neoporečnih tehnologijah je povzročila razvoj vrste novih postopkov obdelave materialov, kjer pa se uporabljajo termodinamsko neravnovesne plazme. Primeri uporabe so: vakuumski postopki nanašanja tankih plasti, industrija svetil, laserjev, mikroelektronika, makroelektronika, npr. plazemski prikazovalniki, mikroobdelava silicija, npr. proizvodnja silicijevih senzorjev tlaka, proizvodnja spominskih elementov, itd. Številni primeri uporabe so še v avtomobilski, optični in vojaški industriji ter v biomedicini.

Plazmo lahko ustvarimo v različnih plinih, v tem delu smo se osredotočili na kisikovo plazmo.

Kemijske reakcije v plazmi delimo na homogene in heterogene reakcije. Homogene reakcije potekajo med delci v plinski fazi kot posledica neprožnih trkov med elektroni in različnimi težkimi delci ali s trki med samimi težkimi delci. Heterogene reakcije pa potekajo med plazemskimi delci in površinami trdih snovi.

Najverjetnejši procesi, ki potekajo v kisikovi plazmi, so vezani na trke elektronov z delci. Elektroni v plazmi dobijo energijo od zunanjega elektromagnetnega polja in jo prenesejo v plin. Večina energije elektronov se prenese na težke delce z neprožnimi trki, ki sprožijo vrsto reakcij.

Najpogostejše reakcije z elektroni v kisikovi plazmi so [14]:

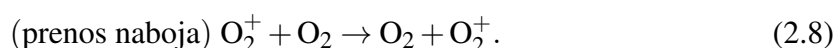
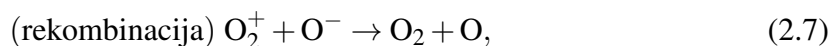


V kisikovi plazmi potekajo tudi trki med težkimi delci, ki so manj verjetni kot reakcije elektronov s težkimi delci. Trki med težkimi delci so lahko prožni, neprožni ali nadprožni.

Pri prožnih trkih se po definiciji ohranita gibalna količina in kinetična energija sistema delcev. Prožni trki delcev vodijo k prenosu kinetične energije od hitrejših delcev na počasnejše. Težki delci se tako termalizirajo. Pri prožnih trkih vibracijsko vzbujenih molekul se lahko spremeni tudi notranja energija obeh molekul:  $O_2(V) + O_2(W-1) \rightarrow O_2(V-1) + O_2(W)$ , kjer sta  $V$  in  $W$  neki vibracijski stanji molekule kisika.

Omenimo še pogosto vrsto nadprožnih trkov, tako imenovane V-T prehode. Gre za prenos energije od vibracijsko vzbujene molekule na delec, ki sodeluje v trku. V kisiku je to precej verjeten proces  $O_2(V) + X \rightarrow O_2(V-1) + X$ , kjer  $V$  pomeni neko vibracijsko stanje molekule. Energijska razlika med  $(V)$ -tim in  $(V-1)$ -tim stanjem se lahko prenese na translacijsko energijo delcev, ki sodelujejo pri trku.

Med najverjetnejše trke med težkimi delci spadata procesa rekombinacije in prenosa naboja [14]:



Različni delci v termodinamsko neravnovesnem stanju plina trkajo tudi ob trdne površine. Verjetnejši so neprožni trki, ki jih v grobem delimo na takšne s fizikalno interakcijo in takšne s kemijsko interakcijo delca s površino. V prvem primeru se kemijska zgradba površin ne spremeni, v drugem pa delci iz plina kemijsko reagirajo z molekulami na površini.

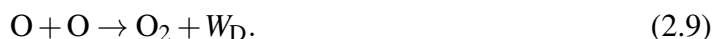
Med fizikalne procese na površini spadajo: nevtralizacija ionov, rekombinacija atomov, relaksacija vzbujenih molekul in izbijanje atomov in elektronov s površine, med kemijske pa oksidacija, redukcija in ionska implantacija [15].

Medtem ko so trki elektronov s težkimi delci nujni za vzbuditev in vzdrževanje neravnovesne plazme, pa so trki delcev s površinami nujni za uporabnost plazme.

Trke delcev s trdimi površinami izkoriščamo tudi za karakterizacijo plazme.

### 2.1.1 Rekombinacija kisikovih atomov

Podrobneje si oglejmo fizikalni proces rekombinacije kisikovih atomov. Rekombinacija je proces, kjer se par nevtralnih kisikovih atomov združi v molekulo:



Pri tem se sprosti disociacijska energija  $W_D$ .

Rekombinacije so lahko homogene ali heterogene. Preprost račun o ohranitvi gibalne količine in energije nam pove, da se zaradi eksotermne narave reakcije par atomov ne more združiti v molekulo brez prisotnosti tretjega telesa. Razen v primeru  $\text{O} + \text{O} \rightarrow \text{O}_2 + \gamma$ , ki pa je malo verjeten.

Kisikova atoma v osnovnem stanju, z notranjima energijama enakima nič, z maso  $m$  imata pred trkom hitrosti  $\vec{v}_1$  in  $\vec{v}_2$ . Njuna skupna gibalna količina pred trkom je:

$$\vec{G}_{\text{pred}} = m(\vec{v}_1 + \vec{v}_2). \quad (2.10)$$

Njuna skupna kinetična energija pred trkom je vsota kinetičnih energij posameznega atoma:

$$W_{\text{pred}} = \frac{mv_1^2}{2} + \frac{mv_2^2}{2}. \quad (2.11)$$

Po trku oziroma združitvi je gibalna količina molekule:

$$\vec{G}_{\text{po}} = 2m\vec{v}, \quad (2.12)$$

kjer je  $\vec{v}$  hitrost kisikove molekule po trku, ki jo lahko izračunamo iz ohranitve gibalne količine  $\vec{G}_{\text{pred}} = \vec{G}_{\text{po}}$ :

$$\vec{v} = \frac{\vec{G}_{\text{pred}}}{2m} = \frac{(\vec{v}_1 + \vec{v}_2)}{2}. \quad (2.13)$$

Kinetična energija molekule je potem:

$$W_{\text{po}} = \frac{m}{4} \cdot (v_1^2 + v_2^2 + 2(\vec{v}_1 \cdot \vec{v}_2)). \quad (2.14)$$

Vidimo, da je kinetična energija molekule enaka kinetični energiji pred trkom  $W_{\text{pred}} = W_{\text{po}}$  le v primeru, ko sta hitrosti atomov pred trkom enaki  $\vec{v}_1 = \vec{v}_2$ . To pa pomeni, da sta ali že združena v molekulo ali pa ne bosta nikoli trčila.

Kinetična energija po trku je torej v vsakem primeru manjša kot pred trkom, kar pomeni, da se mora presežek energije prenesti v notranjo energijo molekule. Poleg tega presežka

mora molekula sprejeti tudi disociacijsko energijo, ki se sprosti pri rekombinaciji. Notranja energija nastale molekule je torej večja od disociacijske energije, kar pomeni, da molekula ni obstojna in takoj razpade nazaj na atoma. To pa se ne zgodi v primeru, ko je v bližini tretje telo, ki lahko prevzame odvečno energijo. Stabilna molekula tako nastane le pri prisotnosti tretjega telesa. Homogene rekombinacije zahtevajo torej trke tretjega reda, ki pa so pri tlakih do okoli 100 Pa zelo malo verjetni. V nizkotlačnih plazmah se torej atomi združujejo le s heterogenimi rekombinacijami na površinah trdne snovi.

Proces heterogene rekombinacije atomov na površini izkoriščamo za merjenje gostote nevtralnih atomov s katalitično sondo.

### 2.1.2 Odstranjevanje depozitov

Kisikova plazma se uporablja v številne znanstvene namene, npr. v nanoznanosti [16–18] za sintezo nanožičk iz kovinskih oksidov, v biomedicinski znanosti [19, 20] za sterilizacijo delikatnih biokompatibilnih materialov in v znanosti o površinah [21, 22] za spreminjanje površinskih lastnosti. Zaradi zahtev po ekološko neoporečnih tehnologijah se kisikova plazma veliko uporablja tudi v industriji v nekaterih sodobnih tehnologijah: čiščenje, oksidacija, hladno upepeljevanje, selektivno in anizotropno jedkanje ter aktivacija površin polimerov.

Poleg omenjenih uporab se interakcije delcev kisikove plazme s površino izkorišča tudi za odstranjevanje ogljikovih depozitov v fuzijskih reaktorjih z divertorji, ki vsebujejo ogljik.

Ogljikove depozite lahko odstranimo z različnimi tehnikami, npr. s pulznim laserjem [23] ali z oksidacijo, ki se jo lahko razdeli na tri kategorije [24]: termooksidacija [24–26], oksidacija s plazmo in oksidacija z atomarnim kisikom [27].

Termooksidacija se nanaša na odstranjevanje ogljikovih nanosov s segrevanjem v kisikovi atmosferi. S termooksidacijo pri 623 K so dosegli stopnjo oksidacije približno  $\approx 2,4 \times 10^{-9} \text{ C/O}_2$  [25].

Odstranjevanje ogljikovih depozitov s kisikovo, vodikovo in dušikovo (amoniak) šibko ionizirano plazmo se je izkazalo za učinkovito tehniko [28–32], vendar uporaba te tehnike v ITER-ju zaradi prisotnosti močnega permanentnega magnetnega polja superprevodnih magnetov ni mogoča. Vseeno pa so s to tehniko dosegli zadovoljive rezultate: 12 nm/min [33] in  $\approx 2,1 \times 10^{19} \text{ C/s}$  [34]. Ugotovili so tudi, da je verjetnost za odstranitev ogljika s pozitivno nabitimi kisikovimi ioni večja od 100 %. Ta paradoks so razložili z odstranjevanjem ogljikovih atomov iz hidrogeniziranih ogljikovih plasti z drugimi reaktivnimi delci, ki so prisotni v plazmi. Glavni kandidati za to so nevtralni kisikovi atomi.

Nevtralne kisikove atome lahko dobimo v različnih kisikovitih plazemskih razelektrivah. Povprečne gostote nevtralnih kisikovitih atomov v teh razelektrivah so:  $\approx 1 \times 10^{21} \text{ m}^{-3}$  v enosmernih DC razelektrivah [35],  $\approx 5 \times 10^{20} \text{ m}^{-3}$  v mikrovalovnih razelektrivah [36],  $\approx 1 \times 10^{20} \text{ m}^{-3}$  v kapacitivno sklopljenih radiofrekvenčnih kisikovitih plazmah (CCP) [37] in  $\approx 2 \times 10^{21} \text{ m}^{-3}$  v kisikovitih plazmah, ustvarjenih z brezelektrodno radiofrekvenčno razelektrivijo (ICP) [38–41].

V induktivno sklopljenih plazmah (ICP) je stopnja disociacije več redov velikosti večja od stopnje ionizacije v šibko ioniziranih plazmah in zlahka preseže vrednosti 10 %. Razlog za to ni le dejstvo, da je disociacijska energija nižja od ionizacijske, ampak predvsem zelo majhna izguba kisikovitih atomov na površinah reaktorja. Pomemben je rekombinacijski koeficient materiala, ki je v stiku s plazmo. Če je razelektritvena komora narejena iz stekla, je rekombinacijski koeficient lahko reda velikosti  $10^{-5}$  [42–44], medtem ko je verjetnost za površinsko nevtralizacijo nabitega delca blizu 1.

Visoka kemijska reaktivnost nevtralnih kisikovih atomov in njihova lahka proizvodnja sta privedli do različnih eksperimentov odstranjevanja hidrogeniziranih ogljikovih depozitov z interakcijo nevtralnih kisikovih atomov v odsotnosti drugih plazemskih delcev. Prvi rezultati so pokazali, da je verjetnost za to reakcijo zadovoljivo velika pri povišani temperaturi. Hitrosti jedkanja so presegle vrednost 10 nm/s [45, 46]. Omenjeni rezultati so bili dobljeni v majhnem eksperimentalnem sistemu in velikost vzorcev je bila reda  $\text{cm}^2$ . Problem pri tej tehniki, kot tudi pri večini drugih, je pri večanju eksperimentalnih pogojev, tako da bi metodo lahko uporabljali za odstranjevanje depozitov v velikih fuzijskih reaktorjih. Tipične površine takih reaktorjev so reda velikosti  $100 \text{ m}^2$ .

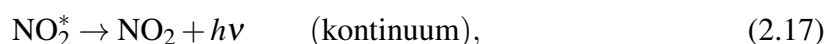
## 2.2 Metode merjenja gostote nevtralnih kisikovih atomov

Odstranjevanje hidrogeniziranih ogljikovih depozitov je torej možno z nevtralnimi kisikovimi atomi. Kot je bilo že omenjeno, so najboljši načini za generiranje nevtralnih atomov elektromagnetne razelektritve, kjer je tipična gostota nevtralnih kisikovih atomov okoli  $10^{21} \text{ m}^{-3}$ . Vendar te vrednosti lahko, v odvisnosti od razelektritvenih parametrov, variirajo za več redov velikosti. Ker je za optimalno odstranjevanje potrebna določena vrednost gostote atomov, je potrebno čim bolj natančno izmeriti gostoto nevtralnih kisikovih atomov. V tem poglavju so na kratko predstavljene, v literaturi najpogostejše, metode za merjenje gostote nevtralnih kisikovih atomov.

### 2.2.1 NO titracija

NO titracija je precej zanesljiva kemična metoda za določanje gostote nevtralnih kisikovih atomov. Metoda temelji na reakciji med atomi kisika, ki so nastali v plazmi, in dušikovega oksida, ki ga dovajamo v porazelektritveno komoro. Zaradi varnostnih razlogov se ponavadi uporablja mešanico dušikovega oksida in argona.

V porazelektritveni komori potekajo naslednje reakcije [47]:



Pri reakciji (2.15) nastaja metastabilna molekula  $\text{NO}_2^*$ , ki pri prehodu v osnovno stanje (2.17) seva zeleno svetlobo z vrhom okoli  $\lambda = 575 \text{ nm}$ . Intenziteto te svetlobe merimo z optično emisijsko spektroskopijo.

Število nastalih metastabilnih molekul  $\text{NO}_2^*$  je odvisno od gostote nevtralnih kisikovih atomov, nastalih v plazmi, in od volumskega pretoka NO. Sledi, da je intenziteta izsevane svetlobe  $I(\text{NO}_2^*)$  sorazmerna z gostoto kisikovih atomov  $n_{\text{O}}$  in gostoto dušikovega oksida  $n_{\text{NO}}$ . Zvezo lahko zapišemo kot:

$$I(\text{NO}_2^*) = K(\lambda) \cdot n_{\text{NO}} \cdot n_{\text{O}}, \quad (2.18)$$

kjer je  $K(\lambda)$  konstanta, ki je odvisna od spektralne občutljivosti spektrometra, energije fotonov, verjetnosti emisije in od hitrosti potekanja reakcij (2.15) in (2.17). Enačbo (2.18) lahko enostavneje zapišemo kot:

$$I(\text{NO}_2^*) = r \cdot n_{\text{NO}}, \quad (2.19)$$

kjer je  $r = K(\lambda) \cdot n_{\text{O}}$ . Enačba (2.18) kaže, da je intenziteta izsevane svetlobe  $I(\text{NO}_2^*)$  linearno odvisna od gostote oziroma volumskega pretoka dušikovega oksida.

Iz naklona premice  $r$ , ki jo dobimo z merjenjem intenzitete  $I(\text{NO}_2^*)$  v odvisnosti od volumskega pretoka NO, lahko izračunamo gostoto nevtralnih kisikovih atomov  $n_{\text{O}}$ . Konstanto  $K(\lambda)$  se določi s kalibracijo z dušikom.

Pomanjkljivost te metode sta predvsem strupena plina NO in NO<sub>2</sub>. Poleg tega pa je metoda uporabna le v porazelektritvenem območju, saj se v razelektritvenem območju NO zaradi trkov z elektroni uniči. Gostota nevtralnih atomov v plazmi se lahko torej določi le z uporabo primerne modela in podatki, izmerjenimi v porazelektritvi.

## 2.2.2 Absorpcijske metode

Pri optično absorpcijskih tehnikah se pogosto uporablja opazovanje fluorescence, ki jo povzroči absorpcija fotona snopa laserske svetlobe, s katero se selektivno vzbujajo atome v osnovnem stanju. Vzburjen atom se nato deekscitira in izseva foton z valovno dolžino v vidnem spektru.

Za vzbujanje atomov iz osnovnega stanja se uporabijo fotoni s točno določeno energijo. Atom absorbira energijo in preide v višje vzbujeno stanje. Nato se s fluorescenco oziroma z izsevanjem svetlobe relaksira v nižje stanje. V primeru kisikovih atomov morajo fotoni imeti najmanj valovno dolžino 130 nm, kar ustreza prehodu med osnovnim stanjem  $2p^4 \ ^3P$  in vzbujenim stanjem  $3s \ ^3S$  [48]. To je namreč dovoljen optični prehod z najmanjšo energijo (9,5 eV). Ker pa nastavljivih laserjev pri tako kratkih valovnih dolžinah ni, so razvili tako imenovano dvofotonsko absorpcijo.

Tehnika, ki za vzbujanje atomov iz osnovnega stanja uporablja dvofotonsko absorpcijo, se imenuje dvofotonska laserska fluorescenca oziroma TALIF (Two Photon Laser-Induced Fluorescence). Atom istočasno absorbira dva fotona z energijo enako polovici energije prehoda. Za kisikove atome je prvi tak prehod iz osnovnega stanja v stanje  $3p \ ^3P$ . Za ta prehod je potrebna energija okoli 11 eV, kar pomeni dva fotona z valovno dolžino 226 nm. Svetlobo pri tej valovni dolžini pa je že mogoče doseči z uporabo določenih nelinearnih optičnih procesov.

Gostota kisikovih atomov, vzbujenih iz osnovnega stanja v stanje  $3p \ ^3P$ , se torej določi z merjenjem fluorescence v stanje  $3s \ ^3S$  pri 845 nm.

Tehnika TALIF ima zelo dobro prostorsko in časovno ločljivost. Prostorska je določena z debelino laserskega snopa, ki je tipično okoli 100  $\mu\text{m}$ , časovna pa je reda velikosti 0,1 ms. Metoda ima pa tudi nekaj pomanjkljivosti. Zaradi bistveno manjšega preseka za dvofotonsko absorpcijo kot za enofotonsko je za to tehniko merjenja potreben zelo močan vir laserske svetlobe, kar pomeni, da je metoda zelo draga. Za določanje absolutne gostote atomov je metodo treba tudi umeriti, za kar se je uporabljala NO titracija, dokler niso Goehlich et al. [49] ponudili tehnično bolj preprosto kalibracijo z žlahtnimi plini. Poleg tega tehnika omogoča merjenje nevtralnih kisikovih atomov le v porazelektritvenem območju, kjer so atomi zopet nazaj v osnovnem stanju in ne v vzbujenem kot so v območju razelektritve.

## 2.2.3 Aktinometrija

Aktinometrijo sta prvič, kot tehniko za določanje gostote fluorovih atomov, leta 1980 predstavila J. W. Coburn in M. Chen [50]. Pri tej tehniki določanja gostote prostih atomov v osnovnem stanju se uporablja optična emisijska spektroskopija in aktinometer. Slednji je

plin, ki ga v majhnih a znanih koncentracijah dodamo v plinsko mešanico. Ponavadi je to žlahtni plin, ki ima sevalni prehod blizu prehoda delcev, katerih gostoto želimo izmeriti. Pri meritvah nevtralnih kisikovih atomov se najpogosteje uporablja argon.

Ker je gostota argonovih atomov v plinski mešanici poznana, se z razmerjem med intenzitetami vrhov emisijskih črt argona in kisika lahko določi gostoto nevtralnih kisikovih atomov. Primerja se intenziteto kisikove emisijske črte 845 nm z intenziteto argonove črte pri 750 nm.

Razmerje med intenzitetama emisijskih črt opiše izraz [51]:

$$\frac{I_O}{I_{Ar}} \propto \frac{n_O}{n_{Ar}} \frac{\int_{\epsilon_O}^{\infty} \sigma_O(\epsilon) f(\epsilon) \sqrt{\epsilon} d\epsilon}{\int_{\epsilon_{Ar}}^{\infty} \sigma_{Ar}(\epsilon) f(\epsilon) \sqrt{\epsilon} d\epsilon}, \quad (2.20)$$

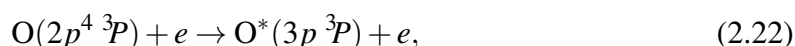
kjer sta  $I_O$  in  $I_{Ar}$  intenziteti vrhov emisijskih črt,  $n_O$  in  $n_{Ar}$  številski gostoti atomov v osnovnem stanju,  $\sigma_O$  in  $\sigma_{Ar}$  preseka za elektronsko ekscitacijo atoma v osnovnem stanju,  $f(\epsilon)$  funkcija porazdelitve energije elektronov in  $\epsilon$  energija elektronov. Ker opazujemo razmerje intenzitet črt se gostoti elektronov okrajšata in zato izraz ni odvisen od gostote elektronov  $n_e$ , še vedno pa je odvisen od  $f(\epsilon)$ . Če sta integrala konstantna, lahko izraz (2.20) zapišemo kot:

$$\frac{I_O}{I_{Ar}} = \frac{k_O}{k_{Ar}} \frac{n_O}{n_{Ar}} = k'_O \frac{n_O}{n_{Ar}}, \quad (2.21)$$

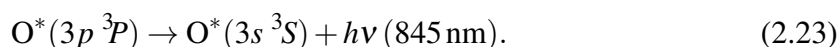
kjer so  $k$  sorazmernostne konstante. Ta izraz predstavlja temelj aktinometrije kot tehnike za merjenje gostote atomov v osnovnem stanju.

V izrazu (2.21) je  $k'_O$  konstanta, le če sta odvisnosti od energije pri presekih  $\sigma_O(\epsilon)$  in  $\sigma_{Ar}(\epsilon)$  enaki, ali če se v področju integriranja  $f(\epsilon)$  bistveno ne spremeni. V realnih sistemih pa je oblika presekov relativno nepomembna, saj  $f(\epsilon)$  hitro pada z večanjem energije in je pomembna le gostota elektronov, ki imajo energijo večjo od obeh prehodov. Če sta energiji prehodov  $\epsilon_O$  in  $\epsilon_{Ar}$  podobni, je  $k'_O$  konstanten.

Največja pomanjkljivost te tehnike je v njenih dveh predpostavkah. Aktinometrija namreč temelji na predpostavkah, da se stanje  $O^*$  vzbudi zgolj z neposrednim trkom elektrona z atomom v osnovnem stanju:



vzbujeno stanje  $O^*$  pa izgubi energijo le z izsevanjem karakterističnega fotona:



Iz (2.22) in (2.23) je torej razvidno, da je intenziteta vrha emisijske črte pri 845 nm direktno sorazmerna s koncentracijo vzbujenih atomov  $O^*$  oziroma kar z gostoto atomov v osnovnem stanju  $O$ .

Dejansko pa do stanja  $O^*$  lahko pride na več načinov. Poleg vzbujanja iz osnovnega stanja, se stanje  $O^*$  lahko vzbudi z večstopenjsko ekscitacijo, z deekscitacijo z višjih vzbujenih stanj ali, v določenih okoliščinah, z disociativno ekscitacijo [52]:



K intenziteti emisijske črte torej ne prispevajo le prosti atomi v osnovnem stanju, pač pa tudi molekule, ki pri trku z elektronom doživijo disociativno ekscitacijo.

Poleg tega pa vzbujeno stanje  $O^*$  ne izgublja energije le pri deekscitaciji ampak tudi pri trkih med atomi [51, 52].

Ti popravki tehniko aktinometrije precej zakomplicirajo, saj je za točno določanje gostote nevtralnih kisikovih atomov treba upoštevati dokaj kompleksen kinetični model [53].

### 2.2.4 Katalitične sonde

Katalitične sonde so med omenjenimi metodami najstarejše. Prvič je katalitično sondo opisal W. V. Smith leta 1942 [54]. V omenjenem članku je uporabil platino, ki jo je kot katalitični material naporil na stekleno kapico. Temperaturo steklene kapice je meril s termočlenom. Za povezavo med temperaturo katalitičnega materiala in gostoto atomov je ponudil le preprosto kvalitativno razlago: ko je gostota atomov v okolici sonde večja, potem je tudi temperatura sonde višja.

Novo različico katalitične sonde, aktivno grelno sondo, sta leta 1961 predstavila Wood in Wise [55]. Za katalitični material sta uporabila greto katalitično žarilno nitko. Namesto merjenja temperature katalizatorja sta merila električno moč, ki je potrebna, da temperatura žarilne nitke ostaja nespremenjena, potem ko se na njeni površini pričnejo rekombinacije. Čeprav je merjenje z aktivno grelno katalitično sondo precej bolj neposredno, pa zaradi preprostosti v literaturi še vedno večkrat zasledimo navadno katalitično sondo.

Katalitične sonde se segrevajo zaradi disipacije energije, ki jo povzročajo heterogene rekombinacije atomov na površini katalizatorja. Iz temperaturne krivulje sonde pa lahko določimo gostoto nevtralnih atomov v okolici sonde ali pa rekombinacijski koeficient uporabljenega katalizatorja.

Sonde pri delovanju izkoriščajo eksotermno naravo rekombinacijske reakcije, ki je v našem primeru:



Na vsak par atomov, ki se rekombinira na površini sonde, se sprosti disociacijska energija  $W_D$ , ki v primeru reakcije (2.25) znaša  $W_D = 5,12 \text{ eV}$  [56]. Če je sonda izpostavljena gostoti atomov  $n$  in lahko zanemarimo usmerjen tok plina, je gostota toka atomov na sondo enaka  $j = \frac{1}{4}n v$ , kjer je  $v$  termična hitrost atomov in se izračuna z enačbo:

$$v = \sqrt{8kT_0/\pi m_a}, \quad (2.26)$$

kjer je  $T_0$  kinetična temperatura plina v bližini sonde,  $m_a$  je masa atomov in  $k$  Boltzmannova konstanta.

Gostota toplotnega toka, sproščenega na sondi z rekombinacijskim koeficientom  $\gamma$ , je potem:

$$J = \gamma \cdot \frac{1}{4} \cdot n \cdot v \cdot \frac{W_D}{2}. \quad (2.27)$$

Kot je razvidno iz enačbe (2.27), je gostota toplotnega toka, ki se sprošča na sondi, odvisna ne le od okolice sonde, ampak tudi od rekombinacijskega koeficienta materiala, iz katerega je sonda narejena. Če torej želimo iz sonde dobiti čim boljši signal, se mora le-ta bolj segrevati in mora zato biti narejena iz materiala, ki ima čim večji rekombinacijski koeficient. Če pa merimo v območju z zelo veliko gostoto atomov, mora biti rekombinacijski koeficient manjši, da se sonda ne stali.

Katalitične sonde imajo v primerjavi z ostalimi opisanimi metodami kar nekaj prednosti. Zaradi enostavne izdelave so izredno dostopne in poceni, enostavne za uporabo, kvantitativne in se lahko uporabljajo za merjenje gostote nevtralnih atomov v območju razelektritve.

Metoda merjenja s katalitičnimi sondami ima tudi nekaj pomanjkljivosti. Med omenjenimi metodami ima namreč najslabšo časovno ločljivost, saj je za eno meritev potrebno počakati toliko, da se sonda segreje do ravnovesne temperature, kar običajno traja nekaj deset sekund. Pri sistematičnih meritvah karakteristik plazme sicer obstaja postopek meritev, ki ta čas bistveno zmanjša, a je časovna ločljivost še vedno reda velikosti sekunde.

Poleg tega je merjenje s katalitično sondo destruktivna metoda, saj sonda predstavlja ponor

atomov in se gostota nevtralnih atomov v njeni okolici zaradi tega zmanjša. Kar pa ni velika pomanjkljivost, saj se vpliv sonde na okolico preprosto upošteva pri obdelavi podatkov.

Glavna pomanjkljivost navadne katalitične sonde je sledeča. Pri eksperimentih, kjer se uporablja radiofrekvenčna razelektritev in meritve s katalitično sondo potekajo blizu razelektritvenega območja, predstavljajo največji problem elektromagnetne interference. Električni signal, ki ga odčitavamo na katalitični sondi, je zelo šibek in zato že zaradi manjših radiofrekvenčnih motenj postane neuporaben. To pa je tudi glavni razlog, zakaj so razvili novo verzijo katalitične sonde, optično katalitično sondo [57]. Optična katalitična sonda (FOCP – Fiber Optic Catalytic Probe) za zajemanje signala uporablja optična vlakna in jo zato elektromagnetne interference ne motijo.

## 2.3 Plazemske razelektritve

Za plazemske obdelave površin materialov se uporabljajo različne vrste termodinamsko neravnovesnih plazem, ki jih vzbudimo z različnimi razelektritvami v plinih. Prehod plina v stanje plazme oziroma razelektritev dosežemo tako, da plin izpostavimo električnemu polju. Plin, skozi katerega teče električni tok, se delno ionizira, kar pomeni, da so poleg nevtralnih delcev prisotni tudi prosti elektroni in ioni. Prosti elektroni se v električnem polju pospešujejo in pri trkih z atomi ali molekulami plina povzročijo prehod atoma ali molekule iz osnovnega termodinamsko ravnovesnega stanja v različna vzbujena stanja.

Vrste razelektritev delimo po frekvencah električnega polja, s katerim vzbujamo plazmo: enosmerna razelektritev, koronska razelektritev (50–450 kHz), radiofrekvenčna razelektritev (5–100 MHz), mikrovalovna izotropna brez magnetna (2,45 GHz) in elektronsko ciklotronsko resonančna (ECR) razelektritev z magnetom (2,45 GHz).

Pri radiofrekvenčni plazmi se uporabljata predvsem industrijsko predpisani frekvenci 13,56 MHz in 27,12 MHz. Radiofrekvenčne plazme delimo na kapacitivno in induktivno sklopljene, ki so določene z metodo, s katero ustvarimo električno polje. Pri kapacitivni sklopitvi za generiranje električnega polja uporabljamo elektrodi oziroma kondenzator, pri induktivni sklopitvi pa vzbujevalno tuljavo ali spiralo.

### 2.3.1 Visokofrekvenčne razelektritve

Teorija vzbujanja plazme z električnim poljem temelji na gibanju delcev v tem polju. Če imamo električno polje z amplitudo  $E_0$  in frekvenco  $\omega$ , je jakost električnega polja enaka:

$$E = E_0 \cos \omega t. \quad (2.28)$$

Enačba gibanja za nabit delec, ki se giblje v smeri električnega polja, je:

$$m\ddot{x} = eE_0 \cos \omega t, \quad (2.29)$$

kjer je  $m$  masa in  $e$  naboj delca. Hitrost in položaj delca izračunamo z integriranjem enačbe (2.29) po času:

$$\dot{x} = \frac{eE_0}{m\omega} \sin \omega t, \quad (2.30)$$

$$x = -\frac{eE_0}{m\omega^2} \cos \omega t. \quad (2.31)$$

Delec v polju ima največjo kinetično energijo takrat, ko doseže maksimalno hitrost  $v_0$ . Amplitudo hitrosti nihanja delca razberemo iz enačbe (2.30) in znaša  $v_0 = eE_0/m\omega$ . Ma-

ksimalno kinetično energijo delca, ki niha v električnem polju, izračunamo kot:

$$W_{\text{kin}} = \frac{mv_0^2}{2} = \frac{1}{2m} \left( \frac{eE_0}{\omega} \right)^2. \quad (2.32)$$

V tabeli 1 so predstavljene amplituda, maksimalna hitrost in maksimalna kinetična energija elektronov in kisikovih ionov pri različnih jakostih RF-polja s frekvenco 27,12 MHz (kotno frekvenco  $\omega = 170,4$  MHz), ki smo jih izračunali po enačbah (2.30–2.32).

Tabela 1: Primerjava izračunanih karakteristik nihanja elektronov in kisikovih ionov v RF-plazmi (27,12 MHz).  $x_0$  – amplituda nihanja delca v električnem polju,  $v_0$  – amplituda hitrosti delca v električnem polju in  $W_{\text{kin}}$  – maksimalna kinetična energija delca v električnem polju

$E_0$ /(V/m)	$x_0$ /m	$v_0$ /(m/s)	$W_{\text{kin}}$ /eV
Elektroni			
10	$6 \cdot 10^{-5}$	$1 \cdot 10^4$	$3 \cdot 10^{-4}$
$10^2$	$6 \cdot 10^{-4}$	$1 \cdot 10^5$	$3 \cdot 10^{-2}$
$10^3$	$6 \cdot 10^{-3}$	$1 \cdot 10^6$	3
$10^4$	$6 \cdot 10^{-2}$	$1 \cdot 10^7$	$3 \cdot 10^2$
Kisikovi ioni $O^+$ , $O^-$			
10	$2 \cdot 10^{-9}$	0,354	$1 \cdot 10^{-8}$
$10^2$	$2 \cdot 10^{-8}$	3,54	$1 \cdot 10^{-6}$
$10^3$	$2 \cdot 10^{-7}$	35,4	$1 \cdot 10^{-4}$
$10^4$	$2 \cdot 10^{-6}$	354	$1 \cdot 10^{-2}$

Za plazmo, generirano v električnem polju s pol manjšo frekvenco 13,56 MHz (končna frekvenca  $\omega = 85,2$  MHz), pa so amplitude hitrosti ( $v_0$ ) elektronov in kisikovih ionov dvakrat večje, amplitude nihanja ( $x_0$ ) in maksimalna kinetična energija ( $W_{\text{kin}}$ ) elektronov in kisikovih ionov pa štirikrat večje od izračunanih vrednosti v tabeli 1.

Iz izračuna za največjo hitrost in energijo elektronov ter ioniziranih atomov v polju s frekvenco 27,12 MHz ugotovimo, da ioni kisika praktično ne čutijo vpliva električnega polja. To velja za različne jakosti RF-polja s frekvenco 27,12 MHz. Amplituda nihanja ionov je precej manjša od njihove povprečne proste poti, ki je reda velikosti  $10^{-4}$  m. Njihova hitrost je manjša od povprečne hitrosti termičnega gibanja, zato je tudi njihova kinetična energija manjša od povprečne energije termičnega gibanja, ki pri sobni temperaturi znaša 0,04 eV. Če so energije delcev manjše od te vrednosti, njihovo pospeševanje zanemarimo. Tako pri frekvenci 27,12 MHz dobimo zelo močno pospešene elektrone, medtem ko se ioni skoraj ne pospešujejo, zato je plazma zelo ugodna za nastanek atomarnih in vzbujenih vrst delcev [14].

V plazmi nastali elektroni delujejo kot glavni posrednik pri prenosu energije iz zunanega električnega polja v plin. Prenos energije poteka preko trkov med elektroni in molekulami plina. Pri neprožnih trkih se energija prenese v disociacijo in ionizacijo molekul ter v nastanek novih plazemskih delcev, kot so prosti radikali, vzbujene metastabilne molekule in ioni.

Vzporedno z nastajanjem novih plazemskih delcev tečejo procesi izgub le-teh. Elektrone izgublamo zaradi difuzije na površine, ione pa še zaradi rekombinacij z elektroni in

z nevtralizacijo na površinah. Nevtralne radikale in atome izgublamo primarno z rekombinacijami preko homogenih reakcij v plazmi ali površinskih reakcij na stenah reaktorja [14]. Zaradi zakona o ohranitvi energije potekajo rekombinacije v plazmi le pri trku s tretjim telesom, ki prevzame odvečno energijo. Zato pri nizkih tlakih prevladujejo reakcije na površinah reaktorja. Reaktorji so zato najpogosteje narejeni iz stekla, ki ima nizko verjetnost za površinsko rekombinacijo atomov ( $10^{-4}$ ). V takem reaktorju lahko dosežemo veliko gostoto nevtralnih atomov ob razmeroma majhni gostoti nabitih ionov.

Temperature elektronov v šibko ioniziranih plazmah, ki jih generiramo z brezelektrodno radiofrekvenčno razelektrivijo, dosegajo vrednosti okrog  $5 \cdot 10^4$  K, tako da je njihova povprečna energija pogosto med 4–6 eV, medtem ko so temperature ostalih plazemskih delcev približno enake temperaturi izvornega plina. Ker je to kar sobna temperatura ali pa nekoliko povišana, takim plazmam rečemo tudi hladne plazme.

## 2.4 Sklopitev

Kot smo že omenili, radiofrekvenčne plazme delimo na kapacitivno in induktivno sklopljene. Način sklopitve je določen z metodo, s katero ustvarimo električno polje. Pri kapacitivni sklopitvi za generiranje električnega polja uporabljamo elektrodi oziroma kondenzator, pri induktivni sklopitvi pa vzbujevalno tuljavo.

Cilj optimalne sklopitve je enostaven; potrebno je namreč prenesti čim več moči iz radiofrekvenčnega generatorja v plazmo. Med elektrodami oziroma znotraj vzbujevalne tuljave moramo ustvariti električno polje s čim večjo električno poljsko jakostjo, zato da elektroni, ki se pospešujejo v tem polju, dobijo čim več energije (tabela 1).

Kvaliteta sklopitve med visokofrekvenčnim generatorjem in nizkotlačno plazmo je odvisna od več faktorjev: od vrste oziroma oblike elektrode ali vzbujevalne tuljave in od zmožnosti prenosa moči iz generatorja do elektrode ali vzbujevalne tuljave. Da bi dosegli maksimalen prenos moči, moramo uporabiti metodo, imenovano impedančno prilagajanje. Impedančno prilagajanje v večini primerov izvajamo z uporabo tako imenovanih uskladi-tvenih členov, ki jih namestimo med visokofrekvenčni generator in elektrodo ali vzbujevalno tuljavo.

Pri naših eksperimentih smo uporabljali le induktivno sklopljene plazme, zato bomo nadaljnjo razlago omejili le na to sklopitev.

### 2.4.1 Induktivno sklopljena plazma – ICP

Induktivno sklopljene plazme uvrščamo med tako imenovane brezelektrode razelektritve. V nasprotju z enosmerno DC, koronsko in kapacitivno sklopljeno radiofrekvenčno razelektrivijo, pri ICP za razelektritev plina ne uporabljamo elektrode. Za razelektritev uporabljamo vzbujevalno tuljavo, ki ni v stiku s plazmo, saj je nameščena zunaj razelektritvene komore.

Radiofrekvenčni generator lahko induktivno sklopimo s plazmo na dva načina, s tako imenovanimi planarnimi tuljavami (spirala) ali pa z navadnimi tuljavami (solenoid). V tem delu se bomo osredotočili na induktivni sklop z navadno tuljavo, saj so naši plazemski sistemi sestavljeni iz steklenih razelektritvenih cevi, okrog katerih je navita vzbujevalna tuljava.

Kvaliteta sklopitve je odvisna od nekaterih lastnosti vzbujevalne tuljave. Za vzbujevalno tuljavo je zelo pomembno, da je navita čim bližje razelektritveni cevi, saj tako dosežemo boljši sklop s plazmo. Jakost električnega polja, v katerem se pospešujejo elektroni, namreč hitro pada z razdaljo od žice. Oblika vzbujevalne tuljave je prav tako zelo pomembna in je

odvisna od tega, kakšen tip razelektritve induktivno sklopljene plazme želimo.

### 2.4.2 E- in H-način

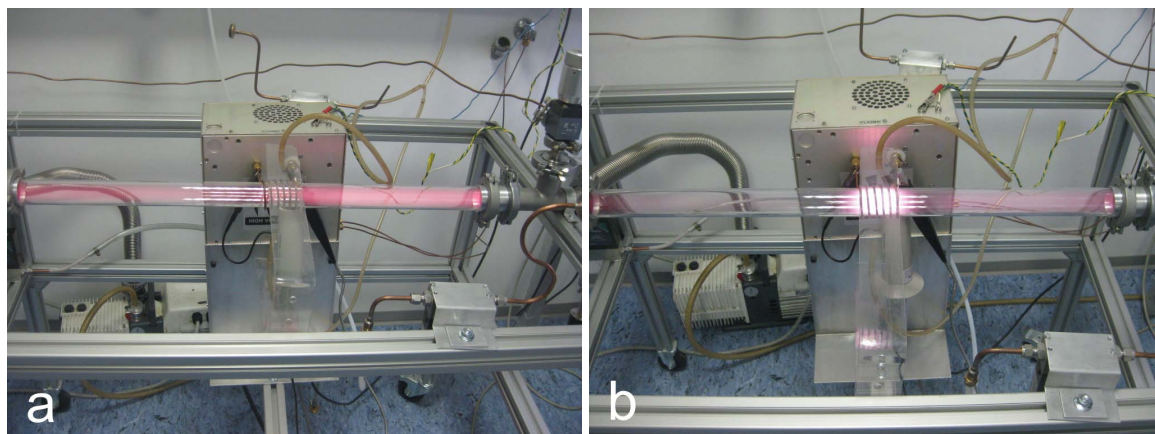
V induktivno sklopljenih razelektritvah obstajata dva različna tipa razelektritve: E-način in H-način.

Ko tuljavo induktivno sklopljenega plazemskega sistema vzbujamo z radiofrekvenčnim generatorjem, električni tok, ki teče skozi tuljavo, po Faradayevem zakonu, proizvede oscilirajoče inducirano električno polje, ki ima zmožnost vzdrževati plazmo v reaktorski komori. V praksi se pojavi še dodatno aksialno električno polje. Če tuljavo vzbujamo z radiofrekvenčnim virom, je vzdolž tuljave vedno potencialna razlika, zaradi česa je poleg inducirane azimutalnega električnega polja vedno prisotno še električno polje vzdolž osi – aksialno.

Efekte aksialnega polja lahko minimiziramo bodisi s primerno Faradayevo zaščito ali z razdelitvijo indukcijske tuljave na dele, ki so ločeni z ujemalnimi kondenzatorji. Prisotnost obeh, aksialnega in inducirane električnega polja, pa privede do različnih načinov delovanja induktivno sklopljene plazme.

Pri manjših vzbujevalnih močeh je za razelektritev v induktivno sklopljeni plazmi značilna šibka emisija svetlobe, nizka gostota elektronov in razmeroma visoka temperatura elektronov. Na tej stopnji je aksialno električno polje večje od inducirane in je zato odgovorno za vzdrževanje plazme. Tej razelektritvi se običajno reče E-način razelektritve (slika 2). Ko s povečevanjem radiofrekvenčne vzbujevalne moči dosežemo določeno kritično vrednost, se nenadoma povečata svetilnost plazme in gostota elektronov, temperatura elektronov pa se nekoliko zmanjša. Ta razelektritev je znana kot H-način razelektritve (slika 2). H-način se vzbuja predvsem z induciranim električnim poljem, aksialno električno polje pa igra le majhno vlogo.

Tukaj je potrebno poudariti, da v induktivno sklopljeni plazmi E-načina delovanja ne smemo identificirati s kapacitivno sklopljenim prenosom moči in H-načina z induktivno sklopljenim prenosom RF moči. V obeh delovnih režimih sta vedno prisotni tako kapacitivna, kot tudi induktivna komponenta prenosa RF moči v plazmo. Tisto kar se dramatično spremeni pri prehodu iz E- v H-način, pa je relativni prispevek teh komponent [58].

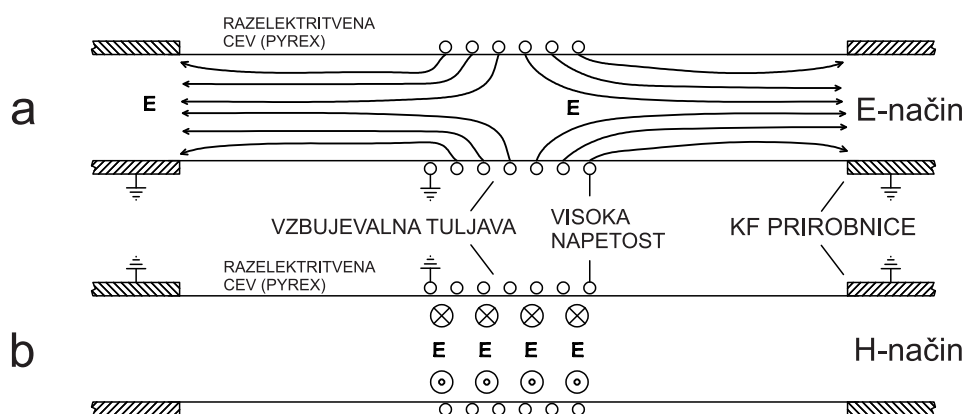


Slika 2: Fotografija E-načina kisikove induktivno sklopljene plazme (a) in fotografija H-načina kisikove induktivno sklopljene plazme (b)

Kot je razvidno iz fotografij na sliki 2, se E- in H-način razlikujeta že s prostim očesom. Razlika ni le v intenzivnosti svetilnosti plazme, temveč tudi v razpotegnjenosti. V E-načinu

je plazma šibka in razpotegnjena čez celo razelektrivno cev. V H-načinu pa je svetloba intenzivnejša in omejena le na območje vzbujevalne tuljave, čeprav se še vedno vidi, da je prisotna tudi kapacitivna sklopitev. Ko vzbujevalno moč večamo, je induktivna komponenta vedno močnejša, plazma se oži, kapacitivna komponenta pa je vedno manj vidna.

V E-načinu se tuljava obnaša kot visokonapetostna elektroda, medtem ko je ozemljena elektroda kar KF-prirobnica razelektritvene cevi. Kot je prikazano na sliki 3, je prevladujoča komponenta električnega polja v smeri vzdolž osi razelektritvene komore. Tako električno polje poveča transport elektronov vzdolž osi, zaradi česar je profil gostote elektronov bolj enakomerno porazdeljen vzdolž razelektritvene cevi. V H-načinu je prevladujoče električno polje v plazmi v azimutalni smeri (slika 3), ki pa elektrone bolj omeji na območje tuljave [59].



Slika 3: Prevladujoče električno polje v E-načinu induktivno sklopljene plazme (a) in prevladujoče električno polje v H-načinu induktivno sklopljene plazme (b)

V H-načinu, ki ga je dokaj enostavno ustvariti v manjših plazemskih reaktorjih, je torej plazma koncentrirana v majhnem volumnu znotraj vzbujevalne tuljave ali v okolici vzbujevalne spirale. Nerešen pa ostaja problem generiranja enakomerno porazdeljene induktivno sklopljene RF-plazme v H-načinu v večjih reaktorjih, ki so zanimivi tudi za industrijo.

Prehod med E- in H-načinom delovanja se zgodi pri določeni moči radiofrekvenčnega generatorja. Meja tega prehoda se spreminja s tlakom v razelektritveni cevi. Prehode med E- in H-načinom so že raziskali z optično emisijsko spektroskopijo (OES) [59–62], z Langmuirjevimi sondami so merili gostoto elektronov in njihovo temperaturo [59, 60, 62–64], s prilagajanjem uskladičvenega člana [58, 63] in merjenjem električnega toka in napetosti na vzbujevalni tuljavi [58, 60, 64, 65].

V večini omenjenih del je bilo opaženo tudi histerezno obnašanje plazme. Histerezno krivuljo v induktivno sklopljenih plazmah dobimo, ko določeno izmerjeno vrednost (gostoto elektronov, intenziteto emisijske črte, napetost na tuljavi, itd.) narišemo v odvisnosti od moči radiofrekvenčnega generatorja. Med neprekinjenim delovanjem se namreč prehod iz E- v H-način zgodi pri večji vzbujevalni moči radiofrekvenčnega generatorja kot prehod nazaj iz H- v E-način. Večina del o prehodih med E- in H-načinom delovanja, najdenih v literaturi, je bila narejenih v argonovi plazmi [58–65], medtem ko podobnih meritev v kisikovi plazmi v literaturi nismo zasledili, čeprav je kisikova plazma veliko bolj zanimiva z vidika uporabnosti.

Oblika vzbujevalne tuljave (dolžina in število ovojev) ni tako pomembna, ko želimo E-način razelektritve, takrat je namreč plazma precej enakomerna po celem reaktorju. Če pa želimo H-način razelektritve, je oblika veliko bolj pomembna, saj je večina plazme skoncentrirana le znotraj tuljave. Npr. zelo ozko območje intenzivne induktivno sklopljene

plazme lahko dobimo le z uporabo kratke vzbujevalne tuljave.

### 2.4.3 Impedančno prilagajanje

Pomemben del sklopitve radiofrekvenčnega generatorja z nizeknaplačno plazmo je impedančno prilagajanje.

Impedančno prilagajanje je tehnika, pri kateri s pasivnimi elektronskimi komponentami, vezanimi v različna električna vezja, dosežemo pogoje, kjer je impedanca bremena enaka notranji impedanci vira. Z impedančno prilagoditvijo dosežemo maksimalen prenos moči iz vira v breme.

Teorem o maksimalnem prenosu moči navaja, da se pri katerikoli frekvenci maksimalna moč prenese iz vira v breme takrat, ko je impedanca bremena enaka konjugirani impedanci vira. Ko je ta pogoj izpolnjen, se enako moči porabi v notranjosti vira, kot se jo prenese v breme. Učinkovitost je torej 50 %. Dokaz teorema o maksimalnem prenosu moči je v dodatku A.

Cilj impedančnega prilagajanja je torej izenačiti impedanci dveh naprav, ki ju imamo namen električno povezati. To najpogosteje dosežemo z uporabo tako imenovanih uskladi- tvenih členov, ki jih namestimo med napravi [66].

Za impedančno prilagajanje se največkrat uporabljajo tri metode: transformatorji, linije za prenos elektromagnetnih valov in uskladi- tveni členi. Transformatorji so najbolj prepro- sta metoda impedančnega prilagajanja, ampak se lahko uporabljajo le pri frekvencah do 1 MHz. Poleg tega pa prilagajajo le realni uporovni del bremena. Linije za prenos elek- tromagnetnih valov so medij ali strukture, ki prenašajo energijo v obliki elektromagnetnih valov iz ene točke do druge. To so npr.: žice, koaksialni kabli, optična vlakna, daljno- vodi in valovodi. Pri aplikacijah nad 1 MHz pa se najpogosteje uporabljajo tako imenovani uskladi- tveni členi. Sestavni deli uskladi- tvenih členov so tuljave in kondenzatorji.

### 2.4.4 Uskladi- tveni členi in Smithov diagram

Obstajajo tri osnovne vrste uskladi- tvenih členov: L, T in  $\Pi$  (slika 4). Iz te slike je razvidno, da se imena uskladi- tvenih členov ujemajo z njihovo obliko.

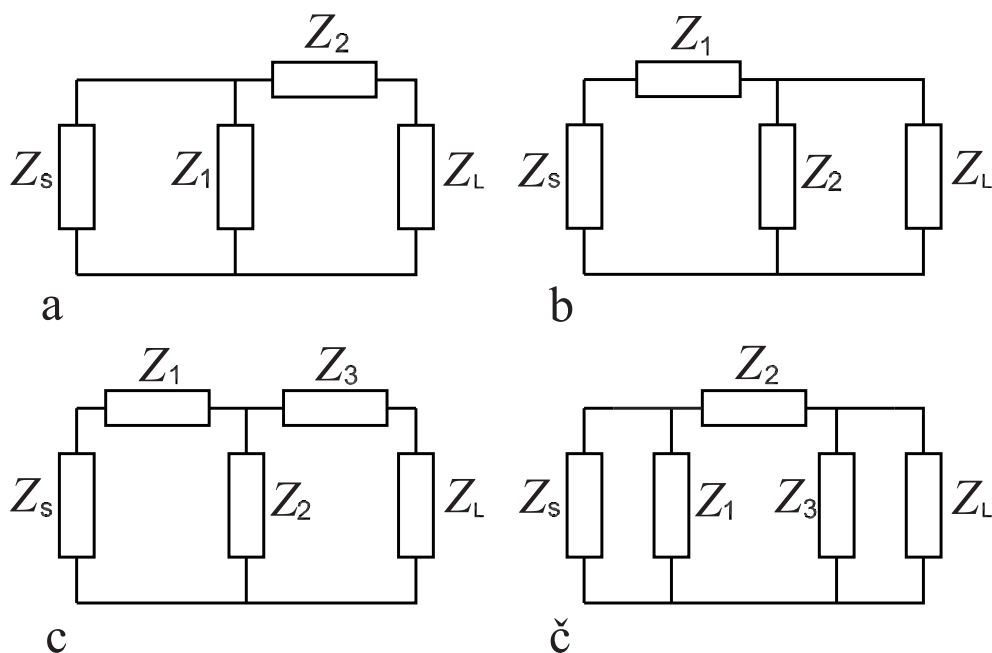
Na sliki 4 je  $Z_S$  impedanca generatorja oziroma vira,  $Z_L$  impedanca bremena,  $Z_1$ ,  $Z_2$  in  $Z_3$  pa so impedance sestavnih delov uskladi- tvenega člena (kondenzatorji in tuljave). Če je kondenzator zaporedno vezan z virom in bremenom, je uskladi- tveni člen visokoprepustni, če pa je zaporedno vezana tuljava, pa je uskladi- tveni člen nizkoprepustni [67]. Možen je tudi dvojni L (LL) uskladi- tveni člen, kar sta v bistvu le dva L člena en za drugim. LL uskla- ditveni členi so lahko nizkoprepustni, visokoprepustni ali pasovnoprepustni. Uskladi- tveni členi z več kot štirimi elementi obstajajo, ampak so, pri aplikacijah kjer so moči večje, zelo redki.

Kapacitivnosti kondenzatorjev in induktivnosti tuljav se z impedančnim prilagajanjem lahko določi na več načinov, eden izmed najbolj uporabnih je uporaba Smithovega dia- grama.

Smithov diagram je polarni graf kompleksnega koeficienta odbojnosti ( $\Gamma$ ). Koeficient odbojnosti je definiran kot razmerje med odbitim valom napetosti in vpadnim valom nape- tosti:

$$\Gamma = \frac{U_{\text{odb}}}{U_{\text{vp}}}. \quad (2.33)$$

Velikost od bremena odbitega signala je odvisna od stopnje neusklajenosti med impe-



Slika 4: Tri osnovne vrste uskladitvenih členov: L (a in b), T (c) in Π (č)

dancami vira in bremena. Koeficient odbojnosti, izražen z impedancami je:

$$\Gamma = \frac{U_{\text{odb}}}{U_{\text{vp}}} = \frac{Z_L - Z_0}{Z_L + Z_0} = \Gamma_r + i\Gamma_i. \quad (2.34)$$

Ker so impedance kompleksna števila, je tudi koeficient odbojnosti kompleksno število. Tukaj je  $Z_0$  karakteristična impedanca. V industriji uveljavljene vrednosti karakterističnih impedanc so: 50  $\Omega$ , 75  $\Omega$ , 100  $\Omega$ , itd. Zato lahko definiramo normalizirano impedanco bremena:

$$z = Z_L/Z_0 = (R + iX)/Z_0 = r + ix. \quad (2.35)$$

S to poenostavitvijo lahko predelamo formulo za koeficient odbojnosti:

$$\Gamma_L = \frac{z - 1}{z + 1} = \frac{r + ix - 1}{r + ix + 1}. \quad (2.36)$$

Smithov diagram je vrsta grafične predstavitve enačbe (2.36). Za izdelavo diagrama moramo enačbo predelati. Najprej enačbo obrnemo oziroma izrazimo normalizirano impedanco bremena s koeficientom odbojnosti:

$$z = r + ix = \frac{1 + \Gamma_L}{1 - \Gamma_L} = \frac{1 + \Gamma_r + i\Gamma_i}{1 - \Gamma_r - i\Gamma_i} \quad (2.37)$$

Z enačenjem realnih delov in imaginarnih delov dobimo dva neodvisna izraza [68]:

$$r = \frac{1 - \Gamma_r^2 - \Gamma_i^2}{1 + \Gamma_r^2 - 2\Gamma_r + \Gamma_i^2}, \quad (2.38)$$

$$x = \frac{2\Gamma_i}{1 + \Gamma_r^2 - 2\Gamma_r + \Gamma_i^2}. \quad (2.39)$$

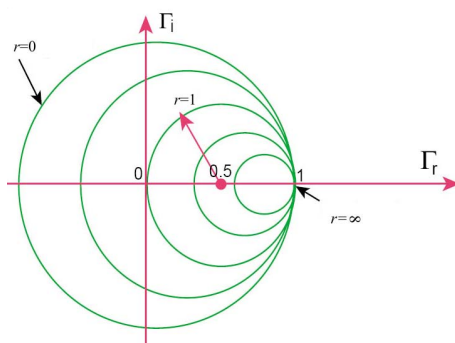
Ti dve enačbi preuredimo v končni parametrični enačbi:

$$\left(\Gamma_r - \frac{r}{r+1}\right)^2 + \Gamma_i^2 = \left(\frac{1}{1+r}\right)^2, \quad (2.40)$$

$$(\Gamma_r - 1)^2 + \left(\Gamma_i - \frac{1}{x}\right)^2 = \frac{1}{x^2}. \quad (2.41)$$

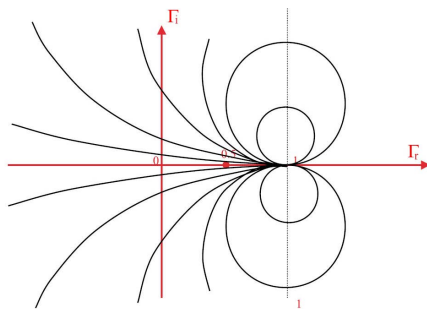
Enačba (2.40) je izraz v obliki parametrične enačbe  $(x - a)^2 + (y - b)^2 = R^2$ , v kompleksni ravnini  $(\Gamma_r, \Gamma_i)$ . Predstavlja krožnice s središčem na koordinatah  $(r/(r+1), 0)$  in radijem  $1/(1+r)$  (slika 5).

Enačba 2.41 pa je enake parametrične oblike v isti kompleksni ravnini in predstavlja krožnice z središčem na koordinatah  $(1, 1/x)$  in z radijem  $1/x$  (slika 6).



Slika 5: Realni del impedance Smithovega diagrama

Na sliki 5 so točke na isti krožnici točke z enakim realnim delom impedance  $r$ . Npr. krožnica  $r = 1$  ima središče  $(0,5, 0)$  in radij  $0,5$ . Krožnica gre skozi točko  $(0, 0)$ , ki predstavlja točko, kjer ni odbitega valovanja (impedanca bremena se ujema s karakteristično impedanco). V primeru, ko ni bremena, oziroma ima breme neskončno upornost, se krožnica skrči v točko  $(1, 0)$ . V tem primeru je koeficient odbojnosti enak 1, kar pomeni, da se celoten vpadni val odbije.



Slika 6: Imaginarni del impedance Smithovega diagrama

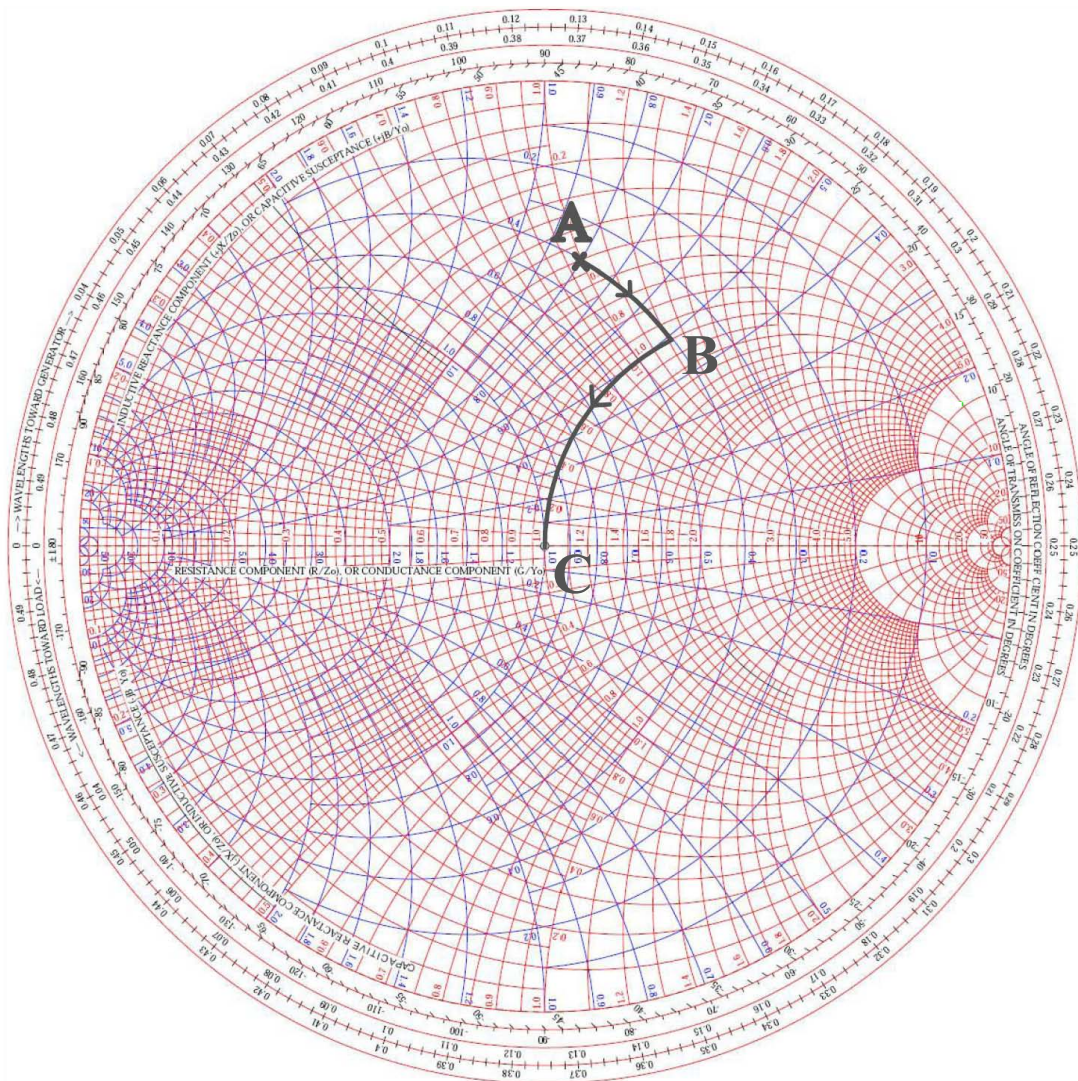
Na sliki 6 pa krožnice predstavljajo točke z enakim imaginarnim delom impedance  $x$ . Krožnica  $x = 1$  ima središče v točki  $(1, 1)$  in ima radij  $1$ .  $x$  je lahko pozitiven ali negativen, kar se izraža v dveh sklopih zrcaljenih krožnic. Ko je reaktanca bremena nič, ima krožnica neskončen radij, oziroma drugače povedano, čisto ohmska bremena so na vodoravni osi v kompleksni ravnini. Breme z neskončnim imaginarnim delom impedance je predstavljen s točko  $(1, 0)$ , ki pa je tudi stična točka vseh krožnic konstantne reaktance. Pozitivne reaktance (tuljave) ležijo na krožnicah na zgornji polovici kompleksne ravnine, negativne reaktance (kondenzatorji) pa na krožnicah na spodnji polovici kompleksne ravnine.

Zaradi lažje uporabe impedančnega prilagajanja s Smithovim diagramom lahko uporabljamo diagram, kjer je na isti ravnini poleg impedančnega Smithovega diagrama narisani tudi admitančni ( $Y = 1/Z$ ) Smithov diagram. Ta je v bistvu enak impedančnemu, le da je za  $180^\circ$  zavrten okoli središča  $(0, 0)$ .

Admitančni diagram je ravno tako sestavljen iz dveh sklopov krožnic, prve s središči  $(-g/(g+1), 0)$  in radiji  $1/(1+g)$  in druge s središči  $(-1, -1/b)$  in radiji  $1/b$ , kjer je  $g$  normalizirana konduktanca in  $b$  normalizirana susceptanca [68].

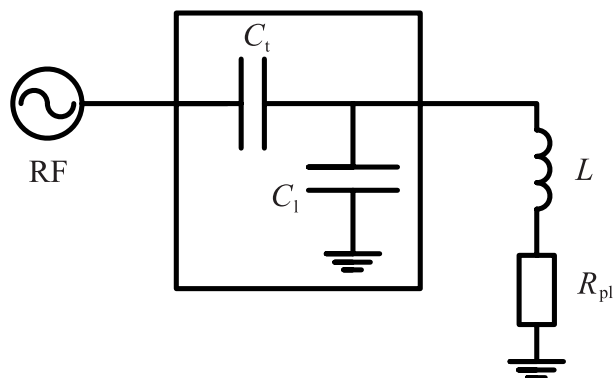
### Uporaba Smithovega diagrama

Impedančno prilagajanje je najlažje, ko uporabljamo Smithov diagram, na katerem se prekrivata impedančni in admitančni diagram (slika 7). Ko dodamo element, vezan zaporedno, se preprosto premikamo po krožnicah na impedančnem diagramu. Če dodamo tuljavo, vezano zaporedno, se gibljemo v smeri urinega kazalca, če pa dodamo zaporedno vezan kondenzator, pa se premaknemo po krožnicah konstantne upornosti v nasprotni smeri urinega kazalca. Ko pa dodamo vzporedno vezane elemente, pa se gibljemo po krožnicah na admitančnem diagramu. Če dodamo vzporedno vezano tuljavo, se premaknemo po krožnicah konstantne konduktance v nasprotni smeri urinega kazalca, ko pa dodamo vzporedno vezan kondenzator, pa se po istih krožnicah premaknemo v smeri urinega kazalca. Vidimo, da se v admitančnem diagramu gibljemo ravno v nasprotni smeri kot v impedančnem.



Slika 7: *Smithov diagram*: impedančni del (rdeč koordinatni sistem), admitančni del (moder koordinatni sistem); A, B, C so točke uporabljene pri razlagi uporabe Smithovega diagrama

Uporaba Smithovega diagrama se najbolje predstavi s preprostim primerom. Vzemimo primer induktivno sklopljene plazme (slika 8). Upor plazme naj bo  $R_{pl} = 25 \Omega$ , plazmo vzbujamo s tuljavo z induktivnostjo  $L = 0,293 \mu\text{H}$  in radiofrekvenčnim generatorjem s frekvenco 27,12 MHz. Reaktanca vzbujevalne tuljave, ki jo izračunamo z enačbo  $X = \omega L$ , je  $X = 2\pi \cdot 27,12 \text{ MHz} \cdot 0,293 \mu\text{H} = 50 \Omega$ . Dobimo impedanco bremena  $Z_L = 25 \Omega + i50 \Omega$ . Vrednosti normaliziramo s karakteristično impedanco, ki naj bo  $Z_0 = 50 \Omega$ . Normalizirana impedanca bremena je  $z = 0,5 + i \cdot 1$ , kar predstavlja točko A (0,5, 1) na Smithovem diagramu (slika 7).



Slika 8: Shema električnega vezja induktivno sklopljene plazme

Med radiofrekvenčnim generatorjem in tuljavo povežemo uskladitveni člen. Uporabimo npr., v teh primerih najpogostejši, uskladitveni člen vrste L (b na sliki 4), kjer sta oba sestavna dela uskladitvenega člena kondenzatorja. Ob bremenu je najprej vzporedno vezan kondenzator  $C_1$ , kar pomeni, da se iz točke A premikamo v smeri urinega kazalca po admittančnem diagramu. Premikamo se, dokler ne dosežemo krožnice, ki predstavlja konstantno normalizirano upornost 1. Iz točke presečišča B se naprej premikamo po impedančnem diagramu, saj je drugi kondenzator  $C_t$  vezan zaporedno. Premikamo se v nasprotni smeri urinega kazalca, dokler ne dosežemo središča diagrama C, kjer je koeficient odbojnosti enak nič. V tem primeru generator vidi le ohmsko breme s karakteristično impedanco  $Z_0$ .

Iz razdalje poti od točke A do presečišča B določimo kapacitivnost kondenzatorja  $C_1$ . Normirana razdalja med točkama A in B je 0,3, kar pomeni susceptanco  $B_1 = 0,006 \text{ S}$  oziroma reaktanco  $X_1 = -166,7 \Omega$ . Iz reaktance izračunamo kapacitivnost kondenzatorja  $C_1 = -1/(\omega X) = 35 \text{ pF}$ . Iz razdalje poti od točke presečišča B do središča C pa določimo kapacitivnost kondenzatorja  $C_t$ . Normirana razdalja med točkama B in C je 1,2, kar pomeni reaktanco  $X_t = -60 \Omega$ . Iz reaktance izračunamo kapacitivnost  $C_t = -1/(\omega X) = 98 \text{ pF}$ .

Uskladitveni člen L za induktivno sklopljeno plazmo z upornostjo  $R_{pl} = 25 \Omega$ , ki jo vzbujamo s tuljavo z induktivnostjo  $L = 0,293 \mu\text{H}$  in radiofrekvenčnim generatorjem s frekvenco 27,12 MHz, je torej sestavljen iz dveh kondenzatorjev  $C_1 = 35 \text{ pF}$  in  $C_t = 98 \text{ pF}$ .

V praksi se seveda upornost plazme spreminja, zato v uskladitvenih členih uporabljamo variabilne kondenzatorje. S kondenzatorji, ki jim lahko spreminjamo kapacitivnost, lahko uskladimo različne impedance plazme oziroma večje območje na Smithovem diagramu.

## Prenosne linije

Ker so pogosto visokofrekvenčni generatorji in vzbujevalne tuljave na razelektritveni komori med seboj oddaljene, jih povezujemo z linijami za prenos elektromagnetnih valov. To so največkrat koaksialni kabli s karakteristično impedanco  $50 \Omega$  ali  $75 \Omega$ . Karakteristična

impedanca  $Z_0$  je razmerje med kompleksno napetostjo določenega vala in kompleksnim tokom istega vala na vsaki točki linije.

Valovanje v linijah za prenos elektromagnetnih valov opisujeta dve linearni hiperbolični parcialni diferencialni enačbi, imenovani telegrafski enačbi. Za linije, kjer sta upornost in konduktanca majhni in jih zato lahko zanemarimo, se telegrafski enačbi poenostavita:

$$\frac{\partial^2 U}{\partial x^2} = LC \frac{\partial^2 U}{\partial t^2}, \quad (2.42)$$

$$\frac{\partial^2 I}{\partial x^2} = LC \frac{\partial^2 I}{\partial t^2}, \quad (2.43)$$

kjer sta  $L$  in  $C$  induktivnost in kapacitivnost linije na enoto dolžine. Njun zmnožek je enak  $LC = 1/c^2$ , kjer je  $c$  hitrost širjenja valovanja. Karakteristična impedanca je v tem primeru enaka:

$$Z_0 = \sqrt{\frac{L}{C}}. \quad (2.44)$$

Za linije brez izgub impedanco na določeni točki, za  $l$  oddaljeni od impedance bremena  $Z_L$ , zapišemo kot [69]:

$$Z_{vh}(l) = Z_0 \frac{Z_L + iZ_0 \tan(\beta l)}{Z_0 + iZ_L \tan(\beta l)}, \quad (2.45)$$

kjer je  $\beta = 2\pi/\lambda$  valovno število. Pri računanju  $\beta$  je potrebno upoštevati, da je valovna dolžina znotraj prenosnih linij drugačna, kot bi bila v vakuumu. Uporabiti moramo koeficient hitrosti za material, iz katerega je narejena prenosna linija, saj je hitrost širjenja valovanja v liniji manjša od svetlobne hitrosti.

Iz enačbe (2.45) lahko izpeljemo nekaj posebnih primerov:

- dolžina prenosne linije je enaka večkratniku  $\lambda/2$   
V primeru kjer je  $\beta l = n\pi$  in je  $n$  celo število (kar pomeni, da je dolžina linije večkratnik polovične valovne dolžine), se izraz (2.45) poenostavi v:

$$Z_{vh} = Z_L, \quad (2.46)$$

za vse dolžine linije  $l$ . To velja tudi za primer ko je  $n = 0$ , kar pomeni, da je dolžina prenosne linije zanemarljivo majhna v primerjavi z valovno dolžino. V tem primeru se prenosna linija lahko zanemari, oziroma generator na drugi strani linije vidi le impedanco bremena, kot da prenosne linije ni.

- dolžina prenosne linije je enaka lihemu večkratniku  $\lambda/4$   
V primeru, kjer je dolžina prenosne linije enaka četrtini valovne dolžine ( $l = \lambda/4$ ), ali lihemu večkratniku  $\lambda/4$ , je vhodna impedanca:

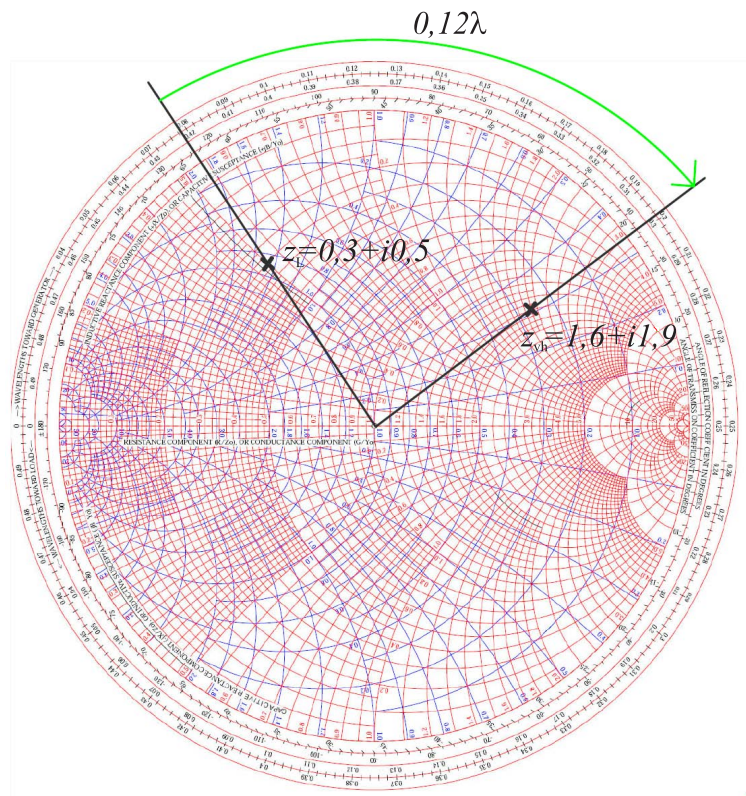
$$Z_{vh} = \frac{Z_0^2}{Z_L}. \quad (2.47)$$

- usklajeno breme  
Če je impedanca bremena enaka karakteristični impedanci prenosne linije (breme je usklajeno z linijo)  $Z_L = Z_0$ , je vhodna impedanca kar enaka karakteristični impedanci:

$$Z_{vh} = Z_L = Z_0, \quad (2.48)$$

za vse dolžine prenosne linije  $l$  in za vse valovne dolžine  $\lambda$ . V tem primeru je koeficient odbojnosti enak nič ( $\Gamma = 0$ ), oziroma od bremena se ne odbije nič valovanja.

Primer, kako uporabiti Smithov diagram za prenosne linije, je prikazan na sliki 9. Če normalizirano impedanco bremena  $z_L = 0,3 + 0,5i$  z  $0,12\lambda$  dolgo linijo povežemo z generatorjem, potem generator vidi vhodno impedanco  $z_{vh} = 1,6 + 1,9i$ . To vrednost lahko izračunamo z enačbo (2.45) oziroma jo lahko razberemo iz Smithovega diagrama. Kot vidimo na sliki 9, preprosto zavrtimo impedanco bremena okoli središča diagrama v smeri urinega kazalca za  $0,12\lambda$ .



Slika 9: Uporaba Smithovega diagrama za prenosno linijo

Oglejmo si še, kako na Smithovem diagramu izgledajo prej opisani posebni primeri. Če zavrtimo  $z_L$  za  $360^\circ$ , kar pomeni  $\lambda/2$ , pridemo na isto točko. Kadar torej uporabimo prenosno linijo, ki je dolga  $\lambda/2$  ali večkratnik polovične valovne dolžine, je  $Z_{vh} = Z_L$ .

Če zavrtimo  $z_L$  za  $180^\circ$  ( $\lambda/4$ ), potem dobimo  $z_{vh} = 1/z_L = Z_0/Z_L \Rightarrow Z_{vh} = Z_0^2/Z_L$ .

Ko je breme usklajeno  $Z_L = Z_0$ , je impedanca bremena v središču Smithovega diagrama. Vrtimo jo torej lahko za katerikoli kot in bo še vedno v središču, kar pomeni, da je za vse dolžine prenosne linije vhodna impedanca vedno enaka (usklajena).

## 2.5 Pretakanje plina skozi vakuumski sistem

Gostota nevtralnih kisikovih atomov v komori, ki je z razelektritveno komoro povezana s steklenimi cevmi in je od plazme precej oddaljena, je dosti odvisna od črpalne hitrosti [70] in od oblike in dimenzij povezovalnih cevi. Zelo uporabno je torej vedeti nekaj glavnih lastnosti vakuumskega sistema.

Oglejmo si nekaj osnovnih izračunov za vakuumski sistem. Vzemimo idealen vakuumski sistem brez puščanja, permeacije, desorpcije in razplinjevanja. Za tak sistem, ki nima dodatnih ponorov in izvorov delcev, velja kontinuitetna enačba:

$$Q = S \cdot p = \text{konst}, \quad (2.49)$$

kjer je  $Q$  pretok, ki je konstanten po celotnem sistemu,  $S$  črpalna hitrost na določenem preseku in  $p$  tlak na isti točki.

Črpanje idealnega vakuumskega sistema opišemo z diferencialno enačbo prvega reda:

$$-\frac{dp}{dt}V = S_p(p - p_k), \quad (2.50)$$

kjer je  $V$  volumen vakuumskega sistema,  $S_p$  je črpalna hitrost črpalke in  $p_k$  končni tlak vakuumskega sistema. Z rešitvijo te enačbe dobimo časovni potek tlaka pri črpanju. Za konstantno črpalno hitrost  $S_p$  je rešitev eksponentno padanje tlaka. Dejansko pa se črpalna hitrost vseh črpalk spreminja s tlakom in doseže v limiti hitrost 0, oziroma doseže končni tlak črpalke, ki je hkrati tudi teoretična meja za končni tlak sistema  $p_k$ .

Če izmerimo časovni potek padanja tlaka pri črpanju, diferencialno enačbo za črpanje lahko obrnemo in jo uporabimo za izračun učinkovite črpalne hitrosti v odvisnosti od tlaka:

$$S_{\text{ef}} = \frac{-\frac{dp}{dt}V}{p - p_k}. \quad (2.51)$$

Efektivno črpalno hitrost lahko izračunamo tudi iz stacionarnega stanja s kontinuitetno enačbo (2.49). Če pline v vakuumski sistem dovajamo s pomočjo krmilnikov masnega pretoka (MFC – Mass Flow Controller), potem poznamo pretok na začetku vakuumskega sistema  $Q_{\text{MFC}}$ . Krmilniki običajno uporabljajo enote sccm, kar pomeni standardni kubični centimeter na minuto oziroma kubični centimeter pri standardnem tlaku  $p_S = 101300$  Pa. Pretvorba iz sccm v  $\text{Pa m}^3 \text{ h}^{-1}$  je sledeča:

$$Q_{\text{MFC}}[\text{Pa m}^3/\text{h}] = 6,078 \cdot Q_{\text{MFC}}[\text{sccm}]. \quad (2.52)$$

Ko je dotok konstanten in merimo tlak  $p_1$  v vakuumskem sistemu, lahko izračunamo učinkovito črpalno hitrost:

$$S_{\text{ef}} = \frac{Q_{\text{MFC}}}{p_1}. \quad (2.53)$$

Pri vakuumskih sistemih je zelo pomemben tudi vpliv prevodnosti povezovalnih cevi. Če je črpalna komora povezana s cevjo s prevodnostjo  $C$ , se vakuumski sistem črpa z učinkovito črpalno hitrostjo:

$$\frac{1}{S_{\text{ef}}} = \frac{1}{S_p} + \frac{1}{C}. \quad (2.54)$$

Prevodnost dolge ravne cevi z okroglim presekom za zrak pri  $20^\circ\text{C}$  lahko izračunamo s Knudsenovo enačbo [71]:

$$C(\bar{p}) = 4,86 \cdot \frac{d^4}{l} \bar{p} \cdot \frac{\text{m}^3}{\text{cm}^3 \text{ Pa h}} + 43,56 \frac{d^3}{l} \cdot \frac{1 \text{ cm Pa} + 1,92 \cdot d \cdot \bar{p}}{1 \text{ cm Pa} + 2,37 \cdot d \cdot \bar{p}} \cdot \frac{\text{m}^3}{\text{cm}^2 \text{ h}}, \quad (2.55)$$

kjer je  $\bar{p}$  povprečne tlakov med koncema cevi v Pa,  $d$  notranji premer cevi v cm in  $l$  dolžina cevi v cm. Izračunana prevodnost  $C$  je v  $\text{m}^3 \text{ h}^{-1}$ . Ko računamo prevodnost cevi za druge pline, moramo izračunano prevodnost (2.55) pomnožiti še s faktorjem pretvorbe. Ta faktor za laminarni tok kisika znaša 0,91 [71].

Prevodnost cevi je odvisna od tlaka le pri višjih tlakih. Pri nižjih tlakih in tankih ceveh, oziroma ko je tok molekularen, je prevodnost cevi odvisna le od njenih dimenzij.

Če cev ni ravna, lahko pri izračunu prevodnosti vse krivine cevi upoštevamo tako, da pri enačbi za prevodnost (2.55) namesto dolžine  $l$  uporabimo efektivno dolžino cevi. Efektivna dolžina cevi z eno krivino je [71]:

$$l_{\text{ef}} = l + 1,33 \cdot \frac{\phi}{180^\circ} \cdot d, \quad (2.56)$$

kjer je  $\phi$  kot krivine ( $0^\circ$  za ravno cev).

Če je med seboj zaporedno povezanih več različnih cevi in drugih delov (ventili, itd.), lahko seštejemo obratne vrednosti njihovih prevodnosti v celotno prevodnost  $C$ :

$$\frac{1}{C} = \frac{1}{C_1} + \frac{1}{C_2} + \dots + \frac{1}{C_n}. \quad (2.57)$$

## 3 Eksperiment

Vse meritve predstavljene v tem delu smo opravili v laboratoriju za plazmo na Odseku za tehnologijo površin in optoelektroniko (F4) Instituta "Jožef Stefan". Merili smo na dveh plazemskih sistemih.

Prvi sklop meritev smo izvedli na manjšem sistemu. Merili smo električne parametre (napetost, tok) in plazemske parametre (gostoto nevtralnih kisikovih atomov) v odvisnosti od moči radiofrekvenčnega generatorja in tlaka v razelektritveni komori. Raziskali smo tudi prehode med E- in H-načinom.

Znanje, pridobljeno na malem sistemu, smo uporabili pri konstrukciji večjega plazemskega sistema. Z uskladitvenim členom in dvojno vzbujevalno tuljavo smo naredili optimizacijo sklopa med visokofrekvenčnim generatorjem in nizekotlačno plazmo. Pomerili smo, kolikšen del nevtralnih kisikovih atomov se prečrpa iz razelektritvene cevi v porazelektritveno komoro, ki je povezana s približno 2 m dolgo stekleno povezovalno cevjo. Uporabili smo dokaj ozko povezovalno cev z več ostrimi zavoji, saj smo hoteli pokazati, kakšen je prenos atomov v najslabšem primeru.

Med merjenji smo tudi izpopolnili obdelavo signala katalitičnih sond in optimizirali postopek merjenja karakteristike plazme.

V zadnjem sklopu meritev pa smo raziskali jedkanje amorfnih hidrogeniziranih ogljikovih depozitov z nevtralnimi kisikovimi atomi. Izmerili smo, kako se hitrost jedkanja spreminja v odvisnosti od temperature vzorca in od gostote nevtralnih kisikovih atomov.

### 3.1 Merilni instrumenti – razelektritveni parametri

Razelektritveni parametri so: uporabljena mešanica plinov, tlak, masni pretok, tip razelektritve, električna napetost, električni tok, moč generatorja, magnetno polje, oblika in material reaktorja, itd. Pri generiranju plazme so zelo pomembni, saj je predvsem od njih odvisno, kakšna plazma bo nastala v reaktorju in zato je zelo dobro, če poznamo čim več teh parametrov.

#### 3.1.1 Električni parametri

Glavni električni parameter, ki smo ga pri poskusih spreminjali, je bila moč radiofrekvenčnega generatorja  $P_{\text{gen}}$ . Spremljali smo tudi reflektirano moč  $P_{\text{ref}}$ , ki smo jo odčitavali iz generatorskega zaslona.

Poleg teh dveh moči smo pri poskusih merili tudi električno napetost na vzbujevalni tuljavi in električni tok, ki teče skozi vzbujevalno tuljavo. Uporabljali smo visoko napetostno sondo Tektronix P6015A, tokovno sondo Tektronix A6302 in Pearsonova tokovna monitorja 6595 in 8590C.

Signale iz električnih sond smo zajemali z osciloskopom Tektronix TDS 3024B.

### 3.1.2 Vakuumski parametri

Poleg električnih parametrov smo spreminjali tudi vakuumske parametre. Na malem plazemskem sistemu smo nastavljali tlak v razelektritveni komori, na velikem plazemskem sistemu pa smo nastavljali masni pretok s krmilniki masnega pretoka.

Tlake smo merili z absolutnim kapacitivnim merilnikom tlaka MKS Baratron 722A, ki z občutljivostjo 0,1 Pa deluje v območju od 0,1 Pa do 1000 Pa. Signale, dobljene iz merilnika tlaka, smo zajemali z voltmetrom. Signal je enosmerna napetost od 0 V do 10 V, ki je linearno sorazmerna s tlakom.

Masne pretoke smo nadzirali s krmilniki masnih pretokov Aera FC-770CD. Uporabljali smo dve vrsti krmilnikov masnih pretokov, prvi lahko krmilijo pretok do 300 sccm, drugi pa do 3000 sccm. Krmilniki so bili povezani s kontrolno enoto za krmilnike masnega pretoka FCU-4, kjer smo nastavljali zelene pretoke. Plin, na katerega so umerjeni uporabljeni krmilniki, je argon. V primeru uporabe drugega plina, je za prave pretoke potrebno prikazane pretoke deliti z ustreznim korelacijskim faktorjem. Korelacijska faktorja, podana v Navodilih za uporabo krmilnikov masnih pretokov, sta za dušik 1,41, za kisik pa 1,425.

## 3.2 Merilni instrumenti – plazemski parametri

Poznavanje razelektritvenih parametrov nam ne pove vsega o sami plazmi, saj so lahko pri enakih razelektritvenih pogojih plazemski parametri drugačni [72]. Točno lahko torej plazmo opišemo le s plazemskimi parametri. To so: temperatura elektronov, gostota elektronov, porazdelitev energije elektronov (EEDF – Electron Energy Distribution Function), gostota ionov, gostota nevtralnih atomov, potencial plazme, itd.

V tem delu smo se posvetili predvsem gostoti nevtralnih kisikovih atomov. V ta namen smo uporabljali predvsem standardno katalitično sondo, v primerih, ko so bile radiofrekvenčne motnje prevelike in je bil signal iz standardne katalitične sonde neuporaben, pa smo uporabili optično katalitično sondo.

Za merjenje sprememb gostote nevtralnih kisikovih atomov, bodisi v odvisnosti od časa ali lokacije, smo uporabljali tudi optično emisijsko spektroskopijo.

### 3.2.1 Katalitična sonda

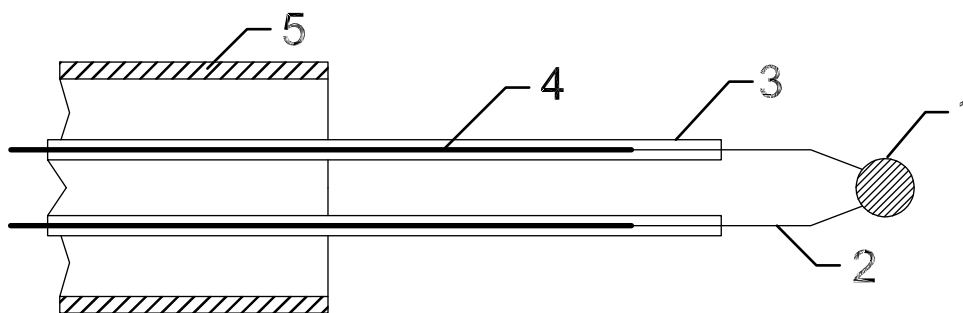
Zgradba standardne katalitične sonde je prikazana na sliki 10. Glavni del katalitične sonde je katalitična snov oziroma katalitična konica, v našem primeru okrogla ploščica s premerom  $D = 3$  mm in debelino  $d = 0,04$  mm, ki deluje kot katalizator za rekombinacije (2.25). Zaradi rekombinacij na njeni površini se katalitična konica greje. Na konici sta pritrjeni dve žički termočlena, med katerima se zaradi gretja konice pojavi napetostna razlika, ki jo izmerimo z voltmetrom.

Sonda mora biti vakuumsko tesna, zato je steklena cevka (št. 5 na sliki 10) na enem koncu staljena skupaj s kovarskimi žicami. Žici termočlena sta spojeni s kovar žicami, saj je kovar edina kovina, ki ima enak temperaturni raztezek kot borosilikatno steklo. Namen tankih steklenih cevk okoli žic termočlena in kovar žic pa je le preprečevanje rekombinacij na njihovih površinah in posledično njihovega segrevanja.

Temperaturo katalitične ploščice merimo s termočlenom tipa K (chromel-alumel). Termočlen tipa K, ki je najbolj pogost termočlen, ima občutljivost približno  $42 \mu\text{V/K}$ . Povezava med napetostjo termočlena in temperaturo katalitične sonde je torej linearna funkcija:

$$T_s = T_0 + 24,4 \frac{\text{K}}{\text{mV}} \cdot U_s, \quad (3.1)$$

kjer je  $T_s$  temperatura sonde v K,  $T_0$  sobna temperatura in  $U_s$  napetost termočlena v mV.



Slika 10: Skica katalitične sonde: 1 – okrogla ploščica iz katalitične folije, 2 – žici termočlena, 3 – tanka steklena cevka, 4 – kovar žici, 5 – steklena cevka

Odvisno od uporabljenega katalitičnega materiala, katalitično sondo lahko uporabljamo za določanje gostote različnih atomov, npr. dušikove atome v dušikovi plazmi lahko merimo s sondo iz nitriranega železa, vodikove atome v vodikovi plazmi pa z zlato katalitično sondo. Za kisikove atome v kisikovi plazmi lahko uporabimo katalitične sonde iz različnih materialov, kot so baker, niobij, kobalt, nikelj in železo [38, 73].

V našem primeru smo za izdelavo katalitične sonde uporabili nikeljevo folijo, ker je rekombinacijski koeficient za kisikove atome visok in je bil določen dokaj natančno. Ugotovljeno je bilo, da je vrednost rekombinacijskega koeficienta nikelja za kisikove atome  $0,27 \pm 0,04$  in da je ta vrednost neodvisna od temperature v območju med 400 K in 900 K [74].

Podatki o uporabljeni katalitični sondi so zbrani v tabeli 2.

Tabela 2: Podatki o uporabljeni katalitični sondi. V tabeli so prikazani podatki o uporabljeni nikeljevi katalitični sondi. Uporabljali smo sondo z nikeljevo okroglo ploščico debeline  $d$  in z radijem  $R$ . Ploščica ima površino  $S$  in maso  $m$ .  $\gamma$  je rekombinacijski koeficient za kisikove atome na nikeljevi foliji,  $c_p$  pa je specifična toplotna kapaciteta nikelja.

$R$ /mm	$d$ / $\mu\text{m}$	$S$ / $\text{m}^2$	$m$ /kg	$\gamma$	$c_p$ / $\text{J kg}^{-1} \text{K}^{-1}$
1,5	40	$1,41 \times 10^{-5}$	$2,52 \times 10^{-6}$	0,27	444

Napetost na katalitični sondi smo merili z voltmetrom, ki smo ga z optičnim kablom povezali s prenosnikom. Ker smo zajemali podatke z računalnikom, smo lahko sočasno z meritvami spremljali, kako se napetost na sondi spreminja s časom. Pri nekaterih meritvah smo imeli žal na voljo le voltmeter, katerega programska oprema je bila premalo odzivna, tako da smo podatke lahko zajemali le na vsake 0,5 s.

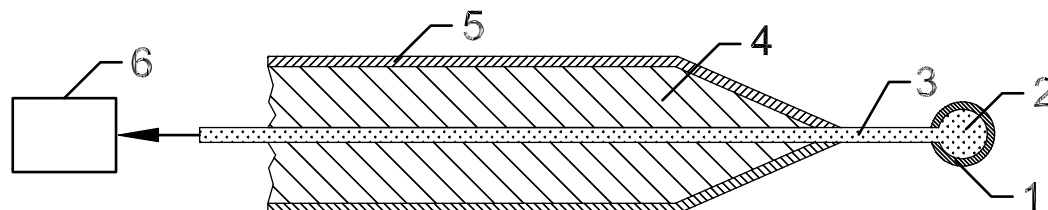
Ker so vrednosti merjene na termočlenu reda velikosti nekaj mV, so bili v primeru, ko smo gostoto nevtralnih kisikovih atomov merili blizu razelektritve, signali neuporabni. Zaradi velikega elektromagnetnega polja so namreč RF-motnje signal preveč popačile. V teh primerih smo uporabljali optično katalitično sondo, saj je ta neobčutljiva na take motnje.

### 3.2.2 Optična katalitična sonda

Optična katalitična sonda je vrsta katalitične sonde, ki namesto električnega signala iz termočlena za prenos podatkov o temperaturi katalizatorja uporablja optični signal, ki se preko optičnega vlakna prenaša do optoelektronskega detektorja.

Zgradba optične katalitične sonde (FOCP) je prikazana na sliki 11. Optična katalitična sonda je narejena iz katalitične folije, ovite okrog konice optičnega vlakna, kvarčnega optičnega vlakna s premerom 0,2 mm, aluminijastega ohišja, zapolnjenega z dvokomponentnim silikonom (Elastosil M 4370 A/B), in iz optoelektronskega detektorja, ki je optično povezan z osebnim računalnikom, kjer teče program za zajem in obdelavo signala.

Ohišje je narejeno iz 9 mm debele, površinsko oksidirane aluminijaste cevke. Oksidacija aluminijevega ohišja je pomembna, ker je  $\text{Al}_2\text{O}_3$  precej inerten na atome kisika, dušika in vodika. Zaradi tega na površini ohišja skoraj ni rekombinacij in prvotna gostota atomov v komori, kamor damo sondo, ostane skoraj nespremenjena.



Slika 11: Skica optične katalitične sonde (FOCP): 1 – katalitična folija, 2 – okrogla konica vlakna, 3 – optično vlakno, 4 – dvokomponentni silikon, 5 – aluminijevo ohišje sonde, 6 – optoelektronski detekcijski sistem

Konico optičnega vlakna s kratko izpostavljenostjo argonovem obloku stalimo. Zaradi velike površinske napetosti kvarca se na konici optičnega vlakna naredi popolna kroglica. V našem primeru je premer te kroglice 0,45 mm. Konico nato prekrijemo s katalitično folijo.

Kot je bilo že omenjeno pri navadni katalitični sondi, je od namena uporabe sonde odvisno, kakšen material moramo uporabiti kot katalizator. Ker smo merili kisikove atome, smo uporabljali nikljevo folijo, saj ima visok rekombinacijski koeficient za kisikove atome ( $\gamma = 0,27$ ). Okoli staljene konice optičnega vlakna smo ovili 40  $\mu\text{m}$  debelo nikljevo ploščico s premerom  $R = 0,825$  mm. Natančni podatki o optični katalitični sondi so predstavljeni v tabeli 3.

Tabela 3: Podatki o uporabljeni optični katalitični sondi. V tabeli so prikazani podatki o uporabljeni nikljevi optični katalitični sondi. Uporabili smo nikljevo okroglo ploščico debeline  $d$  in z radijem  $R$ . Ploščico z maso  $m$  smo ovili okoli staljene steklene kroglice z radijem  $r$ , tako da je uporabna površina katalizatorja  $S$ , površina kroglice z radijem  $r + d$ .  $\gamma$  je rekombinacijski koeficient za kisikove atome na nikljevi foliji,  $c_p$  pa je specifična toplotna kapaciteta niklja.

$R$ /mm	$d$ / $\mu\text{m}$	$m$ /kg	$r$ /mm	$S$ / $\text{m}^2$	$\gamma$	$c_p$ / $\text{J kg}^{-1} \text{K}^{-1}$
0,825	40	$7,6 \times 10^{-7}$	0,225	$8,8 \times 10^{-7}$	0,27	444

Ko sondo postavimo v območje z veliko gostoto kisikovih atomov, se na površini katalitične folije pričnejo rekombinacije atomov. Zaradi disipacije energije na površini se katalitična folija segreje nad temperaturo okolice. Za razliko od navadne katalitične sonde, kjer za merjenje temperature katalizatorja uporabljamo termičen, pri optični katalitični sondi uporabljamo infrardeči detekcijski sistem. Zaradi povišane temperature (med 400 K in 1000 K), katalizator seva v bližnjem IR-spektru. Steklena kroglica na koncu vlakna deluje kot leča za IR-sevanje. Infrardeča svetloba potuje po optičnem vlaknu do optoelektronskega detektorja. Uporabljali smo optična vlakna s premerom jedra 250  $\mu\text{m}$  in z nizko koncentracijo  $\text{OH}^-$  ionov, ki povečujejo absorpcijo pri valovni dolžini 1,6  $\mu\text{m}$ . Za

detektor smo uporabili InGaAs fotodiodo, z delovnim območjem od  $\lambda_{\min} \sim 0,8 \mu\text{m}$  do  $\lambda_{\max} \sim 2,6 \mu\text{m}$ . Signal iz fotodiode se naprej pretvori v digitalni optični signal, ki ga zajema programska oprema na osebem računalniku. Programska oprema pretvori digitalni signal v temperaturne vrednosti.

Kot je razvidno iz tipične meritve optične katalitične sonde (slika 12, je optoelektronski detektor zmožen meriti temperaturo katalitične folije nad približno 400 K. Ta detekcijska limita je posledica manjše prepustnosti optičnega vlakna in manjše občutljivosti fotodiode pri večjih valovnih dolžinah.

Vsako na novo izdelano optično katalitično sondo je potrebno aktivirati v plazmi. Aktivacija pomeni odstranjevanje nečistoč s površine in formiranje tanke plasti oksida na površini katalitične folije. Brez aktivacije delovanje sonde v nadaljnjih merjenjih ni zanesljivo in ni ponovljivo.

Po aktivaciji je sondo potrebno tudi umeriti. V temperaturno stabilizirani pečici pome-rimo signal sonde v odvisnosti od temperature. Na izmerjen signal prilagodimo funkcijo (3.2), ki je približek Planckovega zakona:

$$I = A(6T^4 + 6\tilde{T}T^3 + 3\tilde{T}^2T^2 + \tilde{T}^3T)e^{-(b/T)}, \quad (3.2)$$

kjer je  $T$  temperatura sonde,  $I$  intenziteta izmerjenega signala,  $\tilde{T} = hc/k\lambda_{\max}$ , kjer je  $h$  Planckova konstanta,  $c$  hitrost svetlobe,  $k$  Boltzmannova konstanta in  $\lambda_{\max}$  mejna valovna dolžina. Funkcijo izmerjenim podatkom prilagodimo s parametroma  $A$  in  $b$ .

Optično katalitično sondo so razvili leta 1996 na Inštitutu za tehnologijo površin in optoelektroniko v sodelovanju s Fakulteto za matematiko in fiziko Univerze v Ljubljani [57]. S primerjavo z navadno katalitično sondo [75] in z NO-titracijo [76] so avtorji pokazali, da je optična katalitična sonda zanesljiva in dokaj natančna metoda za določanje gostote nevtralnih atomov.

Ker se informacija o temperaturi od konice sonde do detektorja prenaša z optičnim signalom in je celoten detekcijski sistem zaprt v elektromagnetno zaščiteno ohišje, je optična katalitična sonda neobčutljiva na elektromagnetne interference. Optično katalitično sondo torej uporabljamo predvsem takrat, ko zaradi RF-motenj merjenje z navadno katalitično sondo ni mogoče.

### 3.2.3 Optična emisijska spektroskopija - OES

Za karakterizacijo plazme se pogosto uporablja tudi optična emisijska spektroskopija. V plazmi se zaradi trkov z elektroni, ki so pospešeni v električnem ali magnetnem polju, delci pogosto vzbudijo iz osnovnega stanja v vzbujena stanja. Elektroni v atomih se potem iz višjega energijskega nivoja  $E_v$  sami vrnejo v nižje nivoje  $E_n$  oziroma nazaj v osnovno stanje, seveda če to dovoljujejo izbirna pravila. Pri tem izsevajo foton z energijo enako razliki energetskega nivojev  $E = E_v - E_n$ .

Podobno se zgodi tudi pri molekulah. Ko se molekula vrne iz višjega elektronskega, vibracijskega ali rotacijskega stanja v nižje, izseva foton z energijo  $E$ . Razlike energij med temi prehodi, ki jih je lahko veliko, so pogosto majhne. To pa privede do skupine spektralnih črti, ki so blizu skupaj. Te skupine emisijskih črt imenujemo spektralni pasovi. Če je ločljivost uporabljenega spektrometra manjša od razdalje med spektralnimi črtami v nekem pasu se ta spektralni pas pojavlja kot kontinuum.

Izsevan foton z energijo  $E$  ima tudi točno določeno frekvenco  $\nu$ :

$$E = h\nu, \quad (3.3)$$

kjer je  $h$  Planckova konstanta. Te fotone s spektrometrom zaznamo kot emisijsko črto pri točno določeni valovni dolžini  $\lambda = c/\nu$ .

Svetloba, ki jo izseva plazma, potuje po optičnem vlaknu iz bližine steklenega plazemskega reaktorja do spektrometra. Pri merjenjih optičnih emisijskih spektrov smo uporabljali Avantesov spektrometer AvaSpec-3648, ki temelji na AvaBench-75 simetričnem Czerny-Turnerjevem dizajnu s 3648 pikselnim CCD-detektorjem in 75 mm goriščno razdaljo. Spektrometer meri v območju od 200 nm do 1100 nm z ločljivostjo 0,5 nm. AvaSpec-3648 ima USB 2 vmesnik, ki omogoča hitro vzorčenje podatkov, do 270 spektrov na sekundo. Razmerje signal/šum za omenjen spektrometer je 350:1. Integracijski čas lahko spreminjamo od 10  $\mu$ s do 10 min. Pri integracijskih časih, manjših od 3,7 ms, se spektri povprečijo že v spektrometru še pred USB-prenosom.

Optična emisijska spektroskopija je zelo uporabna pri določanju vrste vzbujenih delcev v plinski mešanici in pri spremljanju relativne spremembe gostote teh delcev oziroma pri spremljanju raznih kemičnih procesov, kot je npr. spremljanje porasta intenzitete CO kontinuuma pri obdelavi ogljikovodikov s kisikovo plazmo.

Pomanjkljivost metode pa je določanje absolutne gostote delcev, saj intenziteta emisijskih črt ni odvisna le od gostote delcev, ampak tudi od preseka za reakcijo (vzbujanje), gostote elektronov in od porazdelitve energije elektronov (EEDF). Z ločenim eksperimentom se sicer da izmeriti presek za reakcijo in s pomočjo drugih metod (npr. NO titracija) se lahko umeri absolutno gostoto z intenziteto emisijske črte. Ampak ta povezava med intenziteto črte in absolutno gostoto je dobra le, dokler imamo popolnoma enake pogoje vzbujanja (gostota elektronov in EEDF) kot so bili, ko je bila umeritev narejena.

Kljub tej pomanjkljivosti je optična emisijska spektroskopija močno in razširjeno orodje za karakterizacijo plazme.

### 3.3 Izračun gostote atomov

Ko pomerimo temperaturo katalitične sonde v plazmi, lahko izračunamo gostoto nevtralnih kisikovih atomov. Tipična meritev temperature katalitične sonde je prikazana na sliki 12. Po vklopu razelektritve se temperatura katalitične sonde začne dvigati, ker se sonda segreva z močjo:

$$P_S = J \cdot S, \quad (3.4)$$

kjer je  $S$  površina katalizatorja in  $J$  gostota toplotnega toka sproščenega na sondi. Če v enačbo (3.4) namesto gostote toplotnega toka vstavimo enačbo (2.27), dobimo:

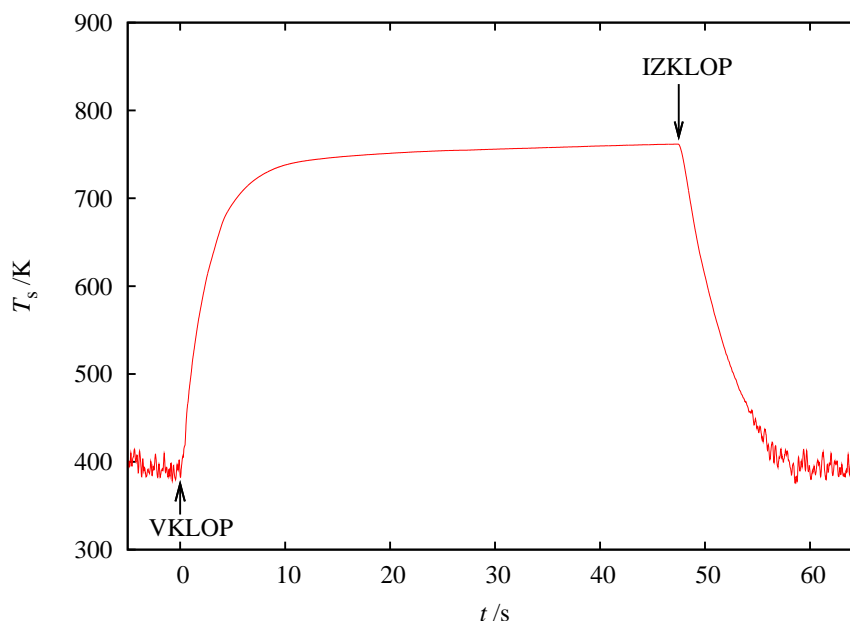
$$P_S = \frac{1}{4} \cdot n \cdot \nu \cdot \gamma \cdot \left( \frac{W_D}{2} \right) \cdot S, \quad (3.5)$$

kjer je  $n$  gostota nevtralnih kisikovih atomov v okolici sonde,  $\nu$  termična hitrost teh atomov, ki se izračuna z enačbo (2.26),  $\gamma$  rekombinacijski koeficient in  $W_D$  disociacijska energija.

Temperatura sonde se dviga, dokler ne doseže neke ravnovesne vrednosti, kar se običajno zgodi po približno desetih sekundah. Pri ravnovesni temperaturi je moč segrevanja enaka moči ohlajanja.

Ko dosežemo ravnovesno temperaturo, izklopimo razelektritev in temperatura sonde začne padati. Takrat je moč ohlajanja:

$$P_O = m \cdot c_p \cdot \left| \frac{dT}{dt} \right|, \quad (3.6)$$



Slika 12: Tipična meritev temperature katalitične sonde v odvisnosti od časa ( $p = 55$  Pa,  $P_{\text{gen}}=1,2$  kW)

kjer je  $m$  masa katalizatorja,  $c_p$  specifična toplotna kapaciteta katalizatorja in  $|dT/dt|$  absolutna vrednost časovnega odvoda temperature sonde takoj po izklopu razelektritve. Absolutno vrednost uporabimo zato, ker je časovni odvod po izklopu razelektritve negativen. Moč segrevanja in moč ohlajanja sta enaki pri konstantni temperaturi ( $P_S = P_O$ ), zato lahko enačimo enačbi (3.5) in (3.6), in dobimo izraz za izračun gostote nevtralnih atomov ( $n$ ):

$$n = \frac{8m \cdot c_p}{v \cdot W_D \cdot \gamma \cdot S} \cdot \left| \frac{dT}{dt} \right|. \quad (3.7)$$

Tukaj je vredno omeniti, da smo pri izračunu (3.7) uporabili predpostavko, da k segrevanju sonde prispevajo skoraj izključno le rekombinacije atomov, medtem ko so prispevki k segrevanju zaradi drugih delcev zanemarljivi.

To dejstvo je skoraj trivialno, ko se s katalitično sondo meri v porazelektritvenem območju, saj le nevtralni atomi preživijo več trkov s površino na poti od razelektritve do porazelektritve. Verjetnost za heterogeno rekombinacijo za nevtralne atome na steklenih površinah je pogosto pod  $10^{-3}$ . Poleg tega so nevtralni atomi zelo stabilni v vakuumu, saj rekombinacijo (v našem primeru (2.25)) preprečujejo osnovni zakoni fizike: ohranitev gibalne količine in ohranitev energije. Zaradi zahteve po ohranitvi energije in gibalne količine so za rekombinacijo potrebni trki tretjega reda (poglavje 2.1.1). Trki treh delcev pa so pri tlakih pod nekaj 100 Pa zelo malo verjetni.

V plazmi oziroma v razelektritvenem območju pa so razmere drugačne, saj so tu prisotni tudi ioni in vzbujeni atomi, ki bi lahko prispevali k segrevanju sonde. V razelektritvenem območju disipacijo energije na površini katalizatorja ne povzročajo le rekombinacije nevtralnih atomov, temveč tudi relaksacije vzbujenih atomov, nevtralizacije ionov in tudi šibko bombardiranje ionov, saj je sonda na plavajočem potencialu. Pri enačbi (3.5) bi zato morali dodati vsaj še tri prispevke, ki pa so tako majhni, da jih lahko zanemarimo. Razlog za to je preprost, gostota nabitih delcev in vzbujenih atomov je običajno več redov velikosti manjša od gostote nevtralnih atomov.

Gostote ionov v plazmah, generiranih z brezelektrodno razelektritvijo, so bile izmerjene

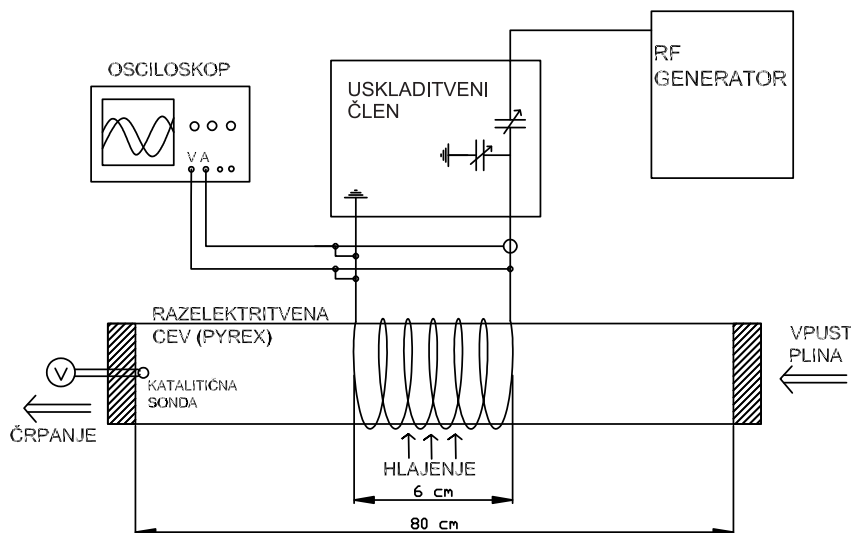
z uporabo dvojne Langmuirjeve sonde in so običajno okoli  $10^{16} \text{ m}^{-3}$  [40]. Poročil o merjenjih gostote vzbujenih kisikovih atomov v plazmah pa je v literaturi zelo malo. V enem izmed člankov so avtorji merili gostoto kisikovih atomov v prvem vzbujenem stanju ( $^1\text{D}_2$ ) z vakuumsko ultravijolično absorpcijsko spektroskopijo. V mikrovalovni razelektrivni ustvarjeni v mešanici žlahtnih plinov in kisika je bila gostota vzbujenih kisikovih atomov okoli  $10^{18} \text{ m}^{-3}$  [77].

Kot že omenjeno, pa so gostote nevtralnih atomov običajno reda velikosti  $10^{21} \text{ m}^{-3}$  [36, 78, 79] in lahko celo prekoračijo vrednost  $1 \times 10^{22} \text{ m}^{-3}$ , tako da je poenostavitev o zanemarjanju drugih prispevkov k segrevanju sonde upravičena v primeru, ko je plazma generirana z brezelektrodno razelektrivno v stekleni razelektrivni komori.

### 3.4 Mali plazemski sistem

Pri eksperimentih smo uporabljali dva plazemska sistema, katerih glavna razlika je velikost razelektrivnih cevi.

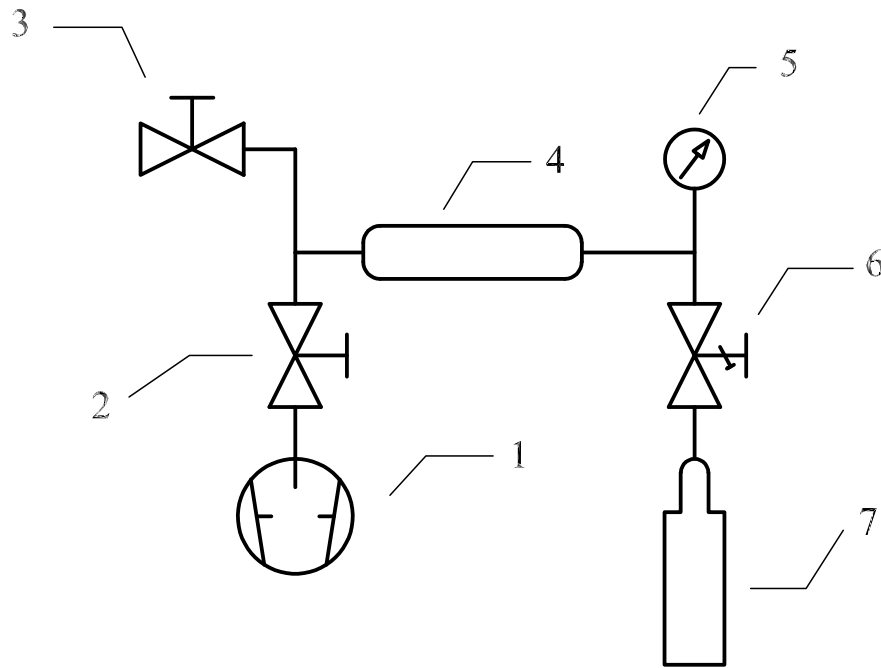
Manjši plazemski sistem je predstavljen na slikah 13 in 14. Sestavljen je iz 80 cm dolge steklene (Pyrex – borosilikatno steklo) razelektrivne cevi z zunanjim premerom 40 mm, okoli katere je navita 6-ovojna vzbujevalna tuljava. Vzbujevalna tuljava je preko uskladitvenega člena in koaksialnega kabla povezana z radiofrekvenčnim generatorjem (Dressler CESAR 1312 D), ki ima osnovno delovno frekvenco 13,56 MHz in maksimalno izhodno moč 1,2 kW. Steklo znotraj vzbujevalne tuljave se je v H-načinu delovanja precej grelo, zato smo ta del dodatno zračno hladili.



Slika 13: Postavitev eksperimenta na malem plazemskem sistemu

V manjšem plazemskem sistemu smo merili gostoto nevtralnih kisikovih atomov na koncu razelektrivne cevi z navadno katalitično sondo. Na vzbujevalni tuljavi pa smo merili električne razelektrivne parametre. Električni tok in napetost, merjena s tokovno in napetostno sondo, smo odčitavali z osciloskopom (slika 13).

Vakuumska shema manjšega plazemskega sistema je predstavljen na sliki 14. Vakuumski sistem smo črpali z dvostopenjsko rotacijsko črpalko (Varian SD-301) s črpalno hitrostjo  $15 \text{ m}^3/\text{h}$ , ki doseže končni tlak okoli 0,5 Pa. Tlak smo merili z absolutnim merilnikom tlaka na robu razelektrivne cevi. V sistem smo preko preciznega dozirnega ventila vpuščali kisik iz jeklenke. Vakuumski sistem je vakuumsko tesen, tako da residualna atmosfera sestoji pretežno iz vodne pare, ki ne vpliva zaznavno na lastnosti plazme.



Slika 14: *Vakuumska shema malega plazemskega sistema*: 1 – dvostopenjska rotacijska črpalka s črpalno hitrostjo  $15 \text{ m}^3/\text{h}$ , 2 – ventil, 3 – ventil za vpust zraka, 4 – razelektrivna cev zunanega premera 40 mm in notranjega premera 36 mm, 5 – merilnik tlaka (Baratron), 6 – precizni dozirni ventil, 7 – jeklenka s kisikom

Meritve smo naredili pri tlakih od 10 Pa do 200 Pa in močeh radiofrekvenčnega generatorja od 10 W do 1000 W.

### 3.4.1 Uskladitveni člen

Za usklajevanje impedance plazme smo na manjšem plazemskem sistemu uporabljali uskladitveni člen Dressler VM1500 W-ICP. Uporabljeni uskladitveni člen je tipa L (b na sliki 4). Sestavljen je iz dveh variabilnih vakuumskih kondenzatorjev z nastavljivima kapacitivnostma od 5 pF do 500 pF. Impedance oziroma območje na Smithovem diagramu, ki ga s tem členom lahko uskladimo, je prikazano na sliki 15. Vidimo, da lahko uskladimo impedance  $Z_L = (1 \dots 48) \Omega + i(18 \dots 220) \Omega$ .

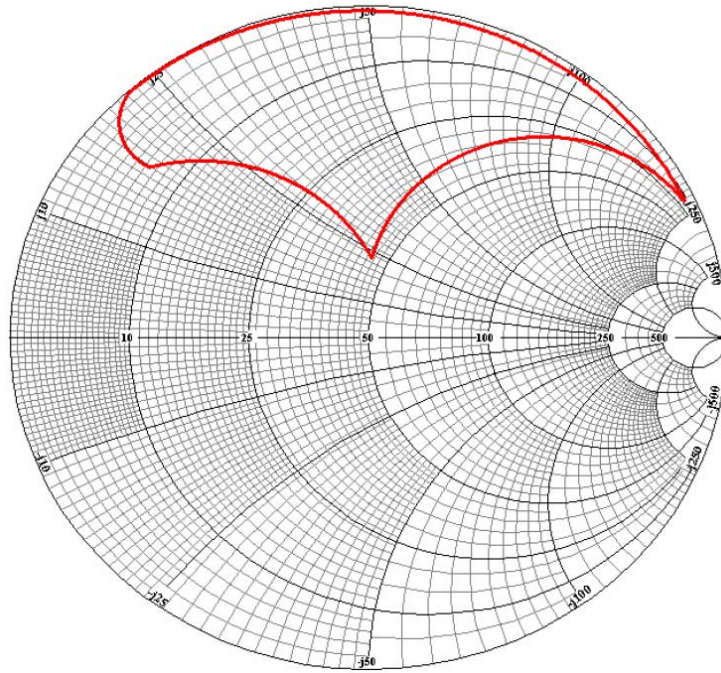
Ker je uskladitveni člen enostaven, lahko ustrezne uskladitvene kapacitivnosti kondenzatorjev dobimo tudi z izračunom.

Za električno vezje, ki v prvem približku predstavlja induktivno sklopljeno plazmo, uporabimo enostavno vezje na sliki 8. Celotno impedanco, ki jo vidi radiofrekvenčni generator, zapišemo kot:

$$Z_L = \frac{1}{\frac{1}{i\omega L + R_{pl}} + i\omega C_1} + \frac{1}{i\omega C_t}. \quad (3.8)$$

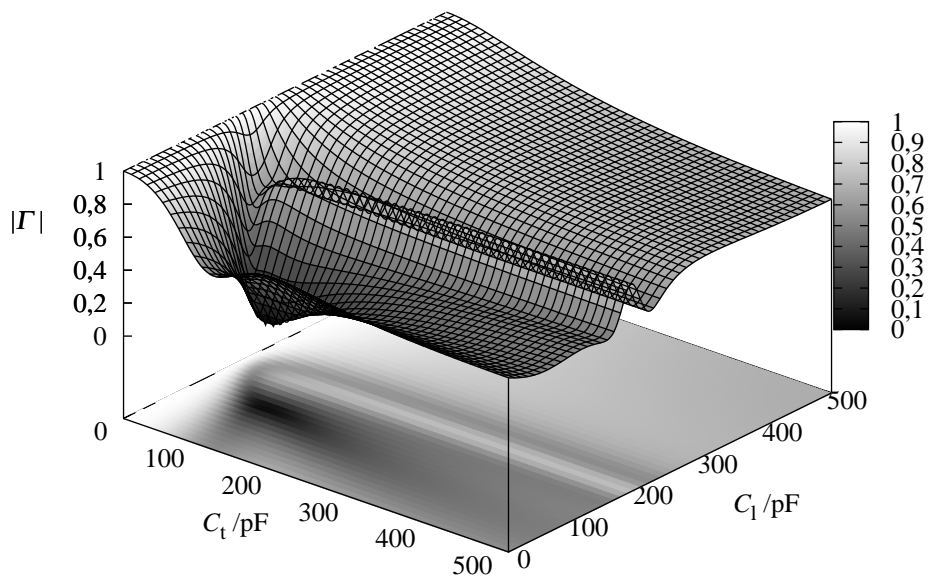
$C_1$  (load) in  $C_t$  (tune) sta splošno uporabljene oznaki za kondenzatorja v L uskladitvenem členu. Karakteristična impedanca je v našem primeru  $Z_0 = 50 \Omega$ . Impedanco  $Z_L$  (3.8) vstavimo v izraz za koeficient odbojnosti (2.34) in dobimo:

$$\Gamma = \frac{\frac{1}{\frac{1}{i\omega L + R_{pl}} + i\omega C_1} + \frac{1}{i\omega C_t} - Z_0}{\frac{1}{\frac{1}{i\omega L + R_{pl}} + i\omega C_1} + \frac{1}{i\omega C_t} + Z_0}. \quad (3.9)$$



Slika 15: Smithov diagram za uskladitveni člen VM 1500

Za določeno upornost plazme  $R_{pl}$  in induktivnost vzbujevalne tuljave  $L$  lahko narišemo graf absolutne vrednosti koeficienta odbojnosti  $|\Gamma|$  v odvisnosti od kapacitivnosti kondenzatorjev. Kot smo že omenili, smo na manjšem plazemskem sistemu uporabljali 6-ovojno vzbujevalno tuljavo z notranjim premerom 4 cm in dolžino 6 cm in induktivnostjo približno  $L = 0,7 \mu\text{H}$ . Če določimo še upornost plazme na npr.  $R_{pl} = 10 \Omega$ , lahko narišemo, kako se  $|\Gamma|$  spreminja v odvisnosti od kapacitivnosti kondenzatorjev (slika 16).



Slika 16: Koeficient odbojnosti v odvisnosti od kapacitivnosti  $C_1$  in  $C_t$  za mali plazemski sistem in upornost plazme  $R_{pl} = 10 \Omega$

Na sliki 16 opazimo globalni minimum koeficienta odbojnosti  $|\Gamma| = 0$ , kar predstavlja uskladitveno točko. Izračunamo jo tako, da števec v izrazu (3.9) enačimo z nič in izračunamo vrednosti  $C_1$  in  $C_t$ . Izračunan minimum oziroma uskladitvena točka za prikazan primer je  $C_1 = 110,8$  pF in  $C_t = 93,4$  pF.

Enako lahko naredimo za druge vrednosti upornosti plazme  $R_{pl}$ . Enačbo

$$\frac{1}{\frac{1}{i\omega L + R_{pl}} + i\omega C_1} + \frac{1}{i\omega C_t} - Z_0 = 0, \quad (3.10)$$

razdelimo na dve enačbi: imaginarno in realno. Iz realnega dela dobimo rešitev za  $C_1$ :

$$C_1 = \frac{L\omega^2 Z_0 - \sqrt{R_{pl}^3 \omega^2 Z_0 + L^2 R_{pl} \omega^4 Z_0 - R_{pl}^2 \omega^2 Z_0^2}}{R_{pl}^2 \omega^2 Z_0 + L^2 \omega^4 Z_0}. \quad (3.11)$$

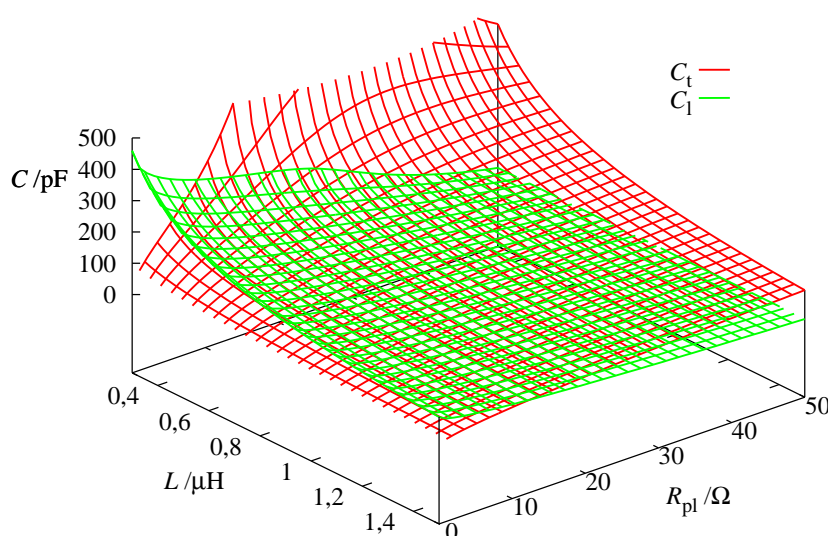
Iz imaginarnega dela pa dobimo rešitev za  $C_t$ :

$$C_t = \frac{-1 + 2C_1 L \omega^2 - C_1^2 R_{pl}^2 \omega^2 - C_1^2 L^2 \omega^4}{\omega^2 (-L + C_1 R_{pl}^2 + C_1 L^2 \omega^2)}, \quad (3.12)$$

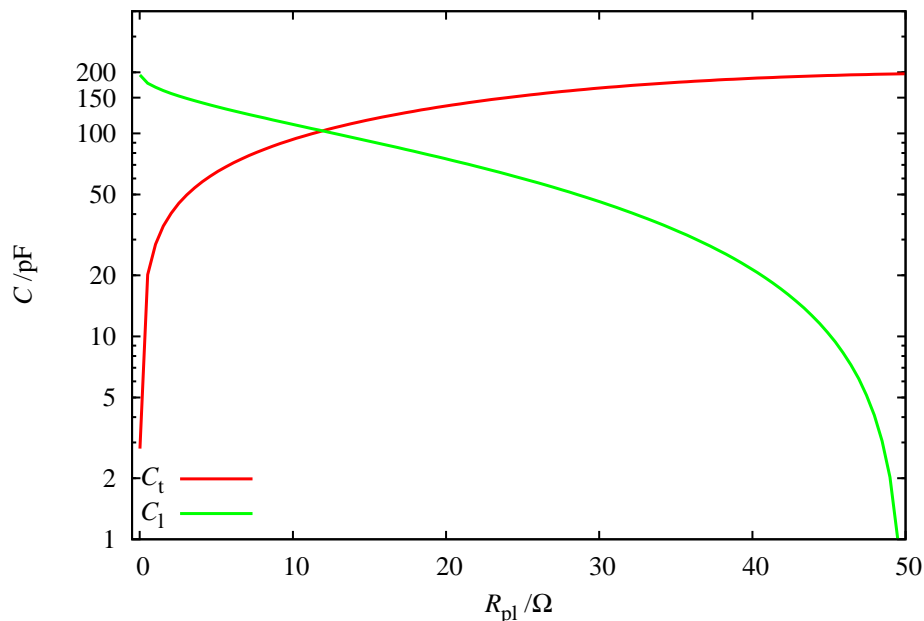
oziroma, ko v to vstavimo še izraz za  $C_1$  (3.11), dobimo uskladitveno kapacitivnost  $C_t$ , izraženo le z upornostjo plazme  $R_{pl}$  in z induktivnostjo vzbujevalne tuljave  $L$ :

$$C_t = \frac{R_{pl}}{\sqrt{R_{pl} \omega^2 Z_0 (R_{pl}^2 + L^2 \omega^2 - R_{pl} Z_0)}}. \quad (3.13)$$

Uskladitvena točka oziroma kapacitivnosti kondenzatorjev, pri katerih je koeficient odbojnosti enak nič, sta v odvisnosti od upornosti plazme  $R_{pl}$  in induktivnosti vzbujevalne tuljave  $L$  prikazani na sliki 17.



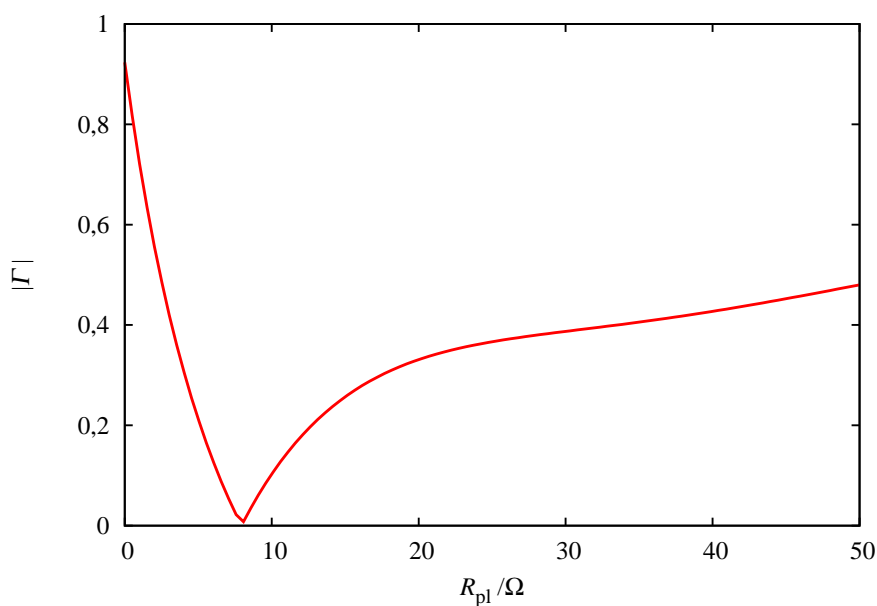
Slika 17: Uskladitvena točka v odvisnosti od upornosti plazme in induktivnosti vzbujevalne tuljave za  $L$  uskladitveni člen ( $b$  na sliki 4)



Slika 18: Uskladitvena točka v odvisnosti od upornosti plazme za  $L = 0,7 \mu\text{H}$

Na sliki 18 pa je prikazan prerez grafa 17 pri vrednosti  $L = 0,7 \mu\text{H}$ , oziroma uskladitveni kapacitivnosti kondenzatorjev v odvisnosti od upornosti plazme  $R_{\text{pl}}$  za naš primer vzbujevalne tuljave.

Opazimo, da je za uskladitev plazme z majhno upornostjo potrebna majhna kapacitivnost  $C_t$  in večja kapacitivnost  $C_1$ . Obratno je pri večjih upornostih plazme. Pri večjih vrednostih  $R_{\text{pl}}$  se uskladitvena kapacitivnost  $C_t$  nekoliko ustali, medtem ko se uskladitvena kapacitivnost  $C_1$  intenzivno spreminja z upornostjo plazme. Podobno odvisnost smo opazili tudi pri naših poskusih. Iz slike 18 je razvidno tudi, da plazmo z upornostjo večjo od  $50 \Omega$  ni mogoče uskladiti z  $L$  uskladitvenim členom.



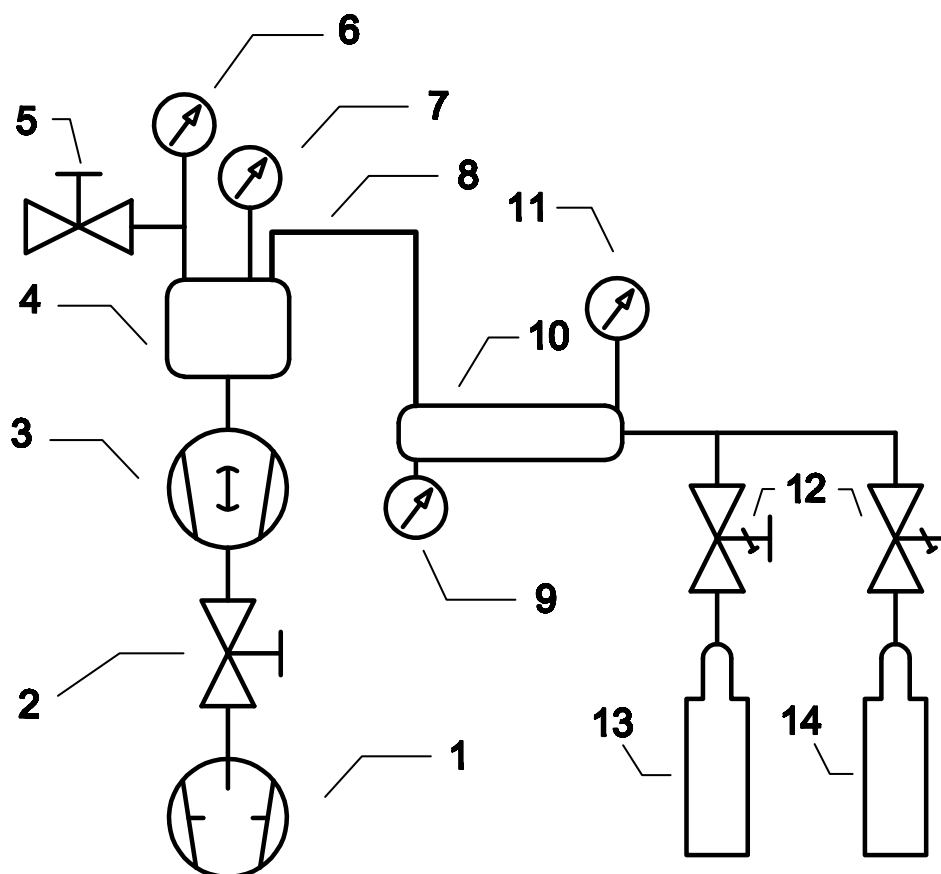
Slika 19: Koeficient odbojnosti v odvisnosti od upornosti plazme

Oglejmo si še, kako se spreminja koeficient odbojnosti, če držimo kapacitivnosti konstantne in se spreminja le upornost plazme  $R_{pl}$ . Na sliki 19 je prikazana  $|\Gamma|$  v odvisnosti od upornosti plazme za našo vzbujevalno tuljavo  $L = 0,7 \mu\text{H}$  in kapacitivnosti  $C_t = 85 \text{ pF}$  in  $C_1 = 120 \text{ pF}$ .

Kapacitivnosti sta nastavljeni tako, da je usklajena plazma z upornostjo  $R_{pl} = 8 \Omega$ . Opazimo, da se koeficient odbojnosti sunkovito spremeni, če je upornost plazme manjša od  $8 \Omega$ . Pri zelo majhnih upornostih lahko doseže vrednosti blizu 1, takrat se skoraj vsa moč radiofrekvenčnega generatorja odbije. Uskladitev je nekoliko boljša in sprememba je bolj blaga, če je upornost večja od  $8 \Omega$ . Tako obnašanje koeficienta odbojnosti lahko opazimo predvsem pri prehodih iz E- v H-način delovanja plazme.

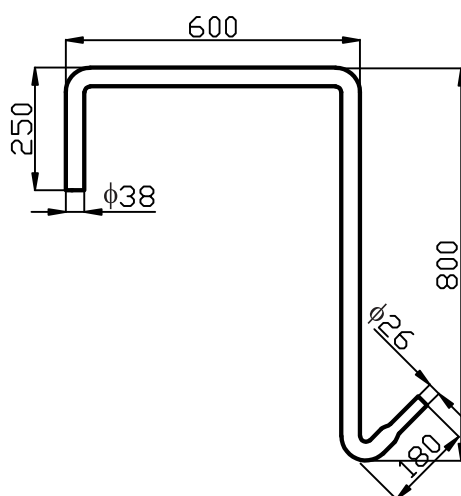
### 3.5 Veliki plazemski sistem

Vakuumska shema večjega plazemskega sistema je predstavljena na sliki 20. Vakuumski sistem smo črpali z Rootsovo črpalko (Edwards EH500IND) v povezavi z dvostopenjsko rotacijsko črpalko (Edwards E2M80) s črpalno hitrostjo  $80 \text{ m}^3/\text{h}$ . Njuna skupna maksimalna nazivna črpalna hitrost je  $400 \text{ m}^3/\text{h}$ .



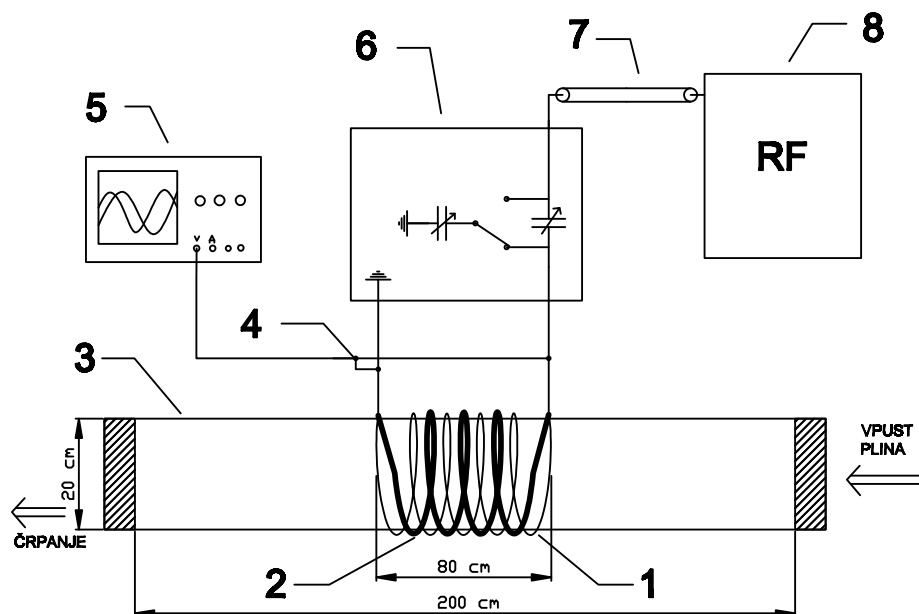
Slika 20: Vakuumska shema velikega plazemskega sistema: 1 – dvostopenjska rotacijska črpalka s črpalno hitrostjo  $80 \text{ m}^3/\text{h}$ , 2 – ventil, 3 – Rootsova črpalka, 4 – porazelektritivna komora, 5 – ventil za vpust zraka, 6 – katalitična sonda v porazelektritivni komori, 7 – merilnik tlaka (baratron) v porazelektritivni komori, 8 – povezovalna steklena cev, 9 – optična katalitična sonda (FOCP) na robu razelektritivne cevi, 10 – razelektritivna cev, 11 – merilnik tlaka v razelektritivni cevi, 12 – krmilnika masnega pretoka, 13 – jeklenka s kisikom, 14 – jeklenka z argonom

Črpalke sta povezani s stekleno valjasto porazelektritveno komoro premera 30 cm in višine 30 cm. Porazelektritvena komora je preko steklene povezovalne cevi povezana z razelektritveno cevjo. Oblika in dimenzije povezovalne cevi so predstavljene na sliki 21. Steklена razelektritvena cev (Pyrex) je dolga 2 m in ima zunanji premer 20 cm.



Slika 21: Povezovalna steklena cev (komponenta 8 na sliki 20) z dimenzijami v mm

Tlake smo merili z absolutnimi merilniki tlaka v porazelektritveni komori ( $p_1$ ) in v razelektritveni cevi ( $p_2$ ). V sistem smo preko krmilnikov masnega pretoka vpuščali pline iz jeklenk. Poleg eksperimentov s kisikovo plazmo smo naredili tudi nekaj eksperimentov v plazmi mešanice kisika in argona. Vakuumski sistem je hermetično tesen, dosežen končni tlak je manjši od 1 Pa. Residualna atmosfera sestoji pretežno iz vodne pare, ki pa ne vpliva zaznavno na lastnosti plazme.



Slika 22: Postavitev eksperimenta na velikem plazemskem sistemu: 1 in 2 – dvojna vzbujevalna tuljava, 3 – razelektritvena cev, 4 – visokonapetostna sonda, 5 – osciloskop, 6 – uskladitveni člen, 7 – koaksialni kabel, 8 – radiofrekvenčni generator

Vzbujevalni del večjega plazemskega sistema je prikazan na sliki 22. Okrog razelektritvene cevi je navita dvojna vzbujevalna tuljava, ki je preko uskladitvenega člena in ko-

aksialnega kabla povezana z radiofrekvenčnim generatorjem (Induktio UHFG-8), ki ima osnovno delovno frekvenco 27,12 MHz in maksimalno izhodno moč 8 kW.

Na sliki 23 je predstavljena fotografija dvojne vzbujevalne tuljave in 2 m dolge razelektritivne cevi z zunanjim premerom 20 cm.



Slika 23: Fotografija dvojne vzbujevalne tuljave in razelektritivne cevi ( $D = 20$  cm,  $l = 2$  m)

Na večjem plazemskem sistemu smo gostoto nevtralnih kisikovih atomov merili na dveh točkah (slika 20). Z navadno katalitično sondo smo merili gostoto nevtralnih kisikovih atomov na sredini porazelektritivne komore, na koncu razelektritivne cevi oziroma na začetku povezovalne cevi pa smo gostoto nevtralnih kisikovih atomov merili z optično katalitično sondo. Razlog za uporabo optične katalitične sonde so bile prevelike radiofrekvenčne močnejše, ki so signal iz navadne katalitične sonde tako popačile, da je bil ta popolnoma neuporaben. Merili smo tudi električno napetost na vzbujevalni tuljavi (slika 22).

Meritve smo naredili pri pretokih od 100 sccm do 2100 sccm in močeh radiofrekvenčnega generatorja od 0,3 kW do 5 kW.

### 3.5.1 Optimizacija sklopa velikega plazemskega sistema

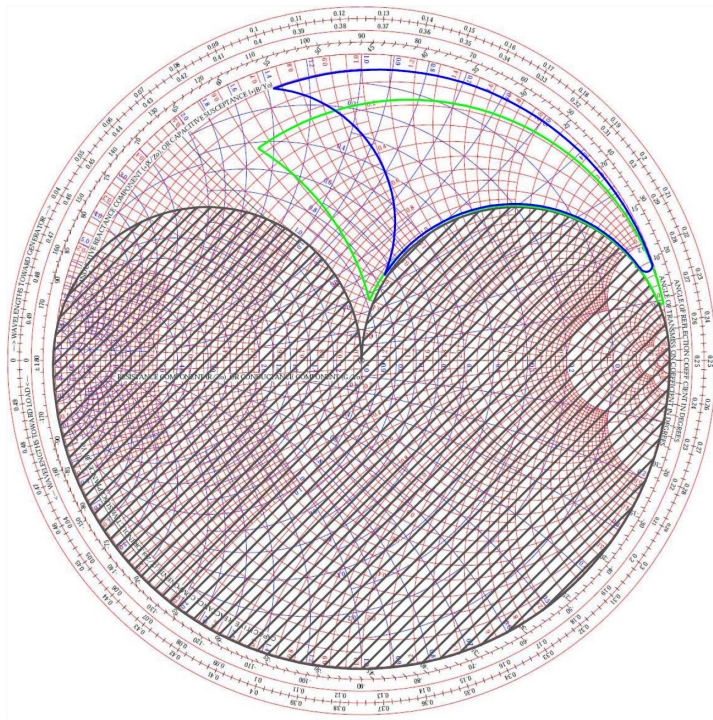
Naša prva naloga na velikem plazemskem sistemu je bila induktivna sklopitev generatorja in plazme. Na voljo smo imeli nameščeno razelektritivno cev in 27,12 MHz generator. Optimizacije sklopa med visokofrekvenčnim generatorjem in nizkotlačno plazmo na velikem plazemskem sistemu smo se najprej lotili s konstrukcijo uskladitvenega člena.

#### Uskladitveni člen

Za uskladitveni člen na večjem plazemskem sistemu smo ravno tako kot pri uskladitvenem členu na majhnem plazemskem sistemu, uporabili vrsto L uskladitvenega člena (slika 22). Skonstruirali smo ga tako, da se lahko uporabljata obe vrsti L člena (a in b na sliki 4). Uporabili smo dva visokofrekvenčna visokonapetostna variabilna vakuumska kondenzatorja. Pri prvemu kondenzatorju Jennings CSVF 500 lahko spreminjamo kapacitivnost od

12 pF do 500 pF, pri drugem Comet CVHE-200AW pa od 20 pF do 250 pF. Kapacitivnosti kondenzatorjev spreminjamo z dvema servo motorjema, ki ju lahko krmilimo s PLC-jem radiofrekvenčnega generatorja. Na generatorskem zaslonu lahko nastavimo želeno kapacitivnost posameznega kondenzatorja z natančnostjo približno  $\sim 1$  pF.

Na slikah 24 in 25 so prikazana območja na Smithovih diagramih, ki ju z uporabo teh dveh variabilnih kondenzatorjev lahko uskladimo.



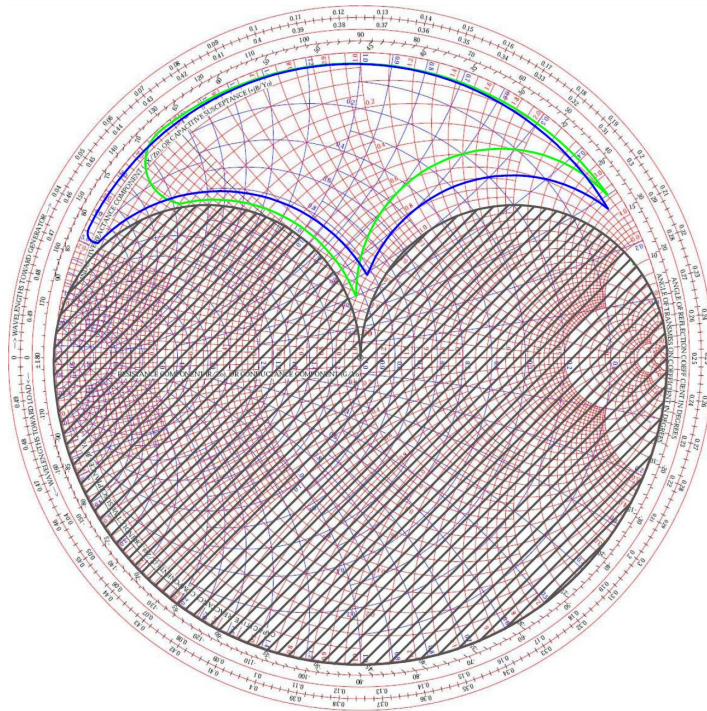
Slika 24: Smithov diagram za uskladitveni člen  $L_1$ , kjer črno območje prikazuje impedanco, ki jih, z uporabo dveh variabilnih kondenzatorjev vezanih v  $L$  uskladitveni člen, ni možno uskladiti, območja znotraj modrih in zelenih črt pa lahko uskladimo z našima kondenzatorjema

Smithov diagram za uskladitveni člen prvega tipa  $L$  (a na sliki 4) je prikazan na sliki 24. Območje znotraj modrih črt je možno uskladiti, če kondenzator Jennings vežemo vzporedno z vzbujevalno tuljavo, kondenzator Commet pa zaporedno. Območje znotraj zelenih črt pa lahko uskladimo, če ta dva kondenzatorja zamenjamo.

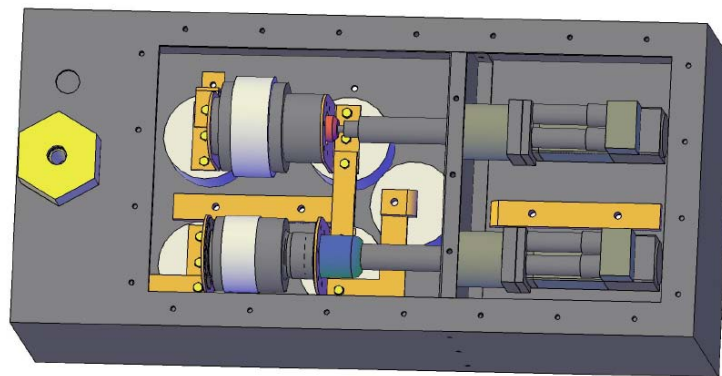
Smithov diagram za uskladitveni člen drugega tipa  $L$  (b na sliki 4) je prikazan na sliki 25. Območje znotraj modrih črt je možno uskladiti, če kondenzator Jennings vežemo vzporedno z vzbujevalno tuljavo, kondenzator Commet pa zaporedno. Območje znotraj zelenih črt pa lahko uskladimo, če ta dva kondenzatorja zamenjamo.

Uskladitveni člen je skonstruiran tako, da se lahko dokaj hitro menja med obema tipoma  $L$  uskladitvenega člena (slika 26). Prestaviti je potrebno le eno bakreno povezovalno ploščico. Pri meritvah, opravljenih na večjem plazemskem sistemu, smo uporabljali drugi tip  $L$  uskladitvenega člena, kjer je kondenzator Jennings vezan vzporedno z vzbujevalno tuljavo, kondenzator Commet pa zaporedno (modro območje na sliki 25), saj menimo, da je impedanca plazme (skupaj z reaktanco vzbujevalne tuljave) najverjetneje v tem območju.

Ker je uporabljena oblika uskladitvenega člena enaka uskladitvenemu členu na manjšem plazemskem sistemu, lahko tudi tokrat uporabimo enako vezje (slika 8) in enake izračune (3.8–3.13).



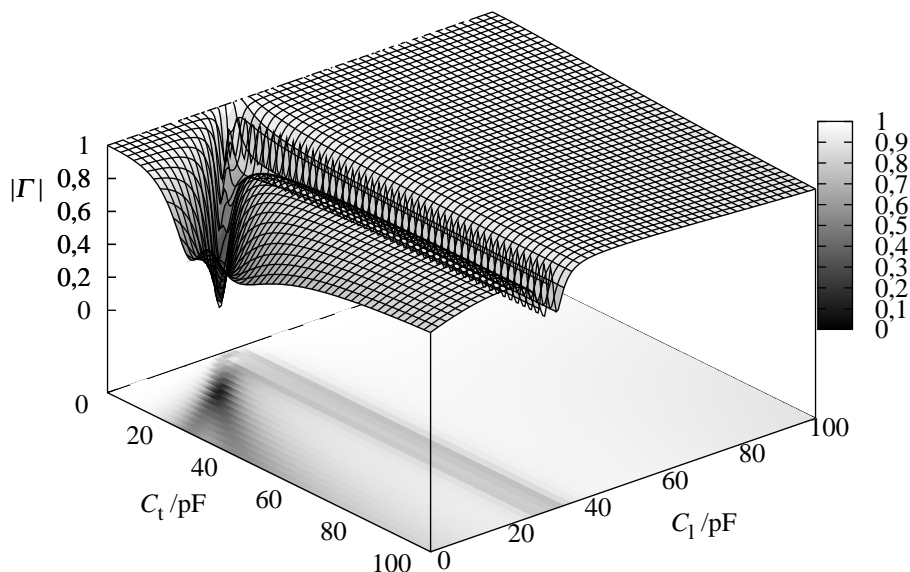
Slika 25: Smithov diagram za uskladitveni člen  $L_2$ , kjer črno območje prikazuje impedanco, ki jih, z uporabo dveh variabilnih kondenzatorjev vezanih v  $L$  uskladitveni člen, ni možno uskladiti, območji znotraj modrih in zelenih črt pa lahko uskladimo z našima kondenzatorjema



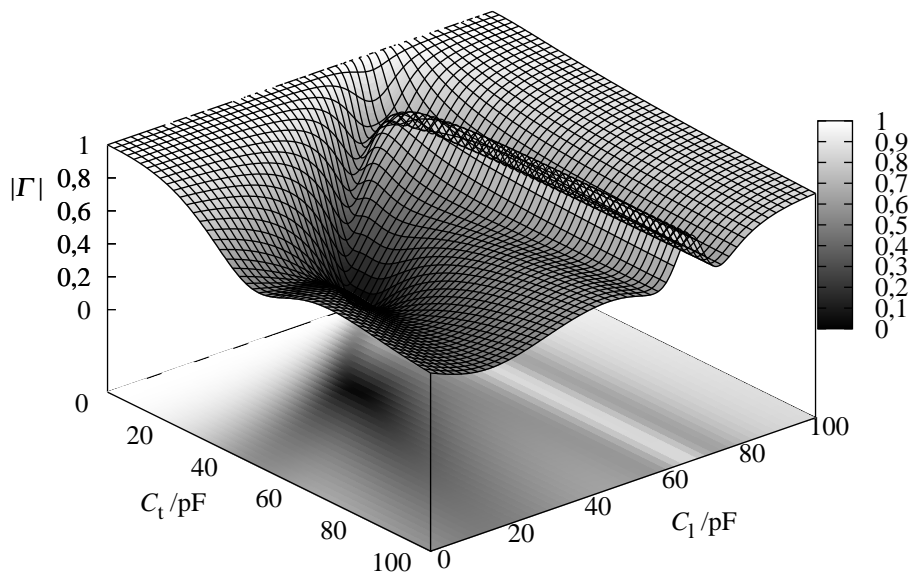
Slika 26: Skica konstrukcije uskladitvenega člena

Absolutna vrednost koeficienta odbojnosti v odvisnosti od kapacitivnosti kondenzatorjev ujemalnega člena je prikazana na slikah 27 in 28. Na sliki 27 je  $|\Gamma|$  izračunana za upornost plazme  $R_{pl} = 10 \Omega$  in induktivnost 5 ovojne 800 mm dolge vzbujevalne tuljave  $L_1 = 1,1 \mu\text{H}$ . Vidimo, da je minimum koeficienta odbojnosti  $|\Gamma| = 0$  pri dokaj majhnih kapacitivnostih in zelo koničast. Pri malo več kot pol manjši induktivnosti  $L_1 = 0,5 \mu\text{H}$  se minimum razširi in pomakne k večjim kapacitivnostim (slika 28), kar je veliko bolj ugodno za naš uskladitveni člen. Nižjo induktivnost vzbujevalne tuljave lahko dobimo le z manjšanjem števila ovojev ali z vzporedno vezavo dodatne tuljave.

Oglejmo si še, kako se minimum koeficienta odbojnosti oziroma uskladitvena točka spreminja v odvisnosti od upornosti plazme. Na sliki 29 sta predstavljeni uskladitveni točki za sistem z navadno vzbujevalno tuljavo z induktivnostjo  $L_1 = 1,1 \mu\text{H}$  in za sistem z dvojno



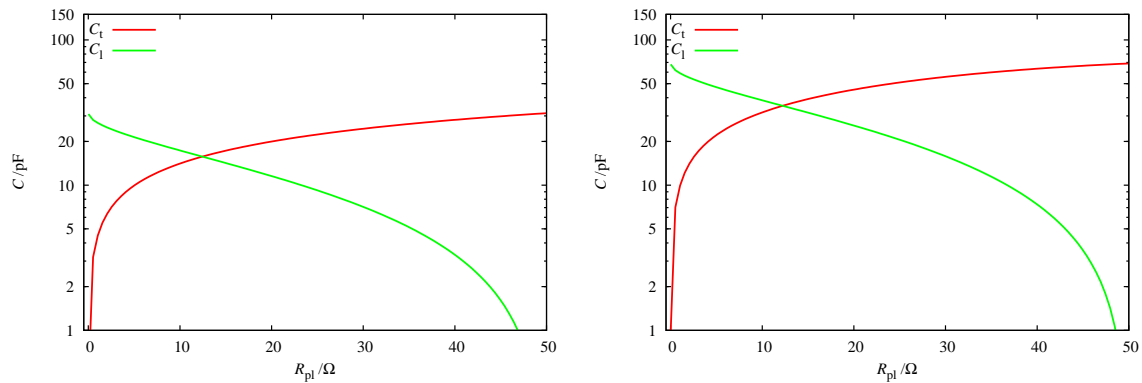
Slika 27: Koeficient odbojnosti v odvisnosti od kapacitivnosti  $C_1$  in  $C_t$  za veliki sistem z navadno vzbujevalno tuljavo z induktivnostjo  $L_1 = 1,1 \mu\text{H}$  in upornostjo plazme  $R_{\text{pl}} = 10 \Omega$



Slika 28: Koeficient odbojnosti v odvisnosti od kapacitivnosti  $C_1$  in  $C_t$  za veliki sistem z dvojno vzbujevalno tuljavo z induktivnostjo  $L_1 = 0,5 \mu\text{H}$  in upornostjo plazme  $R_{\text{pl}} = 10 \Omega$

vzbujevalno tuljavo z induktivnostjo  $L_1 = 0,5 \mu\text{H}$ .

Vzbujevalna tuljava z manjšo induktivnostjo je očitno veliko bolj primerna za naš uskladitveni člen, saj je tako uskladitev impedance plazme možna z večjimi kapacitivnostmi. S kapacitivnostmi v uskladitvenem členu uporabljenih kondenzatorjev lahko tako uskladimo večje območje upornosti plazme.



Slika 29: Uskladitvena točka v odvisnosti od upornosti plazme za  $L = 1,1 \mu\text{H}$  (levo) in  $L = 0,5 \mu\text{H}$  (desno)

### Dvojna vzbujevalna tuljava

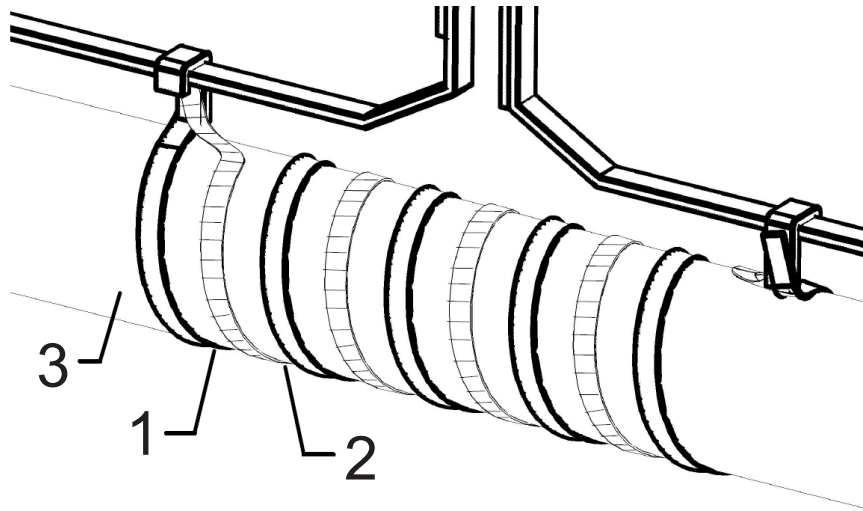
Naslednja stopnja optimizacije sklopa med visokofrekvenčnim generatorjem in nizkotlačno plazmo je bila izbira vzbujevalne tuljave.

Ker je premer steklene razelektrivne cevi velik (20 cm), je induktivnost vzbujevalne tuljave, ki je navita okoli cevi, lahko tudi dokaj velika. Pri frekvenci 27,12 MHz pa to pomeni veliko reaktanco, ki pa jo je težje uskladiti. Zato smo za vzbujevalno tuljavo uporabili tako imenovano dvojno vzbujevalno tuljavo, ki ima kljub velikemu premeru manjšo induktivnost.

Na uskladitveni člen smo torej vezali dvojno vzbujevalno tuljavo, prikazano na sliki (30). Dvojna vzbujevalna tuljava je sestavljena iz dveh vzporedno vezanih prekrivajočih se vzbujevalnih tuljav. Vzbujevalni tuljavi sta v našem primeru dve, lahko pa jih je tudi več. Vzbujevalne tuljave, ki imajo vse enak premer, se prekrivajo tako, da imajo isto os in se dotikajo le na začetku in na koncu, kjer so vezane na uskladitveni člen. Med seboj morajo biti vzdolž skupne osi zamaknjene za  $1/N$  razdalje med dvema zaporednima ovojema, kjer je  $N$  število vzbujevalnih tuljav. To pomeni, da so v primeru dveh vzbujevalnih tuljav ovoji druge vzbujevalne tuljave naviti na sredini med ovoji prve vzbujevalne tuljave, oziroma je druga vzbujevalna tuljava zamaknjena vzdolž skupne osi za  $1/2$  razdalje med dvema zaporednima ovojema. Če so vzbujevalne tuljave tri, so med seboj zamaknjene vzdolž skupne osi za  $1/3$  razdalje med dvema zaporednima ovojema, itd.

Vzbujevalne tuljave morajo biti med seboj zamaknjene najmanj za širino traku vsake od posameznih vzbujevalnih tuljav. Vzbujevalne tuljave so vse navite v isto smer, tako, da ovoji vsake vzbujevalne tuljave potekajo vzporedno z ovoji vsake druge vzbujevalne tuljave. Torej kljub temu, da se vzbujevalne tuljave prekrivajo, se ovoji vsake posamezne vzbujevalne tuljave med seboj ne prekrivajo in ne dotikajo. Ker imajo vse tuljave enak premer, se nahajajo na isti ravnini. Število ovojev je lahko na vseh vzbujevalnih tuljavah enako, lahko pa imajo druge oziroma dodatne vzbujevalne tuljave en ovoj manj kot prva vzbujevalna tuljava. Tudi v tem primeru še vedno velja, da se ovoji posameznih vzbujevalnih tuljav ne prekrivajo. Razlog za en ovoj manj na drugih oziroma dodatnih vzbujevalnih tuljavah je le to, da se celotna dolžina dvojne vzbujevalne tuljave ne daljša z  $N$  številom vzbujevalnih tuljav, oziroma dolžina dvojne vzbujevalne tuljave ostaja enaka dolžini prve vzbujevalne tuljave, ne glede na to koliko je  $N$ .

Dvojna vzbujevalna tuljava je bila izdelana iz bakrenega traku, pri čemer so širine traku, iz katerih je izdelana vsaka posamezna vzbujevalna tuljava, enake in sicer je širina traku



Slika 30: Skica dvojne vzbujevalne tuljave: 1 in 2 – dvojna vzbujevalna tuljava, 3 – razelektritvena cev

vsake posamezne vzbujevalne tuljave med 1 mm in 10 cm. Trak je navit okoli razelektritvene cevi tako, da se cevi dotika z večjo ploskvijo. Premer posameznih vzbujevalnih tuljav, ki sestavljajo dvojno vzbujevalno tuljavo, je torej enak zunanemu premeru cevi, v našem primeru je to  $D = 200$  mm. Dolžina navitja vsake posamezne tuljave se lahko razlikuje od mnogokratnika četrtnine valovne dolžine elektromagnetnega valovanja, ki izvira iz radiofrekvenčnega generatorja, za največ 20 %.

V našem primeru sta uporabljeni dve vzporedno vezani prekrivajoči se vzbujevalni tuljavi, izdelani iz 25 mm širokega bakrenega traku debeline 0,4 mm. Bakreni trak je okoli razelektritvene cevi navit tako, da se cevi dotika z večjo ploskvijo. Prva vzbujevalna tuljava je 5-ovojna, druga prekrivajoča vzbujevalna tuljava pa 4-ovojna. Ovoji iz bakrenega traku druge vzbujevalne tuljave se ne prekrivajo in ne dotikajo ovojev prve vzbujevalne tuljave. Razdalja med robovoma bakrenih trakov prve in druge tuljave je približno 60 mm. Celotna dolžina dvojne vzbujevalne tuljave je 800 mm.

Dvojna vzbujevalna tuljava, ki je bifilarno navita okoli razelektritvene cevi, ima več kot pol manjšo induktivnost od navadne vzbujevalne tuljave. Ker sta tuljavi, iz katerih je sestavljena dvojna vzbujevalna tuljava, električno vzporedno vezani, njuno nadomestno induktivnost  $L_n$  oziroma induktivnost dvojne vzbujevalne tuljave dobimo po enačbi:

$$\frac{1}{L_n} = \frac{1}{L_1} + \frac{1}{L_2}, \quad (3.14)$$

kjer sta  $L_1$  in  $L_2$  induktivnosti tuljav 1 in 2 na sliki 30. Če bi bili tuljavi popolnoma enaki, bi bila nadomestna induktivnost pol manjša od induktivnosti posameznih tuljav. Ker pa ima druga tuljava en ovoj manj in zato manjšo induktivnost od navadne vzbujevalne tuljave, je nadomestna induktivnost za več kot pol manjša od induktivnosti navadne vzbujevalne tuljave. V našem primeru sta induktivnosti tuljav  $L_1 = 1,1 \mu\text{H}$  in  $L_2 = 0,8 \mu\text{H}$ , tako da je njuna nadomestna induktivnost oziroma induktivnost uporabljene dvojne vzbujevalne tuljave približno  $L_n = 0,5 \mu\text{H}$ .

Manjša induktivnost in bolj homogeno električno polje sta glavni prednosti dvojne vzbujevalne tuljave [80].

Za primerjavo med plazmo, vzbujeno v navadni, in plazmo, vzbujeno v dvojni vzbujevalni tuljavi, smo uporabili optično emisijsko spektroskopijo. Primerjali smo vrhove nekaterih emisijskih črt kisikove plazme.

### 3.6 Jedkanje depozitov

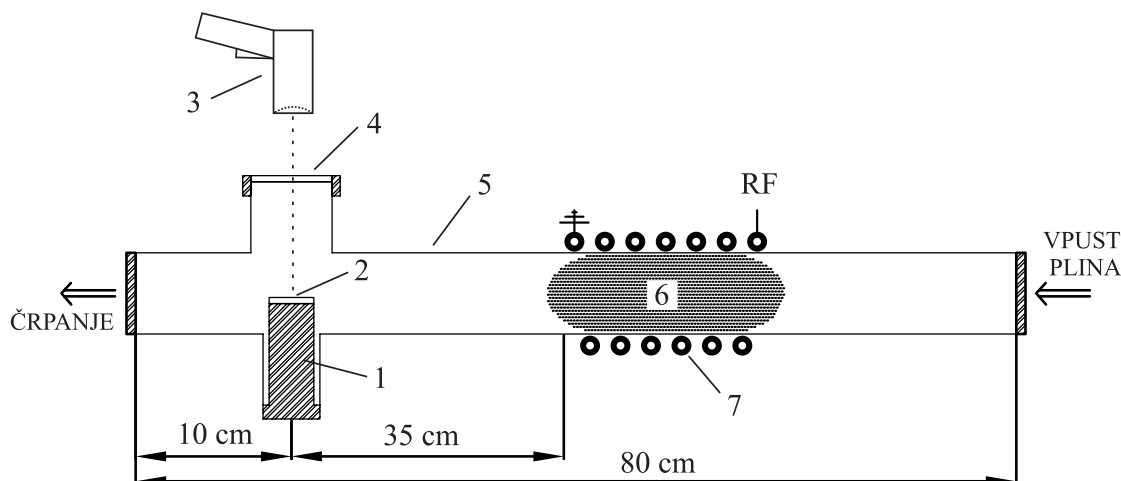
Zadnji sklop meritev smo posvetili jedkanju amorfnih hidrogeniziranih ogljikovih nanosov in jedkanju nanosov mešanice amorfnega hidrogeniziranega ogljika in volframa.

Amorfne hidrogenizirane ogljikove nanose smo jedkali z nevtralnimi kisikovimi atomi, disociiranimi v kisikovi plazmi. Opazovali smo, kako se hitrost jedkanja spreminja v odvisnosti od temperature nanosa in od gostote nevtralnih kisikovih atomov.

Meritve smo opravili na malem plazemskem sistemu s prirejeno razelektritveno cevjo. Na sliki 31 je predstavljen eksperimentalni sistem, kjer se dobro vidi oblika razelektritvene cevi.

Razelektritvena cev ima 10 cm pred koncem dva stranska kraka. Na spodnji stranski cevi smo namestili uporovni grelnik iz nerjavnega jekla. Na grelnik smo s srebrno pasto, ki omogoča boljši toplotni stik, pritrdili vzorce z nanesenimi depoziti. Depoziti so bili nanoseni na ploščice iz nerjavnega jekla 316L s premerom 22 mm in debeline 0,8 mm.

Na zgornji stranski cevi smo namestili okno, ki prepušča infrardeče sevanje. Skozi okno smo namreč opazovali emisivnost vzorca z infrardečim pirometrom (Raytek Raynger MX4+).



Slika 31: Eksperimentalni sistem za jedkanje depozitov: 1 – grelnik, 2 – vzorec, 3 – pirometer, 4 – okno prozorno za IR-sevanje, 5 – razelektritvena cev, 6 – razelektritveno območje, 7 – vzbujevalna tuljava

Depoziti a-C:H so bili pripravljani z naprševanjem v napravi Balzers Sputron, ki je instalirana na Odseku za tanke plasti in površine Instituta "Jožef Stefan". Naprava je dejansko triodni sistem, kjer se nizkonapetostni plazemski lok oblikuje med katodo in anodo, medtem ko na tarčo priklopimo dodatno negativno napetost (velikosti 1700 V). Zaradi težav z oprijemljivostjo prevlek a-C:H na podlage iz nerjavnega jekla je bilo treba pripraviti več vmesnih plasti, ki izboljšajo adhezijo:

- 1) naprševanje čistega kroma v argonu, 2 min
- 2) naprševanje čistega volframa v argonu, 1 min
- 3) naprševanje a-C:H:W iz volframove tarče v mešanici argona in acetilena, 3 min
- 4) naprševanje a-C:H iz grafitne tarče v mešanici argona in acetilena, 27 min

Skupna debelina prevleke je bila 300 nm.

Eksperimente jedkanja a-C:H smo opravili pri tlakih 50 Pa in 100 Pa in pri močeh generatorja od 200 W do 800 W. Pri teh razelektritvenih parametrih smo na mestu jedkanja dobili gostote nevtralnih kisikovih atomov okoli  $1 \times 10^{21} \text{ m}^{-3}$ . Vzorce smo z grelnikom se-

grela do zelene temperature, ki smo jo vzdrževali do konca jedkanja. Temperature vzorcev pri jedkanju so bile: 200 °C, 225 °C, 250 °C, 275 °C, 300 °C in 325 °C.

Eksperimente jedkanja nanosov mešanice amorfnega hidrogeniziranega ogljika in volframa (a-C:H:W) pa smo opravili v navadni ravni razelektritveni cevi pri tlaku 50 Pa in močeh generatorja 300 W (E-način) in 700 W (H-način). Vzorce smo namestili znotraj vzbujevalne tuljave in jih obdelali pri različnih časih. Obdelane vzorce smo nato analizirali z Augerjevo elektronsko spektroskopijo (AES).

Mešanico amorfnega hidrogeniziranega ogljika in volframa smo nanosili na ploščice iz nerjavečega jekla. Na polirano ploščico smo nanosili tanko plast kroma, saj se mešani nanosi radi odluščijo iz visoko poliranega nerjavečega jekla. Tanko plast kroma smo nanosili z naprševanjem kromove tarče z Ar ioni. Debelina plasti kroma je okoli 130 nm. Na to plast smo nanosili tanko plast volframa. V komoro smo nato dodajali acetilen, tako da smo nanašali mešanico volframa in ogljika. Naprševanje volframa smo zaustavili pri debelini približno 190 nm in pustili, da se nanese še 10 nm debela plast čistega hidrogeniziranega ogljika. Zadnja plast ogljika preprečuje oksidacijo vzorca, zato lahko vzorce shranimo za dlje časa.

Vse vzorce so pripravili na Odseku za tanke plasti in površine (F3) na Institutu "Jožef Stefan".

### 3.6.1 Spektroskopija Augerjevih elektronov – AES

Za analizo površin vzorcev smo uporabili metodo spektroskopije Augerjevih elektronov (AES).

Pri AES spektroskopiji vzorec obsevamo z elektroni, ki imajo energijo med 2 keV do 10 keV. Ti izbijejo elektrone iz notranje lupine atoma. Atom se po ionizaciji vrne v osnovno stanje. Ko prazno mesto zapolnijo elektroni iz višjih lupin, se pri tem energija sprosti v obliki izsevanega fotona ali pa se prenese v kinetično energijo drugega elektrona, ki zato izstopi. Tak izbit elektron imenujemo Augerjev elektron [81]. Energija Augerjevih elektronov je neodvisna od energije vpadnih elektronov. Iz Augerjevih spektrov lahko razberemo, kateri elementi so na površini vzorca in kakšna je koncentracija teh elementov. S spektroskopijo Augerjevih elektronov ne zaznamo vodika ali helija.

Preiskave vzorcev smo izvedli v Laboratoriju za analize površin in tankih plasti na Odseku za tehnologijo površin in optoelektroniko (F4) Instituta "Jožef Stefan" v spektrometru Augerjevih elektronov (Physical Electronics Ind. SAM 545 A).

Za vzbujanje Augerjevih elektronov smo uporabili curek primarnih elektronov energije 3 keV, toka elektronov  $2,0 \mu\text{A}$  in premera okoli  $40 \mu\text{m}$ . Energijo elektronov smo izmerili z elektronskim analizatorjem z ločljivostjo 0,2 eV. Vpadni kot elektronov glede na normalo površine je bil  $30^\circ$ . Da bi ugotovili spremembo sestave od površine v globino vzorca, smo izvedli profilno analizo, in sicer tako, da smo vzorec na mestu enakomernega izgleda jedkali na površini  $6 \text{ mm} \times 6 \text{ mm}$  z dvema curkoma ionov  $\text{Ar}^+$  energije 1 keV, pri vpadnem kotu  $47^\circ$ . Pri teh pogojih so znašale hitrosti jedkanja izmerjene na plasteh znanih debelin:  $v_{\text{jed}}(\text{C}) \approx 0,75 \text{ nm/min}$ ,  $v_{\text{jed}}(\text{WC}) \approx 1,30 \text{ nm/min}$ ,  $v_{\text{jed}}(\text{W}) \approx 1,10 \text{ nm/min}$  in  $v_{\text{jed}}(\text{Cr}) \approx 1,50 \text{ nm/min}$ .

Preiskava poteka v ultravisokem vakuumu, ki je bil okoli  $2 \times 10^{-7} \text{ Pa}$ .

V spektrih Augerjevih elektronov smo izmerili velikosti vrhov, ki pripadajo posameznim elementom: C (272 eV), W (179 eV), O (510 eV), Cr (529 eV), Fe (703 eV) in Ni (848 eV). Iz teh podatkov smo z uporabo faktorjev občutljivosti izračunali koncentracijske profile vzorcev. Za izračun koncentracij elementov smo uporabili sledeče faktorje občutljivosti

C (0,110), W (0,113), O (0,50), Cr (0,34), Fe (0,210) in Ni (0,29) [82].

Po naši oceni je relativna napaka pri izračunu sestave velikosti do 30 % vrednosti izračunane koncentracije.



## 4 Rezultati in razprava

### 4.1 Mali plazemski sistem

Pri sistematičnih meritvah kisikove plazme na malem plazemskem sistemu smo spreminjali tlak v razelektrivni cevi in moč radiofrekvenčnega generatorja. Plazmo smo vzbujali z močjo od 10 W do 1000 W, pri tlakih 10 Pa, 20 Pa, 30 Pa, 40 Pa, 50 Pa, 60 Pa, 80 Pa, 100 Pa, 160 Pa in 200 Pa.

Pri določenem tlaku smo spreminjali moč generatorja. Pri določeni moči vzbujanja pa smo nato merili električno napetost in električni tok na vzbujevalni tuljavi ter gostoto nevtralnih kisikovih atomov na robu razelektrivne cevi.

V E-načinu delovanja, z uporabljenim uskladitvenim členom nismo mogli doseči uskladitvene točke. Razpona kapacitivnosti kondenzatorjev v uskladitvenem členu sta premajhna, da bi lahko uskladili impedanco plazme v E-načinu. Uskladitveni člen VM1500 W-ICP je očitno bolj primeren za usklajevanje impedance plazme v H-načinu.

Vse meritve na malem plazemskem sistemu smo naredili s konstantno nastavljenima kapacitivnostma. Kapacitivnosti smo nastavili tako, da je bila reflektirana moč v H-načinu minimalna.

#### 4.1.1 Moč

Pri meritvah, narejenih na malem plazemskem sistemu, smo spreminjali moč radiofrekvenčnega generatorja  $P_{\text{gen}}$  in spremljali reflektirano moč  $P_{\text{ref}}$ , ki smo ju odčitavali iz generatorskega zaslona. Uporabna moč  $P_{\text{u}}$  je razlika med tema dvema močema:

$$P_{\text{u}} = P_{\text{gen}} - P_{\text{ref}}. \quad (4.1)$$

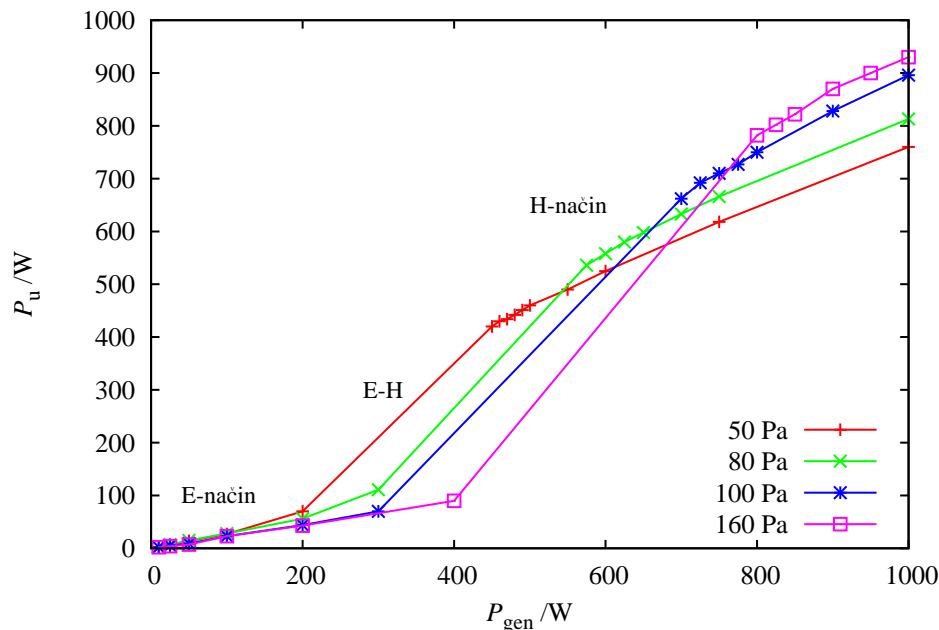
Če upoštevamo tudi uporovne izgube na vzbujevalni tuljavi, ki jih odštejemo od uporabne moči, dobimo moč  $P_{\text{pl}}$  s katero dejansko vzbujamo plazmo:

$$P_{\text{pl}} = P_{\text{u}} - R_{\text{ef}} \cdot I^2, \quad (4.2)$$

kjer je  $I$  efektivni električni tok, ki teče skozi vzbujevalno tuljavo z uporom  $R_{\text{L}}$ . Efektivni upor  $R_{\text{ef}}$  je v našem primeru kar enak uporom vzbujevalne tuljave  $R_{\text{ef}} = R_{\text{L}}$ , saj v njeni bližini ni kovinskih delov (poglavje 3.4), ki bi inducirali električne tokove, se zaradi tega segrevali in tako povzročali dodatne uporovne izgube.

Radiofrekvenčni upor vzbujevalne tuljave smo izračunali iz segrevanja vzbujevalne tuljave pri vklopljeni plazmi brez hlajenja in dobili vrednost  $R_{\text{L}} = 0,06 \, \Omega \pm 0,02 \, \Omega$ . Uporovne izgube na vzbujevalni tuljavi z uporom  $R_{\text{L}}$  so torej pri povprečnem obratovanju  $P_{\text{gen}} = 500 \, \text{W}$ ,  $I = 10 \, \text{A}$  le okoli 5 W. Izgube, ki so reda velikosti 1 %, lahko torej zanemarimo.

Zanemarljive pa niso reflektirane moči  $P_{\text{ref}}$ , ki so pri nekaterih pogojih, zlasti v E-načinu delovanja, enakega reda velikosti kot moč generatorja  $P_{\text{gen}}$ . Na sliki 32 je prikazana uporabna moč  $P_{\text{u}}$  v odvisnosti od moči radiofrekvenčnega generatorja  $P_{\text{gen}}$ .



Slika 32: Uporabna moč v odvisnosti od moči generatorja pri tlakih 50 Pa, 80 Pa, 100 Pa in 160 Pa

Vidimo, da so uporabne moči pri majhnih močeh generatorja zelo majhne in da so skoraj enake za vse tlake. Izmerjene točke uporabne moči v E-načinu za različne tlake ležijo skoraj na isti premici, iz česar lahko sklepamo, da je impedanca plazme v E-načinu zelo malo odvisna od tlaka. To pa ne velja za plazmo v H-načinu.

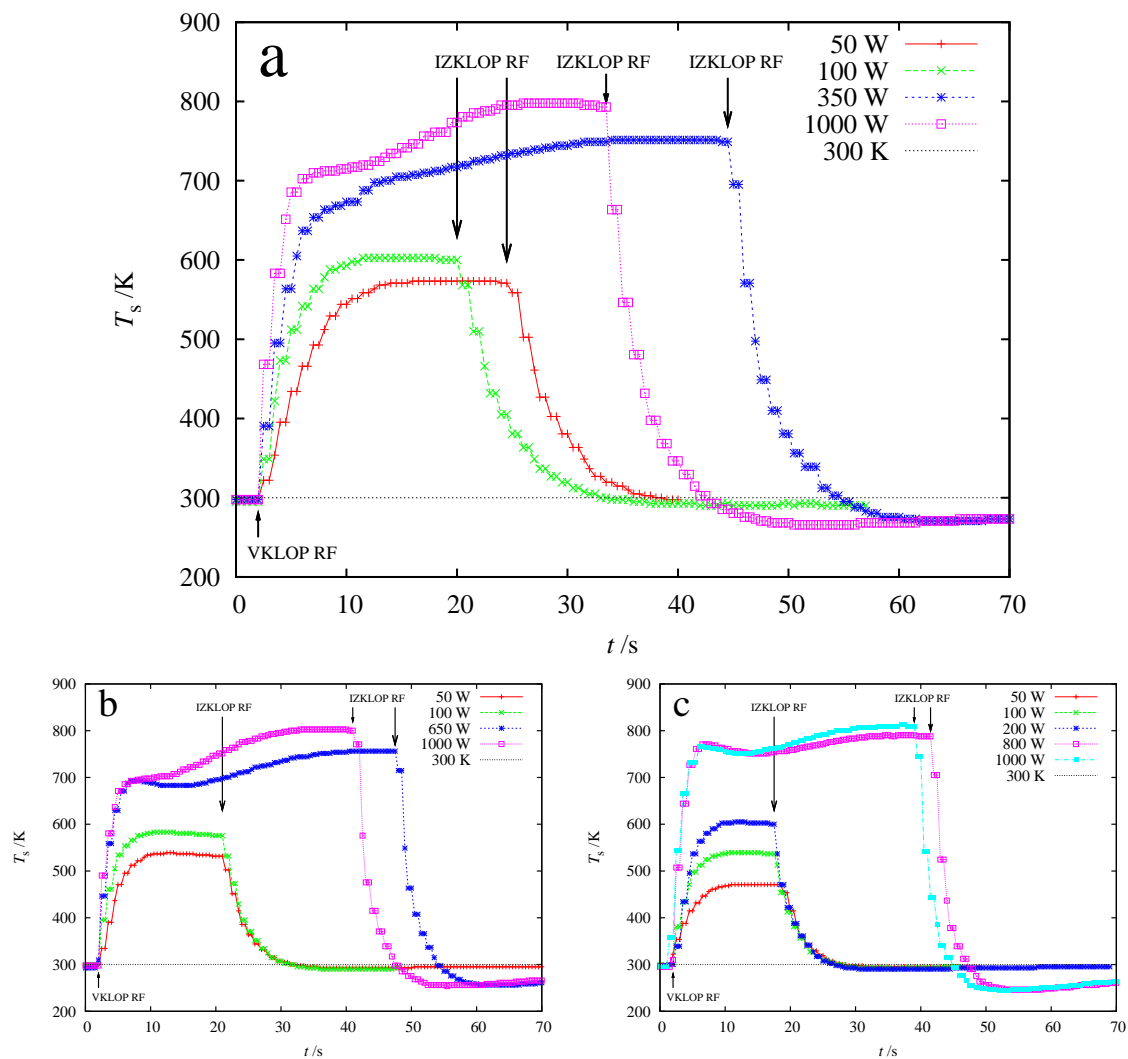
Ko večamo moč generatorja se najprej pojavi območje, kjer plazma niha med E- in H- načinom. V tem območju je nemogoče odčitati reflektirano moč, zato v tem območju ni izmerjenih točk. Takoj ko je moč radiofrekvenčnega generatorja dovolj velika, da se plazma vžge v H-način, opazimo nenaden skok uporabne moči. Uporabna moč je skoraj enaka generatorski moči. V H-načinu je torej reflektirana moč zelo majhna, oziroma uskladitev je zelo dobra.

Na sliki 32 opazimo tudi, da se krivulje izmerjenih točk za različne tlake v H-načinu precej razlikujejo. Lahko torej rečemo, da je impedanca plazme, ko je ta v H-načinu delovanja, močno odvisna od tlaka v razelektritveni cevi.

#### 4.1.2 Temperatura katalitične sonde

Gostoto nevtralnih kisikovih atomov smo merili z navadno katalitično sondo. Na sliki 33 je predstavljenih nekaj meritev temperature katalitične sonde. Kot smo videli v poglavju 3.3, je za izračun gostote nevtralnih kisikovih atomov potreben odvod temperature takoj po izklopu radiofrekvenčnega generatorja (maksimalna absolutna vrednost oziroma absolutna vrednost minimalnega odvoda). Pri teh meritvah smo uporabljali voltmetr in programsko opremo, s katero smo lahko zajemali napetost na termočlenu katalitične sonde s frekvenco 2 Hz. Poleg tega je občutljivost voltmetra majhna, zato padci temperature katalitične sonde (slika 33) po izklopu niso gladke krivulje.

Ker so iz padcev odčitani odvodi nenatančni, smo le-te zgladili. Iz meritev vidimo, da so maksimalne temperature veliko bolj natančna meritev kot minimalen odvod, zato smo ti dve vrednosti povezali.



Slika 33: Temperatura katalitične sonde v odvisnosti od časa pri tlakih 40 Pa (a), 80 Pa (b) in 120 Pa (c)

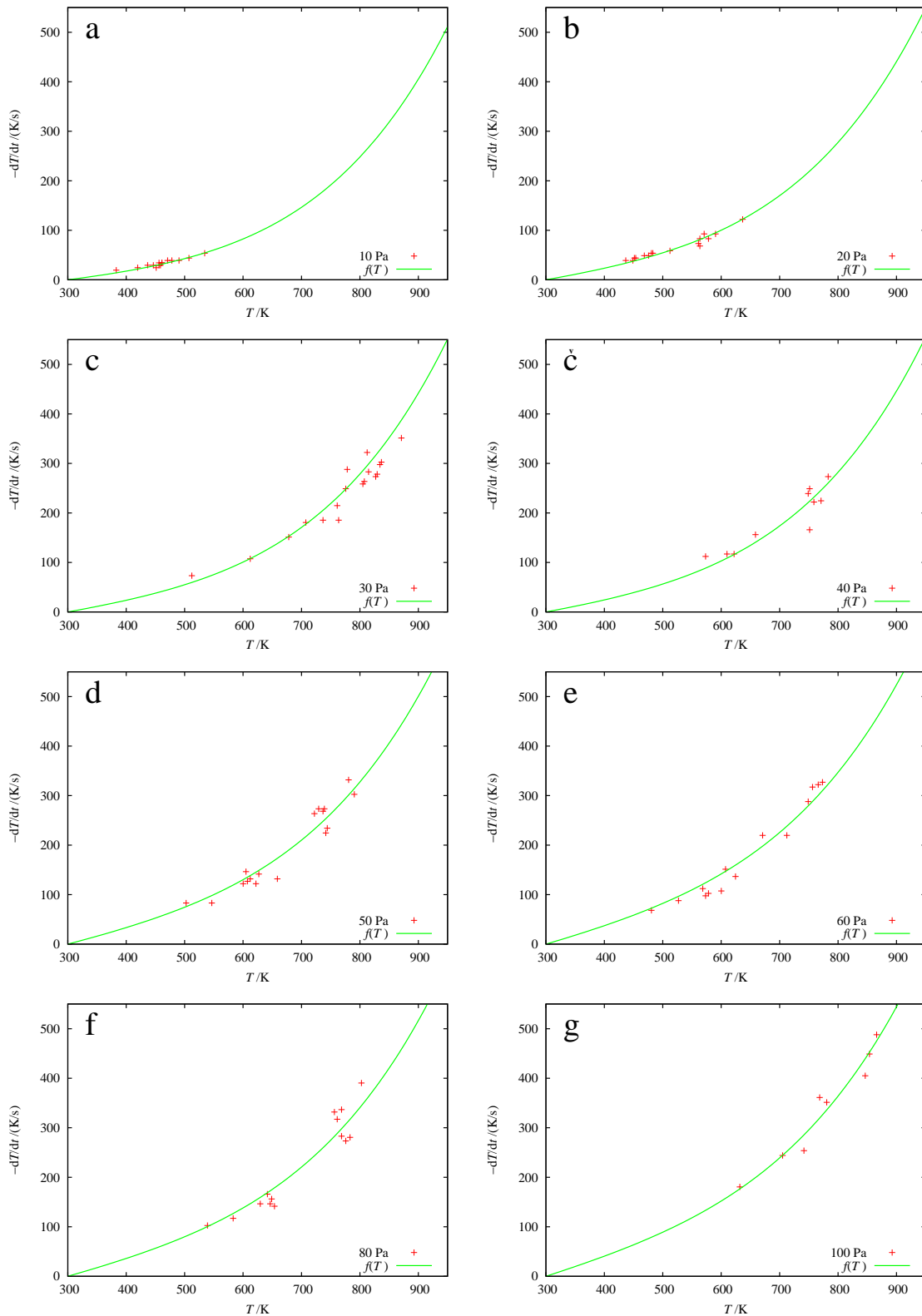
Izmerjene vrednosti minimalnega odvoda in maksimalne temperature katalitične sonde smo povezali s preprostim modelom ohlajevanja konice katalitične sonde. Konica se ohlaja predvsem s sevanjem, ki ga opišemo s Stefanovim zakonom o sevanju črnega telesa in s prevajanjem toplote v okoliški plin (konvekcija). Izmerjene točke smo zgladili s funkcijo, ki vsebuje linearni člen (konvekcija) in člen  $T^4$  (sevanje):

$$f(T) = -dT/dt(T) = \frac{hS}{mc_p}(T - T_0) + \frac{S\varepsilon\sigma}{mc_p}(T^4 - T_0^4), \quad (4.3)$$

ker je  $h$  konveksijski koeficient,  $S$  je površina katalitične konice,  $m$  je masa katalitične konice,  $c_p$  je specifična toplotna kapaciteta niklja,  $T$  je temperatura sonde,  $T_0 = 300$  K je sobna temperatura,  $\sigma$  je Stefanova konstanta in  $\varepsilon(T) = e(T - T_0) + 0,3$  je emisivnost niklja, ki je tudi funkcija temperature in je pri sobni temperaturi  $\varepsilon(T_0) = 0,3$ .

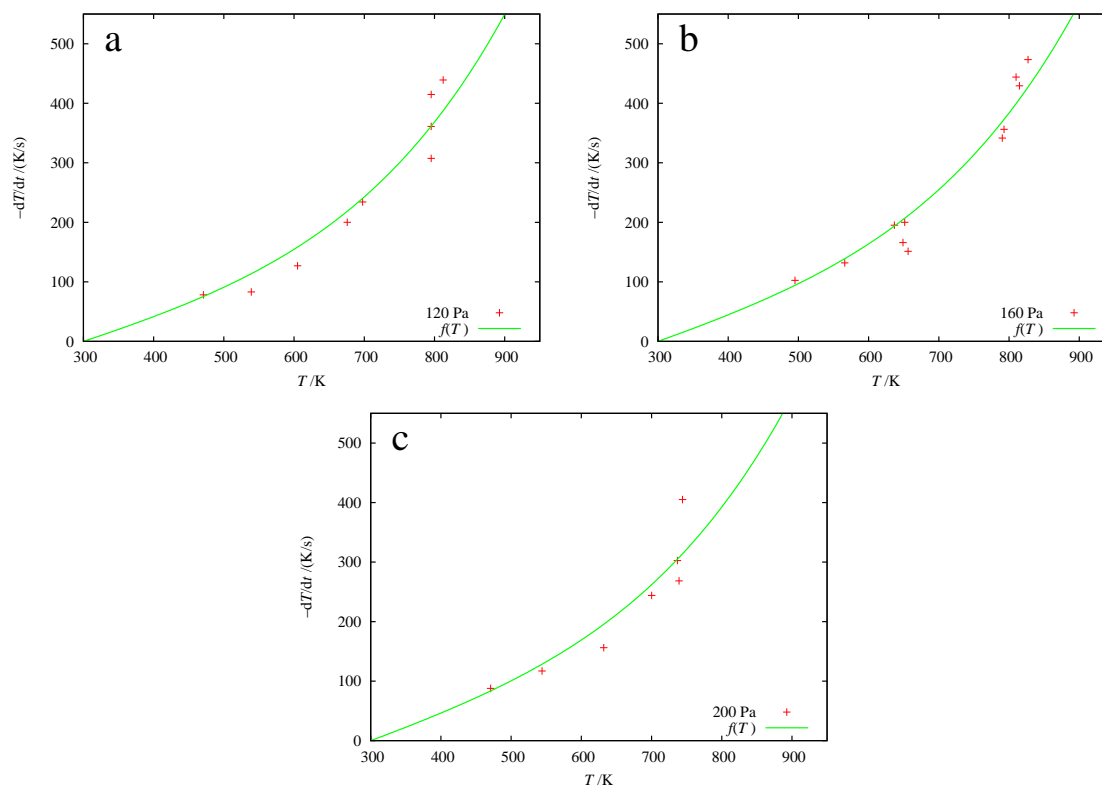
Na slikah 34 in 35 so predstavljeni izmerjeni minimalni odvodi v odvisnosti od maksimalne temperature katalitične sonde in njihove najbolj prilagajoče se funkcije oblike (4.3). Prilagajali smo le koeficienta  $h$  in  $e$ , vse ostale vrednosti so znane in so za uporabljeno sondo zbrane v tabeli 2.

Iz prilagajanja funkcij smo za vse tlake dobili enako vrednost koeficienta  $e$ , kar je pri-



Slika 34: Minimalni odvod temperature sonde po času v odvisnosti od maksimalne temperature sonde za tlake 10 Pa (a), 20 Pa (b), 30 Pa (c), 40 Pa (č), 50 Pa (d), 60 Pa (e), 80 Pa (f) in 100 Pa (g) in njihove najboljše prilagajoče se funkcije

čakovano, saj je to le lastnost niklja. Od tlaka se je razlikovala le vrednost konveksijskega koeficienta  $h$ . Konveksijski koeficienti  $h$ , dobljeni s prilagajanjem funkcij  $f(T)$ , so predstavljeni v dodatku B.



Slika 35: Minimalni odvod temperature sonde po času v odvisnosti od maksimalne temperature sonde za tlake 120 Pa (a), 160 Pa (b) in 200 Pa (c) in njihove najbolj prilagajoče se funkcije

Minimalni odvod temperature katalitične sonde, ki smo ga uporabili za izračun gostote nevtralnih kisikovih atomov, smo dobili torej tako, da smo izmerjene maksimalne temperature vstavili v najbolj prilagajoče se funkcije.

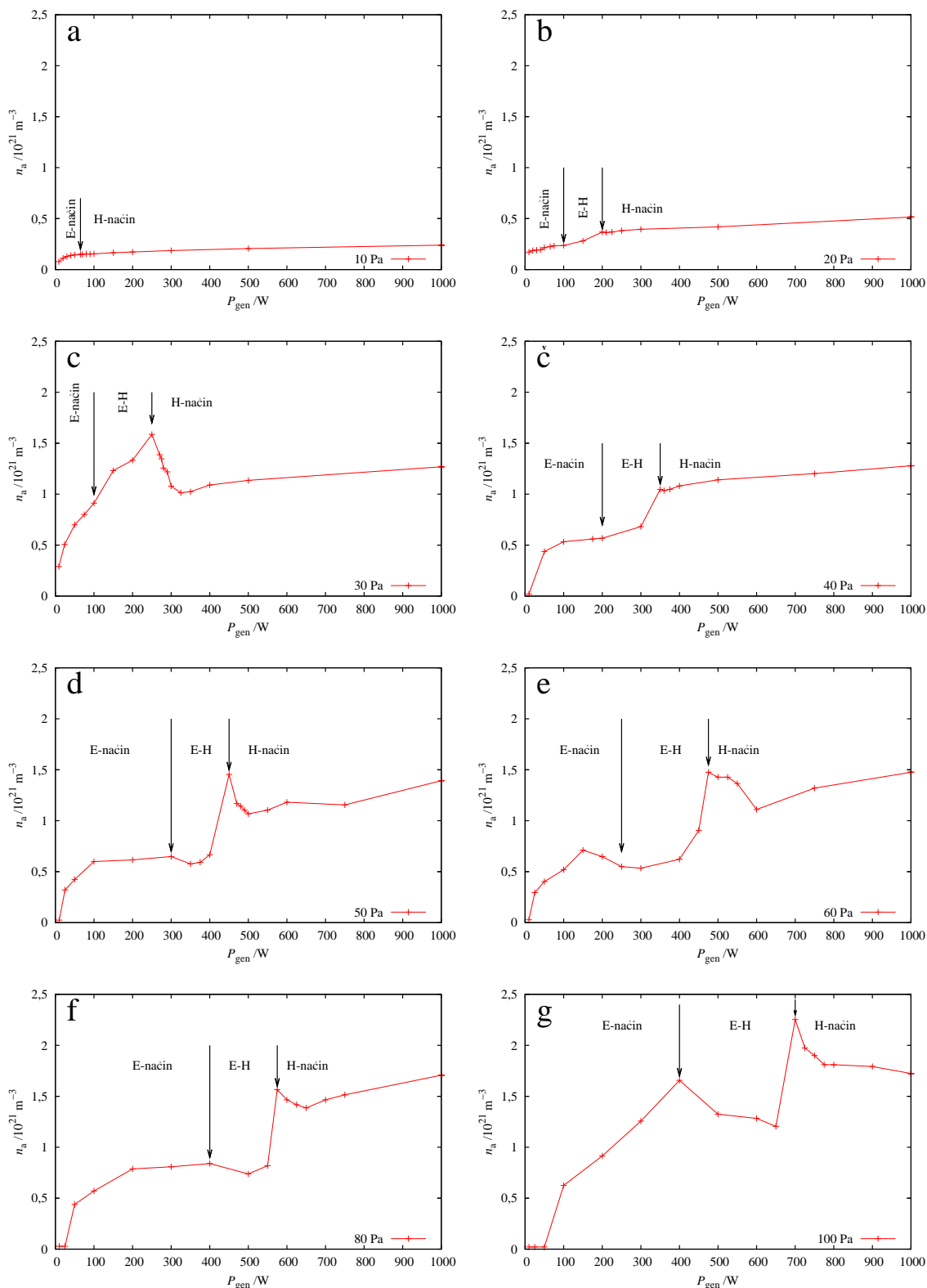
### 4.1.3 Gostota atomov

Gostoto nevtralnih kisikovih atomov smo izračunali po enačbi (3.7). Podatki o uporabljeni sondi so zbrani v tabeli 2, disociacijska energija za kisik je  $W_D = 5,12$  eV. Za izračun gostote nam manjka le še termična hitrost kisikovih atomov, ki jo izračunamo po enačbi (2.26), in znaša  $v = 630$  m/s.

Iz omenjenih podatkov in minimalnih odvodov, dobljenih iz maksimalne temperature katalitične sonde, vnesene v najbolj prilagajoče se funkcije  $-dT/dt(T)$ , dobimo gostote nevtralnih kisikovih atomov.

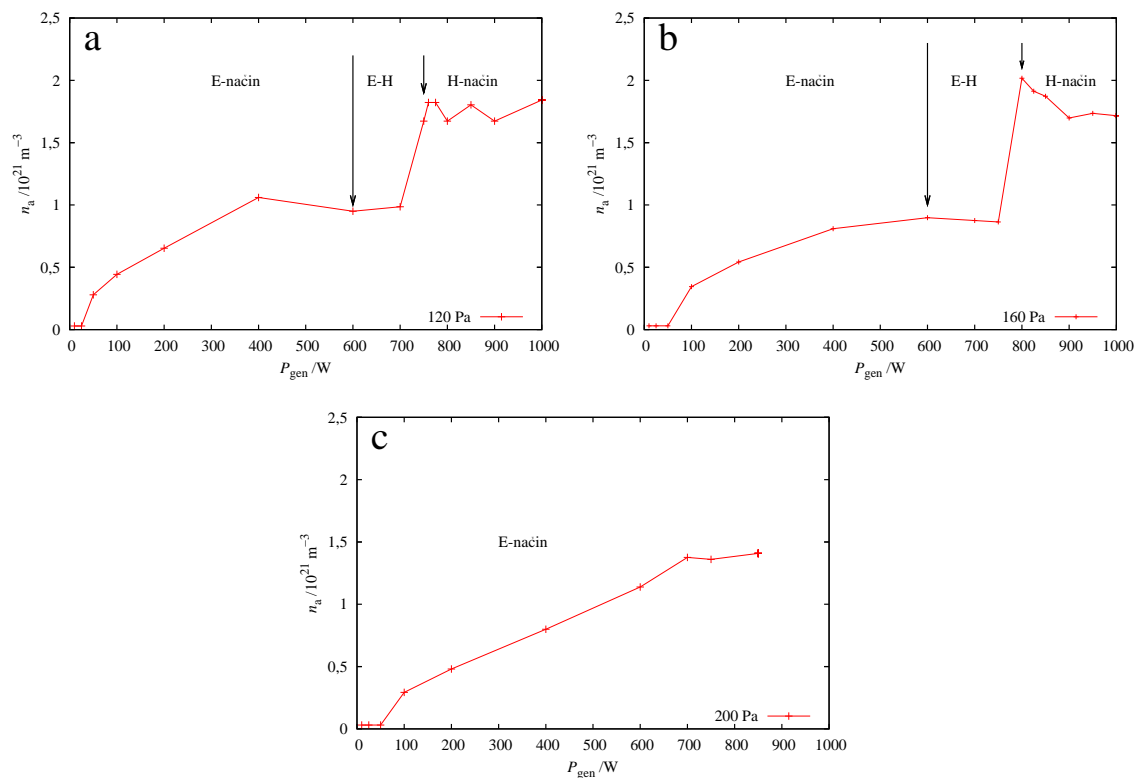
Na slikah 36 in 37 so predstavljene gostote nevtralnih kisikovih atomov v odvisnosti od moči radiofrekvenčnega generatorja za različne tlake.

Na grafih gostote nevtralnih kisikovih atomov v odvisnosti od moči radiofrekvenčnega generatorja najprej opazimo velik skok v gostoti nevtralnih kisikovih atomov, ko plazma preide v H-način, z izjemo pri 10 Pa in 20 Pa. V E-načinu se gostota atomov počasi večja z večanjem generatorske moči, dokler ne doseže neke konstantne vrednosti. Gostote, izmerjene pri pogojih, ko plazma niha med E- in H-načinom, so nezanesljive. Takoj ko plazmo vzbujamo z dovolj veliko močjo in se vžge H-način, pa se gostota kisikovih atomov močno poveča. V nekaterih primerih tudi za več kot 100 %. Če vzbujevalno moč še nekoliko povečamo, se gostota atomov zmanjša do nekega lokalnega minimuma, potem pa se z na-



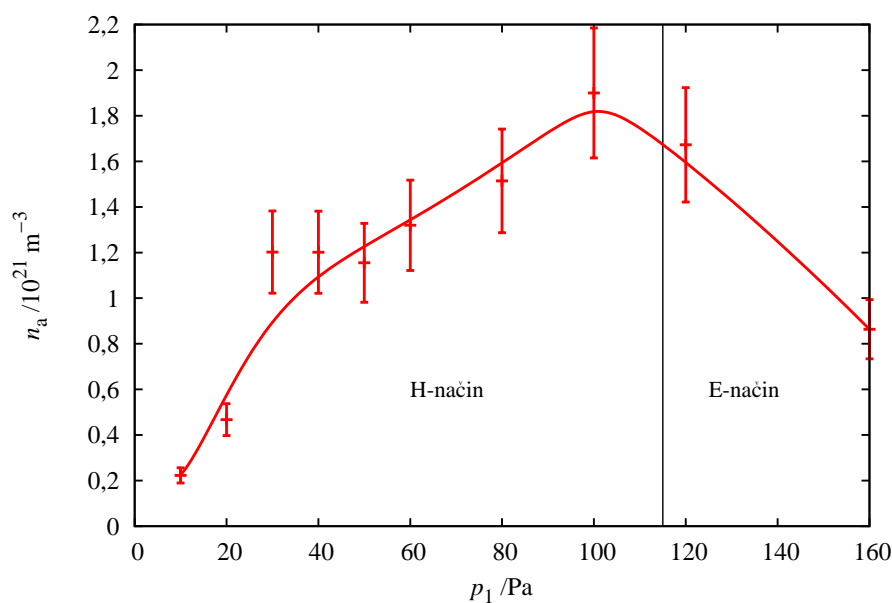
Slika 36: Gostota nevtrálnih atomov kisika v odvisnosti od moči radiofrekvenčnega generatorja za tlake 10 Pa (a), 20 Pa (b), 30 Pa (c), 40 Pa (č), 50 Pa (d), 60 Pa (e), 80 Pa (f) in 100 Pa (g)

daljnjim povečevanjem moči vzbujanja gostota počasi začne povečevati. Enako gostoto atomov kot je pri prehodu v H-način, ponovno dosežemo šele pri mnogo večjih vzbujevalnih močeh. Razlog za ta padec v H-načinu najverjetneje tiči v segrevanju razelektrivne



Slika 37: Gostota nevtralnih atomov kisika v odvisnosti od moči radiofrekvenčnega generatorja za tlake 120 Pa (a), 160 Pa (b) in 200 Pa (c)

cevi. V H-načinu se namreč razelektritvena cev v območju tuljave, zaradi velikega števila rekombinacij in nevtralizacij, zelo segreva. Segreva se veliko bolj kot v E-načinu, zato je potrebno ta del cevi dodatno hladiti (slika 13). Ker je rekombinacijski koeficient stekla večji pri večjih temperaturah, se več atomov rekombinira na steklu na poti do mesta, kjer smo merili s katalitično sondo.

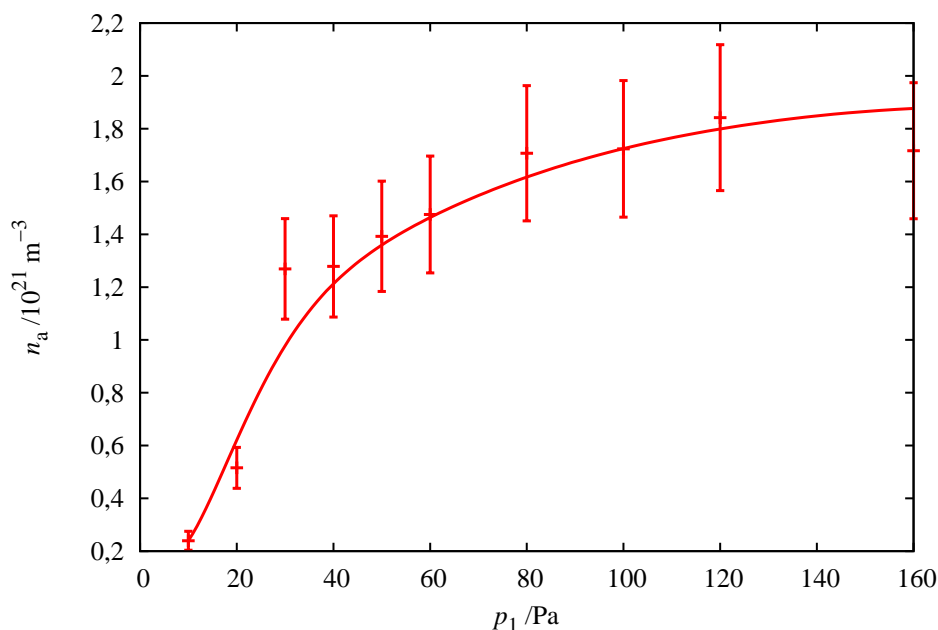


Slika 38: Gostota nevtralnih kisikovih atomov v odvisnosti od tlaka pri  $P_{\text{gen}} = 750 \text{ W}$

Ogledali smo si tudi, kako se gostota nevtralnih kisikovih atomov pri konstantni moči radiofrekvenčnega generatorja spreminja v odvisnosti od tlaka. Ugotovili smo, da taka predstavitev gostote nevtralnih kisikovih atomov ni vedno smiselna.

Poglejmo si primer ko je moč radiofrekvenčnega generatorja 750 W (slika 38). Maksimum gostote nevtralnih kisikovih atomov pri tlaku 100 Pa je v tem primeru le posledica dejstva, da je plazma pri tlakih do 100 Pa v H-načinu delovanja, medtem ko je pri večjih tlakih plazma še v E-načinu, oziroma oscilira med E- in H-načinom delovanja.

Predstavitev gostote nevtralnih atomov kisika v odvisnosti od tlaka je smiselna le v primeru, ko je pri neki moči generatorja pri vseh tlakih enak način delovanja. Pri naših meritvah se je to zgodilo le, ko smo imeli moč radiofrekvenčnega generatorja nastavljeno na 1000 W (slika 39). V tem primeru je bila plazma pri vseh tlakih do 160 Pa v H-načinu delovanja.



Slika 39: Gostota nevtralnih kisikovih atomov v odvisnosti od tlaka pri  $P_{\text{gen}} = 1000 \text{ W}$

Gostote nevtralnih atomov kisika se v H-načinu pri enaki moči radiofrekvenčnega generatorja večajo s tlakom. Pri večjih tlakih je namreč na voljo več kisikovih molekul, ki se lahko disociirajo v razelektritvi. Najprej se gostota nevtralnih kisikovih atomov večja zelo hitro, saj se pri manjših tlakih v razelektritvenem delu vse molekule disociirajo in se gostota nevtralnih kisikovih atomov linearno večja z gostoto kisikovih molekul pred razelektritvijo. Pri večjih tlakih se naklon večanja gostote nevtralnih kisikovih atomov v odvisnosti od tlaka zmanjša. Iz oblike krivulje lahko sklepamo, da pri večjih tlakih pride do saturacije: gostota nevtralnih kisikovih atomov je nad določenim tlakom konstantna. Očitno določena moč lahko disociira le določeno število kisikovih molekul.

#### 4.1.4 Stopnja disociacije

Ko je gostota nevtralnih kisikovih atomov določena, lahko izračunamo stopnjo disociacije:

$$\eta = \frac{n_{\text{O}}}{2 \cdot n_{\text{O}_2}^0}, \quad (4.4)$$

kjer je  $n_{\text{O}_2}^0$  gostota kisikovih molekul pred vklopom razelektritve, ki jo izračunamo iz splošne plinske enačbe:

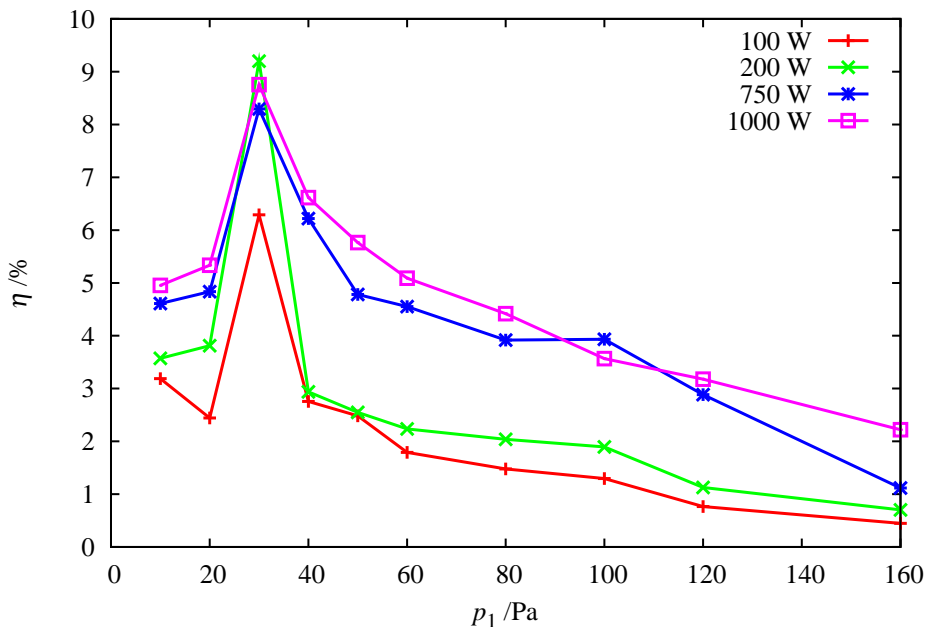
$$p_{\text{O}_2}^0 = n_{\text{O}_2}^0 \cdot k \cdot T, \quad (4.5)$$

kjer je  $k$  Boltzmannova konstanta,  $T$  temperatura plina, ki je v našem primeru kar sobna temperatura  $T_0$ , in  $p_{\text{O}_2}^0$  tlak kisika pred vklopom razelektritve.

Ko gostoto kisikovih molekul  $n_{\text{O}_2}^0$  izračunamo iz splošne plinske enačbe (4.5) vstavimo v izraz (4.4), dobimo končno enačbo za izračun stopnje disociacije:

$$\eta = \frac{n_{\text{O}} \cdot k \cdot T_0}{2 \cdot p_{\text{O}_2}^0}. \quad (4.6)$$

Na sliki 40 je predstavljena stopnja disociacije v odvisnosti od tlaka v razelektritveni cevi za različne moči radiofrekvenčnega generatorja. V okolici katalitične sonde je stopnja disociacije približno  $\approx 5\%$ .



Slika 40: Stopnja disociacije v odvisnosti od tlaka v razelektritveni cevi za različne moči radiofrekvenčnega generatorja

Velik skok v stopnji disociacije pri tlaku 30 Pa je zelo verjetno posledica hladnega plazemskega sistema. To meritev smo namreč naredili prvo, ko je bil plazemski sistem še hladen. Čeprav so pri močeh 200 W in 750 W plazme pri različnih tlakih v različnih načinih, se to pri krivulji stopnje disociacije ne pozna toliko kot pri gostoti atomov kisika. Oblika krivulj je skoraj za vse moči vzbujanja enaka.

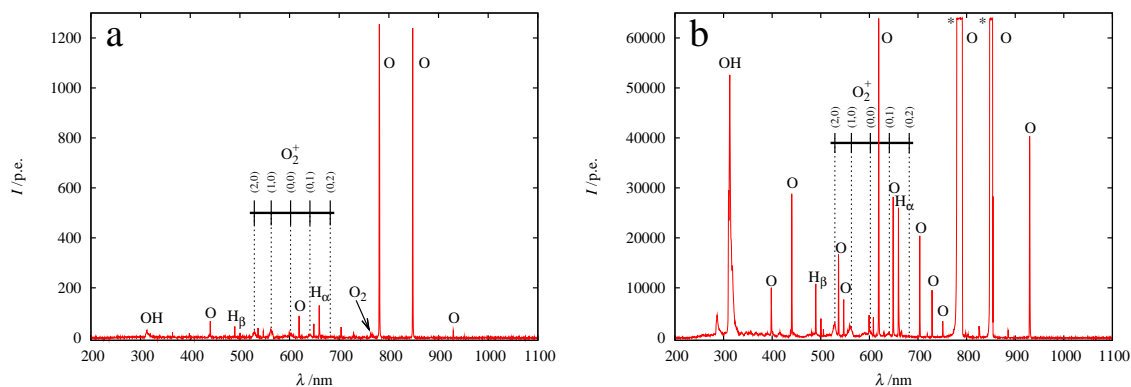
#### 4.1.5 E- in H-način

Videli smo, da se poleg očitne na oko vidne razlike v svetilnosti plazme med prehodi iz E- v H-način spremeni tudi gostota nevtralnih kisikovih atomov. Razliko med E- in H-načinom smo preverili tudi z optično emisijsko spektroskopijo.

Na sliki 41 sta prikazana spekter kisikove plazme v E-načinu in v H-načinu. Razlika v svetilnosti je očitna. Če primerjamo višine vrhov emisijskih črt vzbujenih kisikovih atomov

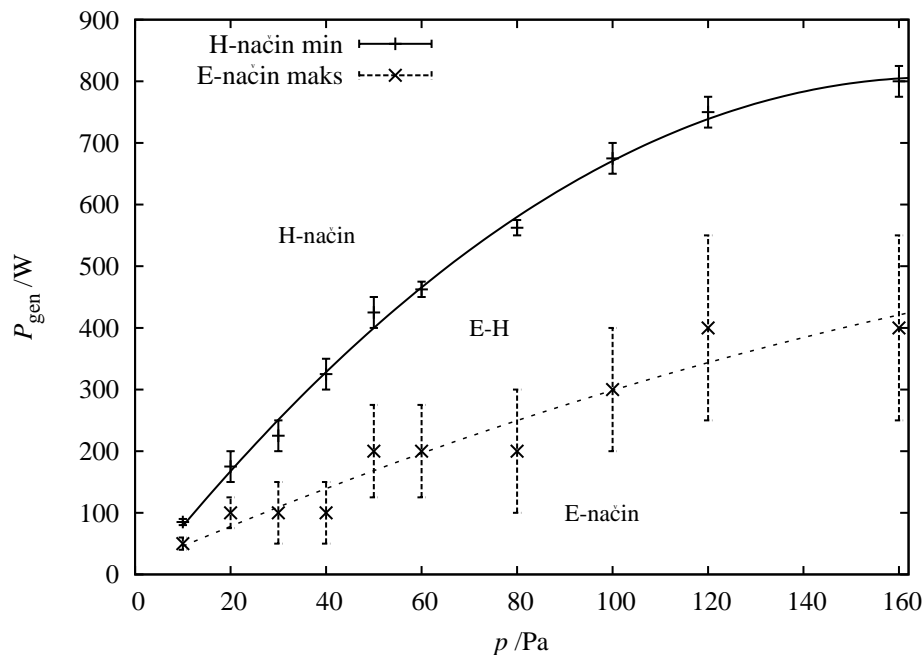
v obeh načinih, dobimo približni faktor razmerja okoli 1000. To pomeni, da je intenziteta svetlobe, ki jo izseva plazma v H-načinu, za tri magnitode večja od svetlobe, ki jo izseva v E-načinu.

Iz spektrov poleg razlike o intenziteti svetlobe med E- in H-načinom izvemo nekaj tudi o delcih, ki so prisotni v plazmi.



Slika 41: Spekter kisikove plazme v E- (a) in H-načinu razelektritve (b); z zvezdico so označene emisijske črte v saturaciji

Na spektrih kisikove plazme, ko je ta v E-načinu delovanja, poleg emisijskih črt vzbujenih kisikovih atomov opazimo emisijske črte kisikovih molekul. Pri valovni dolžini 760 nm opazimo tako imenovan Atmosferski spektralni pas. Prisotnost tega pasu nam pove, da kisikove molekule niso v celoti disociirane, ampak jih je nekaj le vzbujenih v višjih energetskih stanjih. Nekaj kisikovih molekul pa je le ioniziranih, kar izvemo iz prisotnosti spektralnih pasov ioniziranih kisikovih molekul.



Slika 42: Graf mejnih moči, pri katerih se spreminja način razelektritve plazme, v odvisnosti od tlaka

V H-načinu tudi pri največjih integracijskih časih nismo opazili emisijskih črt kisikovih molekul. Na emisijskih spektrih H-načina kisikove plazme poleg emisijskih črt atomarnega

kisika opazimo le še emisijske črte ionov kisikovih molekul. Ker pa je intenziteta teh spektralnih pasov zelo majhna v primerjavi z intenzitetami emisijskih črt vzbujenih kisikovih atomov, lahko rečemo, da je v območju razelektritve v H-načinu skoraj 100 % disociacija kisikovih molekul.

Oglejmo si, pri katerih razelektritvenih parametrih (moč generatorja in tlak v razelektritveni komori) smo dobili E-način in pri katerih H-način. Na sliki 42 vidimo dve krivulji. Spodnja predstavlja maksimalno moč, pri kateri je plazma še v E-načinu. Če želimo imeti na našem majem plazemskem sistemu plazmo v E-načinu delovanja, potem moramo izbrati vrednosti razelektritvenih parametrov tako, da ti ležijo pod to krivuljo.

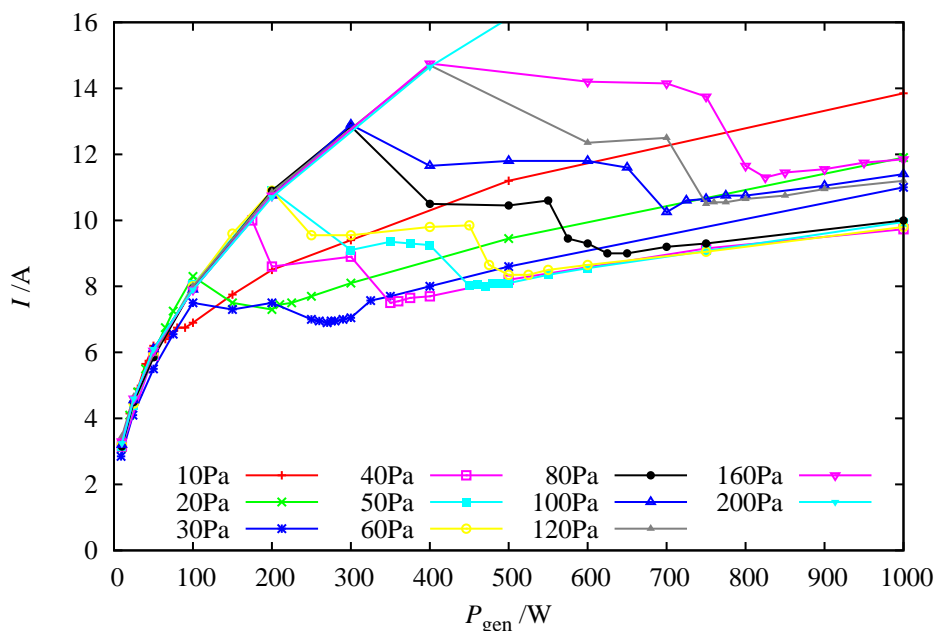
Zgornja krivulja na sliki 42 predstavlja minimalno moč radiofrekvenčnega generatorja v odvisnosti od tlaka v razelektritveni cevi, pri kateri se plazma že vžge v H-načinu. Če želimo imeti na našem majem plazemskem sistemu plazmo v H-načinu delovanja, potem moramo izbrati vrednosti razelektritvenih parametrov tako, da ti ležijo nad zgornjo krivuljo.

Območje med tema dvema krivuljama predstavlja vrednosti razelektritvenih parametrov, pri katerih plazma niha med E- in H-načinom.

#### 4.1.6 Električni tok

Istočasno z meritvami katalitične sonde smo merili tudi električne parametre plazemskega sistema. Merili smo tok in napetost na bakreni vzbujevalni tuljavi, s katero smo induktivno vzbujali plazmo.

Na sliki 43 so prikazane meritve efektivnega električnega toka (RMS – Root Mean Square), ki teče skozi vzbujevalno tuljavo, v odvisnosti od moči radiofrekvenčnega generatorja. Dobro je vidna podobnost krivulj pri različnih tlakih. Nekoliko odstopajo le meritve pri nižjih tlakih (10 Pa, 20 Pa).



Slika 43: Električni tok, ki teče skozi vzbujevalno tuljavo, v odvisnosti od moči generatorja, tlak je parameter

Tok skozi tuljavo se v E-načinu za vse tlake spreminja enako z večanjem moči generatorja. To se dobro vidi, saj so izmerjene točke za vse tlake na isti krivulji. Iz tega sledi, da

je impedanca plazme  $Z_{pl}$ , ko je ta v E-načinu, neodvisna od tlaka v razelektritveni cevi.

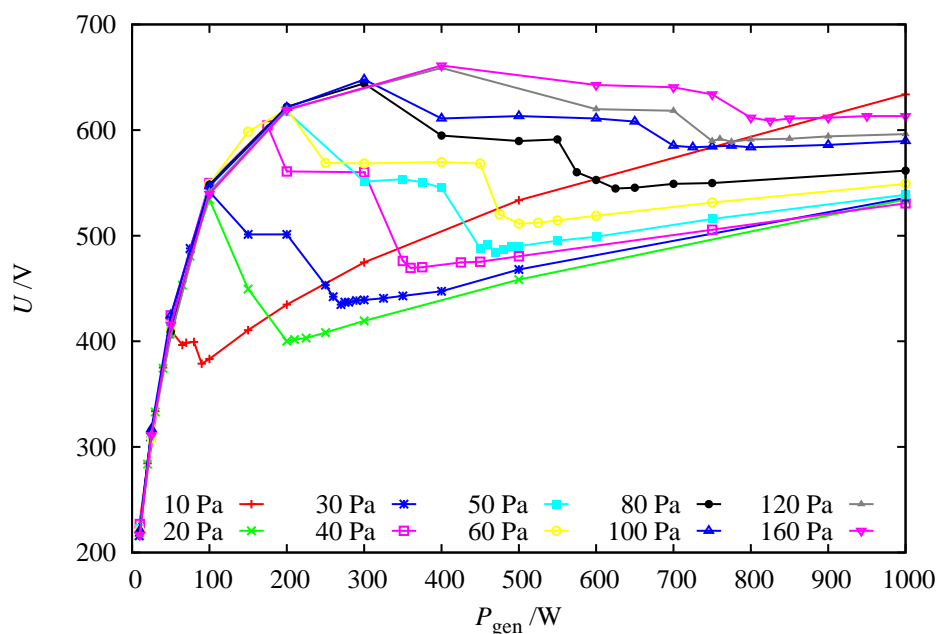
Ko plazma začne prehajati v H-način in se izmenjavata E- in H-način, tok nekoliko pade in se ustali. Te meritve so nezanesljive, saj v tem območju amplituda efektivnega električnega toka niha med dvema vrednostma. Na grafih so v tem območju prikazane povprečne vrednosti, ki smo jo zajeli z osciloskopom.

Ko je moč generatorja dovolj velika, se vzbudi H-način. Takrat tok nekoliko pade in doseže lokalni minimum. Z nadaljnjim večanjem moči generatorja pa tok zopet začne počasi naraščati (slika 43). Izmerjene vrednosti toka v H-načinu za različne tlake ne ležijo na isti krivulji, kar pomeni da se impedanca plazme  $Z_{pl}$ , ko je ta v H-načinu, spreminja s tlakom.

Do enakih zaključkov smo prišli tudi v poglavju o moči 4.1.1.

#### 4.1.7 Električna napetost

Poleg električnega toka, ki teče skozi vzbujevalno tuljavo, smo merili tudi efektivno napetost (RMS) med obema priključkoma tuljave. Enako kot pri toku je tudi pri grafih napetosti v odvisnosti od moči radiofrekvenčnega generatorja dobro vidna podobnost obnašanja napetosti na tuljavi pri različnih tlakih. Iz slike 44 je razvidno, da izmerjene vrednosti napetosti na tuljavi v odvisnosti od moči generatorja v E-načinu ležijo na isti krivulji za vse tlake. Ko se začneta izmenjevati E- in H-način, napetost nekoliko pade, a se ustali. Enako kot pri toku so v tem območju izmerjene vrednosti nezanesljive, saj je amplituda efektivne napetosti nihala med dvema vrednostima, zato smo te vrednosti povprečili z osciloskopom. Ko je moč generatorja dovolj velika, da se vžge H-način, pa napetost na tuljavi pade in doseže lokalni minimum. Z nadaljnjim večanjem moči generatorja se napetosti tudi počasi večajo.



Slika 44: Električna napetost med priključkoma vzbujevalne tuljave v odvisnosti od moči generatorja, tlak je parameter

Ker je v E-načinu oziroma, ko prevladuje kapacitivni del sklopitve, bolj kot napetost med priključkoma tuljave pomembna napetost med prirobnico in tuljavo, smo pomerili, za koliko se razlikujejo napetosti med priključki vzbujevalne tuljave in med priključkom z

visoko napetostjo in bližnjo KF-prirobnico. Zato smo pri dveh tlakih (10 Pa in 20 Pa) pomerili tudi razliko teh napetosti. Pri enakih vzbujevalnih pogojih (vzbujevalna moč  $P_{\text{gen}}$  in tlak  $p$ ) smo merili tri različne napetosti. S prvo pozicijo visokonapetostne sonde smo merili napetost ( $U_{v-h}$ ) med priključkom z visoko napetostjo (vroč) in priključkom priključenim na zemljo (hladen), z drugo pozicijo sonde smo merili napetost ( $U_{v-k}$ ) med priključkom z visoko napetostjo (vroč) in bližnjo KF-prirobnico, s tretjo pozicijo sonde pa smo merili napetost ( $U_{h-k}$ ) med hladnim priključkom in isto KF-prirobnico. Meritve efektivnih napetosti (RMS) so prikazane v tabeli 4.

Tabela 4: Električne napetosti na vzbujevalni tuljavi ( $U_{v-h}$ ), med vročim priključkom in KF-prirobnico ( $U_{v-k}$ ) ter med hladnim priključkom in KF-prirobnico ( $U_{h-k}$ ), pri tlaku 10 Pa in 20 Pa

$P_{\text{gen}} / \text{W}$	pozicija 1		pozicija 2		pozicija 3		način
	$P_{\text{ref}} / \text{W}$	$U_{v-h} / \text{V}$	$P_{\text{ref}} / \text{W}$	$U_{v-k} / \text{V}$	$P_{\text{ref}} / \text{W}$	$U_{h-k} / \text{V}$	
10 Pa							
20	18	272,7	18	277,1	18	9,6	E
50	45	394,3	44	397,6	41	11,4	E
100	85	518,8	84	526,1	E-H	E-H	E
200	2	451,0	3	460,6	6	18,4	H
500	51	548,7	46	548,9	60	37,6	H
20 Pa							
20	19	275,6	19	281,5	18	10,3	E
50	47	400,9	47	407,1	45	14,5	E
100	88	527,3	86	528,1	82	16,0	E
200	5	463,3	5	458,3	4	19,9	H
500	35	530,6	32	529,6	43	30,2	H
1000	205	637,1	197	634,9	217	41,9	H

Kot je razvidno iz tabele, se napetosti  $U_{v-h}$  in  $U_{v-k}$  ne razlikujeta veliko, zato lahko rečemo, da so meritve napetosti na tuljavi ustrezne tudi za primere, ko je plazma v E-načinu. Električna potenciala na hladnem priključku tuljave in na prirobnici sta skoraj enaka. Napetost med njima je le nekaj voltov.

Majhne razlike v reflektirani moči  $P_{\text{ref}}$  in tudi v napetosti so posledica kapacitivnosti napetostne sonde, ki znaša  $C_s = 3$  pF. Ker sondo različno vežemo, s tem spremenimo tudi uskladitveni člen in posledično reflektirano moč in električno vzbujevalno napetost.

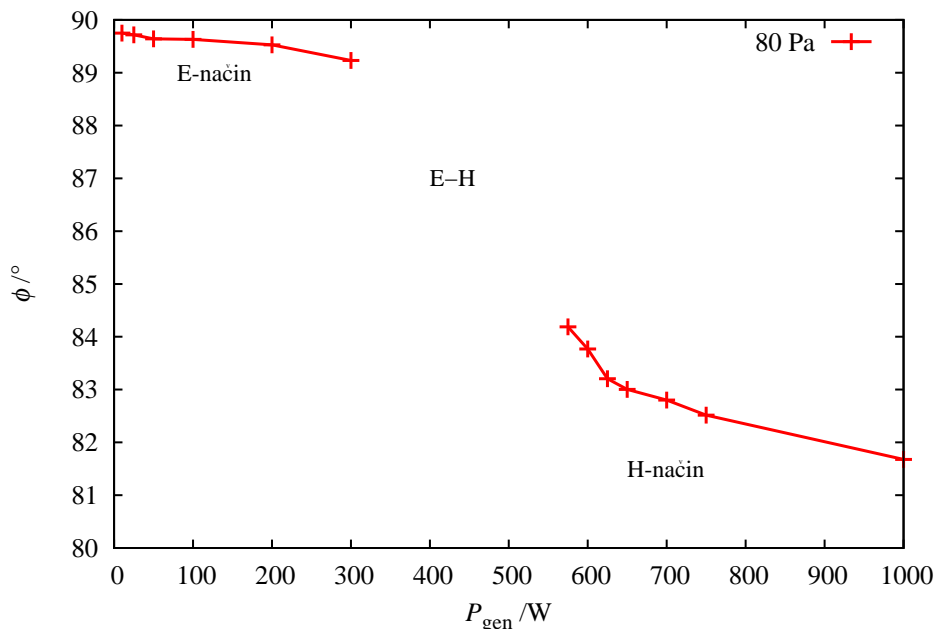
#### 4.1.8 Impedanca plazme

Ko imamo izmerjeno električno napetost na vzbujevalni tuljavi in električni tok, ki teče skozi tuljavo, lahko z njima izračunamo, koliko moči se res porabi za vzbujevanje plazme  $P_{\text{pl}}$ . Vendar za to potrebujemo tudi fazni zamik med njunima sinusoidama:

$$P_{\text{pl}} = U \cdot I \cdot \cos \phi. \quad (4.7)$$

Faznega zamika, ki naj bi bil blizu  $90^\circ$  [64], nam ni uspelo izmeriti. Tudi v omenjenem članku raziskovalci niso uspeli izmeriti faznega zamika med napetostjo in tokom. Fazni kot so namreč izračunali iz izmerjene napetosti, toka in plazemske moči  $P_{\text{pl}}$ . Dobili so kote nad  $89^\circ$  tako v E- kot tudi v H-načinu.

Enake izračune smo naredili tudi mi. V E-načinu smo dobili vrednosti nad  $89^\circ$ , v H-načinu pa so izračunani fazni zamiki nekoliko manjši, okoli  $83^\circ$ . Na sliki 45 so predstavljeni izračunani fazni zamiki med električno napetostjo na vzbujevalni tuljavi in električnim tokom v odvisnosti od moči visokofrekvenčnega generatorja za tlak 80 Pa. Za druge tlake so vrednosti  $\phi$ -ja povsem enake, le da so točke premaknjene v  $x$  smeri.



Slika 45: Izračunani fazni zamik med napetostjo in tokom v odvisnosti od moči visokofrekvenčnega generatorja za tlak 80 Pa

Iz izmerjenih vrednosti napetosti na vzbujevalni tuljavi in električnega toka, ki teče skozi tuljavo, lahko izračunamo tudi impedanco plazme  $Z_{pl}$ . Povezavo med napetostjo, tokom in impedanco opisuje Ohmov zakon:

$$U = Z_{pl} \cdot I = I \cdot |Z_{pl}| \cdot e^{i\phi}, \quad (4.8)$$

kjer eksponentni člen predstavlja fazni zamik toka za napetostjo.

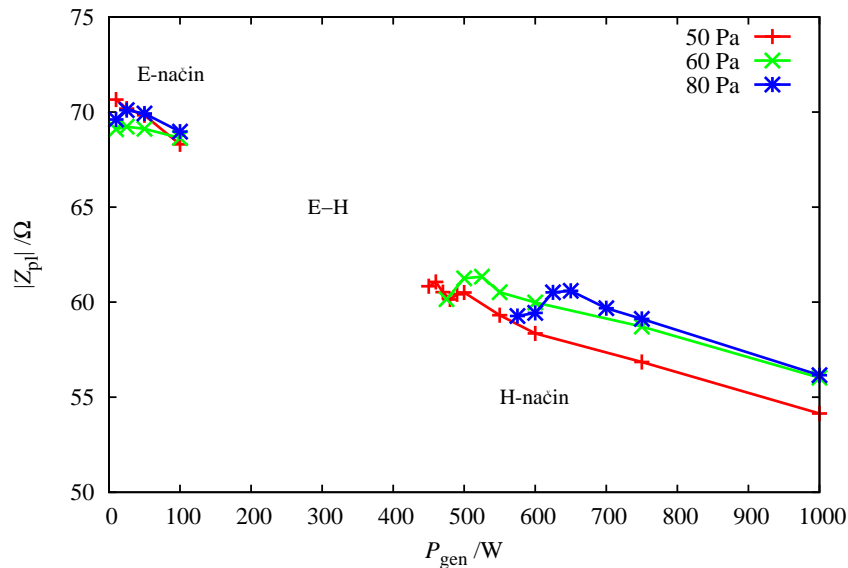
Ker nam faznega zamika ni uspelo pomeriti, lahko iz izmerjenih podatkov izračunamo le absolutno vrednost impedance plazme:

$$|Z_{pl}| = \frac{U}{I}. \quad (4.9)$$

Na sliki 46 je prikazana absolutna impedanca plazme za nekaj tlakov. Vidimo, da je impedanca plazme, ko je ta v E-načinu, res enaka ali zelo podobna za vse tlake. Vrednost absolutne impedance plazme v E-načinu je za naš eksperiment okoli  $70 \Omega$ . Če uporabimo izračunane vrednosti faznega zamika, ki v E-načinu znašajo nad  $89^\circ$  (slika 45), lahko izračunamo upornost plazme  $R_{pl}$  in reaktanco  $X_{pl}$ , kjer je všteta tudi reaktanca vzbujevalne tuljave, ki v našem primeru na majem plazemskem sistemu znaša  $X_L = \omega L = 2 \cdot \pi \cdot 13,56 \text{ MHz} \cdot 0,7 \mu\text{H} = 60 \Omega$ . Pri izračunu impedance plazme uporabimo Eulerjevo formulo:

$$Z_{pl} = |Z_{pl}| \cdot e^{i\phi} = |Z_{pl}| \cos \phi + i|Z_{pl}| \sin \phi = R_{pl} + iX_{pl}. \quad (4.10)$$

Izračunana impedanca plazme v E-načinu je približno  $Z_{pl} = 1,2 \Omega + 69,9 \Omega$ .



Slika 46: Absolutna vrednost impedanca plazme  $|Z_{pl}|$  v odvisnosti od vzbujevalne moči visokofrekvenčnega generatorja pri tlakih 50 Pa, 60 Pa in 80 Pa

Na grafu ni narisanih točk impedanca plazme, ko ta niha med E- in H-načinom. V tem območju je namreč ta izračun nesmiseln.

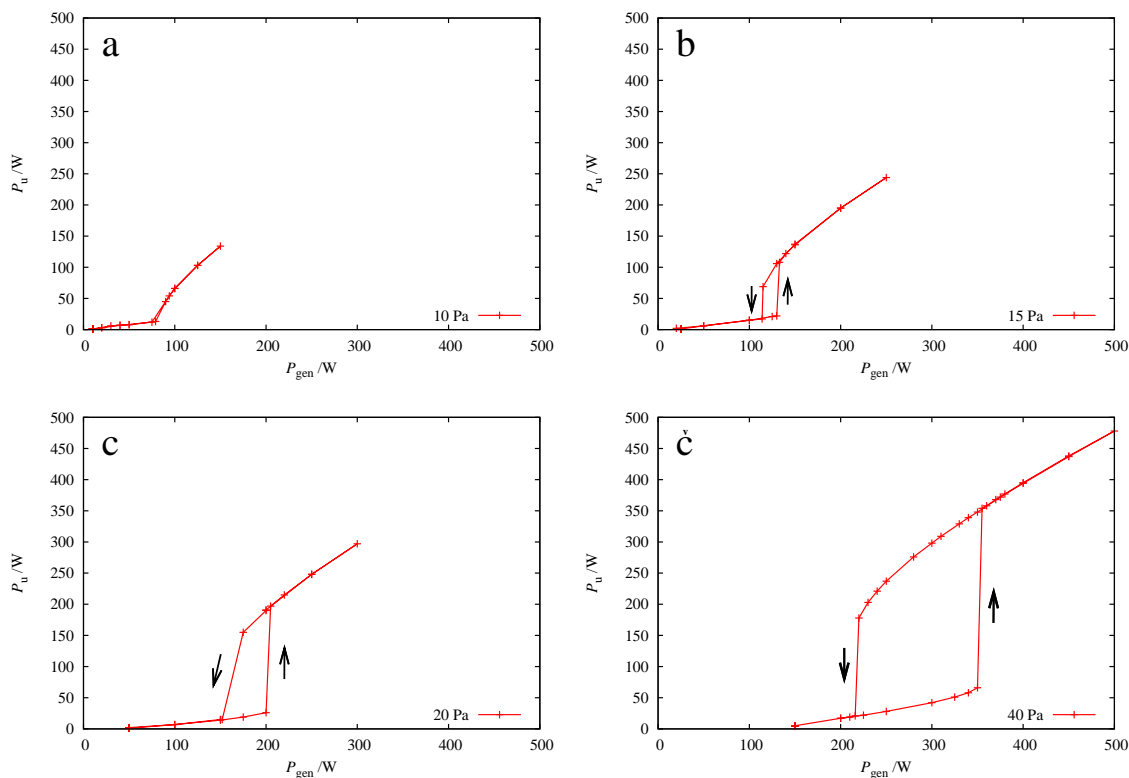
Ko je plazma v H-načinu, pa se absolutna vrednost impedanca razlikuje v odvisnosti od tlaka v razelektritveni cevi. Vrednosti absolutne impedanca plazme so v H-načinu manjše kot v E-načinu in se za naš eksperiment gibljejo okoli 60  $\Omega$ . Z zgornjim računom in izračunanim faznim zamikom v H-načinu, ki znaša okoli  $83^\circ$ , dobimo približno impedanco plazme v H-načinu:  $Z_{pl} = 7,3 \Omega + 59,5 \Omega$ .

#### 4.1.9 Histereza v prehodu iz E- v H-način

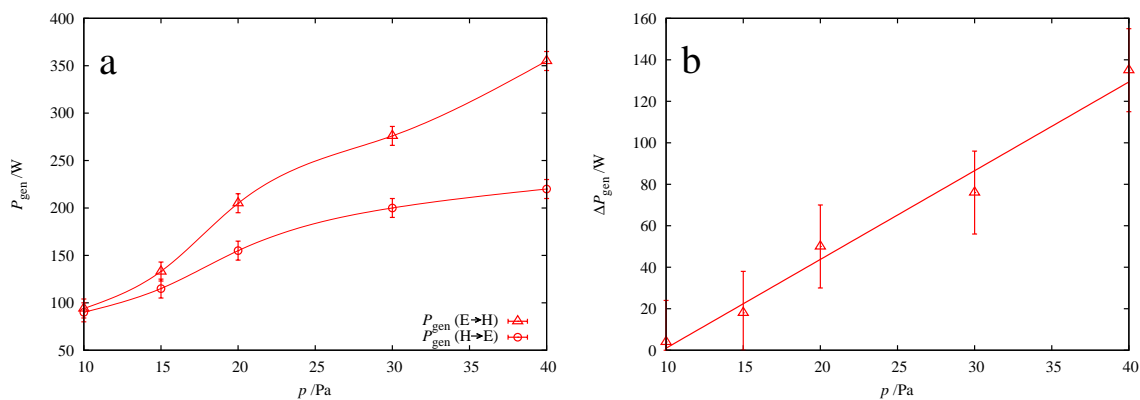
Poleg že opisanih meritev in rezultatov smo na malem plazemskem sistemu merili tudi temperaturo katalitične sonde, reflektirano moč, električni tok in električno napetost na vzbujevalni tuljavi pri neprestanem vzbujujanju in večanju moči radiofrekvenčnega generatorja. Meritve smo naredili pri tlakih 10 Pa, 15 Pa, 20 Pa in 40 Pa.

Pri nekem tlaku smo nastavili takšno začetno moč, da je bila plazma v E-načinu. Postopoma smo večali vzbujevalno moč, ne da bi med tem radiofrekvenčno moč izklopili. Ko je plazma prešla v H-način, smo naredili še nekaj meritev v H-načinu, potem pa smo moč postopoma začeli manjšati, zopet ne da bi vmes izklopili vzbujujanja. Moč vzbujujanja smo manjšali po enakih korakih, kot smo jo večali. Že med meritvami smo opazili, da se prehod iz E- v H-način in iz H- v E-način ne zgodi pri isti moči radiofrekvenčnega generatorja. Razlika med tema dvema močema pa se veča z večanjem tlaka.

Na slikah 47–50 so predstavljeni rezultati teh meritev. Krivulje na sliki 47 predstavljajo uporabno moč ( $P_u = P_{gen} - P_{ref}$ ) v odvisnosti od vzbujevalne moči generatorja. Razkrijejo nam očitno histerezo obnašanje plazme. Kot smo že prej omenili, je prehod iz H- v E-način pri manjši vzbujevalni moči kot iz E- v H-način. Pri tlaku 10 Pa je histereza komajda opazna, vendar je že pri 15 Pa izrazita. Z večanjem tlaka se prehodi E–H in H–E zgodijo pri večjih močeh generatorja, širina histereze pa se linearno veča, kar je predstavljeno na sliki 48.



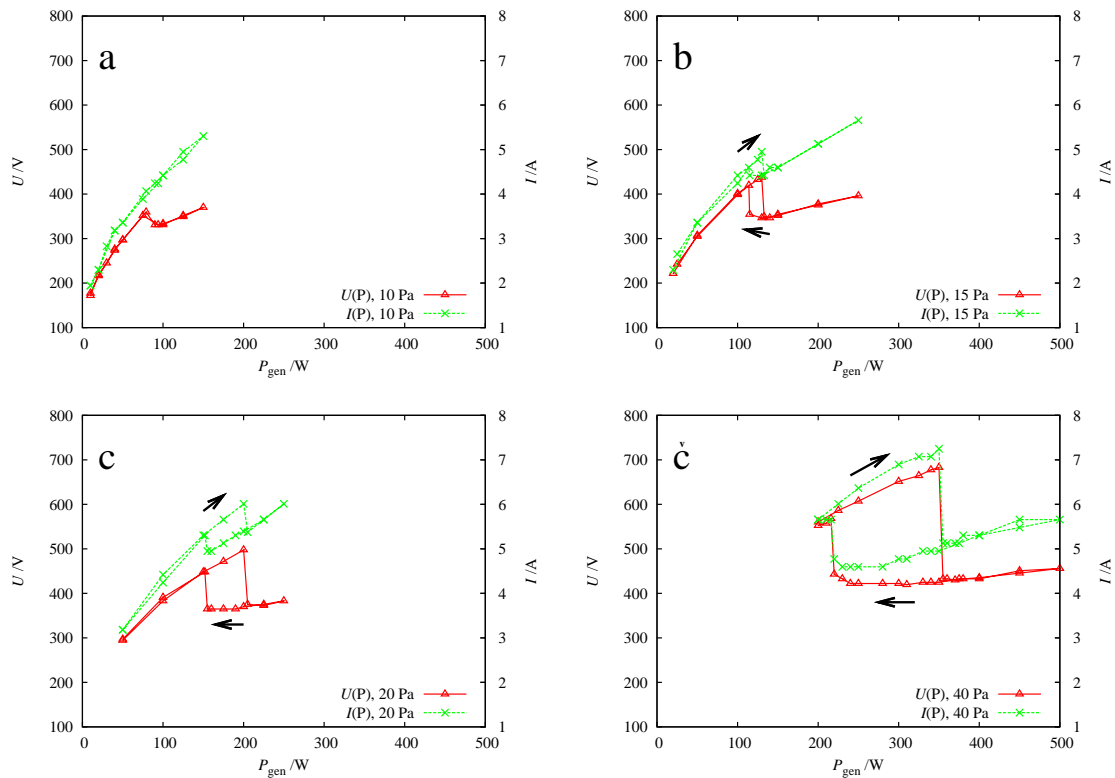
Slika 47: Histereza v uporabni moči  $P_u$  pri tlakah 10 Pa (a), 15 Pa (b), 20 Pa (c) in 40 Pa (č)



Slika 48: Moči visokofrekvenčnega generatorja (a), pri katerih se zgodijo prehodi (E–H in H–E) in širina histereze v odvisnosti od tlaka (b)

Histereze vidimo tudi na sliki 49, kjer so predstavljene meritve električne napetosti (rdeča) in električnega toka (zelena) na vzbujevalni tuljavi. Podobne meritve lahko najdemo v literaturi [58, 60, 64, 65], vendar so bile vse narejene v argonovi plazmi. Histereze v kisikovi plazmi v literaturi nismo našli.

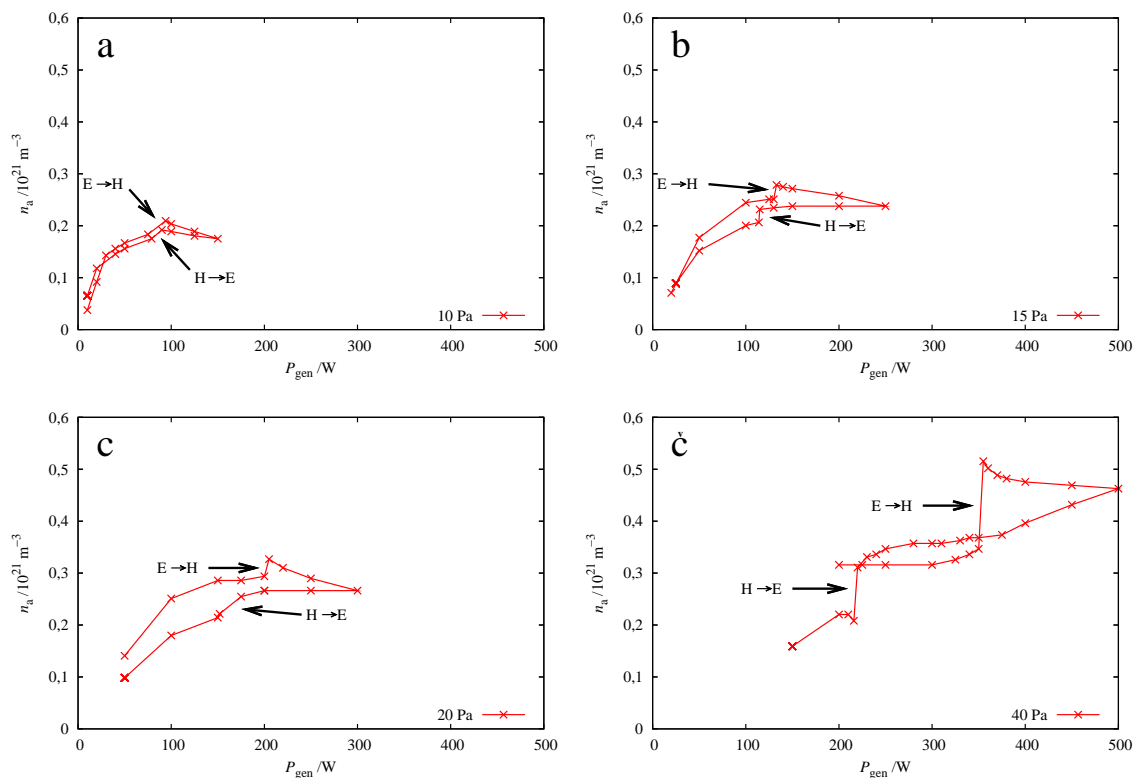
Histerezo obnašanje lahko opazimo tudi v gostoti nevtralnih kisikovih atomov (slika 50), česar ravno tako ne najdemo v literaturi. Gostota nevtralnih kisikovih atomov v E-načinu počasi narašča z večanjem moči generatorja. Pri prehodu iz E- v H-način gostota nevtralnih kisikovih atomov skokovito naraste. Z nadaljnjim večanjem vzbujevalne moči gostota atomov presenetljivo pada. Ko začnemo moč manjšati, se manjša tudi gostota nevtralnih kisikovih atomov, dokler ne pridemo do prehoda iz H- v E-način, kjer gostota skokovito pade.



Slika 49: Električna napetost na vzbujevalni tuljavi (rdeča) in električni tok (zelena), ki teče skozi tuljavo, v odvisnosti od vzbujevalne moči generatorja pri tlakih 10 Pa (a), 15 Pa (b), 20 Pa (c) in 40 Pa (č)

Najbolj nepričakovana je oblika krivulje po prehodu v H-način. Ker se z večanjem moči generatorja večja tudi uporabna moč oziroma plazemska moč, bi pričakovali večanje gostote nevtralnih kisikovih atomov z večanjem moči. Počasno manjšanje gostote lahko razložimo s termičnimi efekti. Razelektritveno cev v območju vzbujevalne tuljave dodatno hladimo s pihanjem zraka. Ko je razelektritev v E-načinu, se razelektritvena cev nič ne greje in ostane na sobni temperaturi. Ko pride do prehoda v H-način, pa se razelektritvena cev znotraj vzbujevalne tuljave zelo greje. Temperatura stekla se dvigne tudi do nekaj 100 K nad sobno temperaturo. S tem pa se povečajo tudi heterogene rekombinacije na površini stekla, kar se izraža z manjšanjem gostote nevtralnih kisikovih atomov kljub večanju moči.

Termični efekti so veliko počasnejši od sprememb plazemskih parametrov, saj ima razelektritvena cev kar precejšno toplotno kapaciteto. Tukaj moramo še enkrat omeniti, da smo eksperiment, kjer smo opazovali histerezo, izvedli sistematično od najnižje moči do najvišje in nazaj do najnižje z neprekinjenim vzburjanjem z radiofrekvenčnim generatorjem. Termični učinki so zanemarljivi le do prehoda iz E- v H-način. Pri višji temperaturi stekla se poveča število rekombinacij in ker je temperatura stekla, ko manjšamo moč, veliko večja kot ko smo moč večali, se gostota nevtralnih kisikovih atomov pri manjšanju moči razlikuje od tiste pri večanju moči. Če torej ne bi bilo prisotnih termičnih efektov, bi dobili bolj očitne histeretske krivulje.



Slika 50: Histereza v gostoti nevtralnih kisikovih atomov pri tlakih 10 Pa (a), 15 Pa (b), 20 Pa (c) in 40 Pa (č)

## 4.2 Veliki plazemski sistem

Na velikem plazemskem sistemu smo najprej primerjali dvojno vzbujevalno tuljavo z navadno. Nato smo izmerili črpalne hitrosti uporabljenih črpalk in vakuumsko prevodnost povezovalne cevi. Potem smo se lotili sistematičnega merjenja gostote nevtralnih kisikovih atomov v razelektritveni cevi in v porazelektritveni komori, ki je z razelektritveno cevjo povezana s približno 2 m dolgo stekleno povezovalno cevjo. S temi meritvami smo poskušali pokazati, kolikšen del nevtralnih kisikovih atomov se rekombinira na poti.

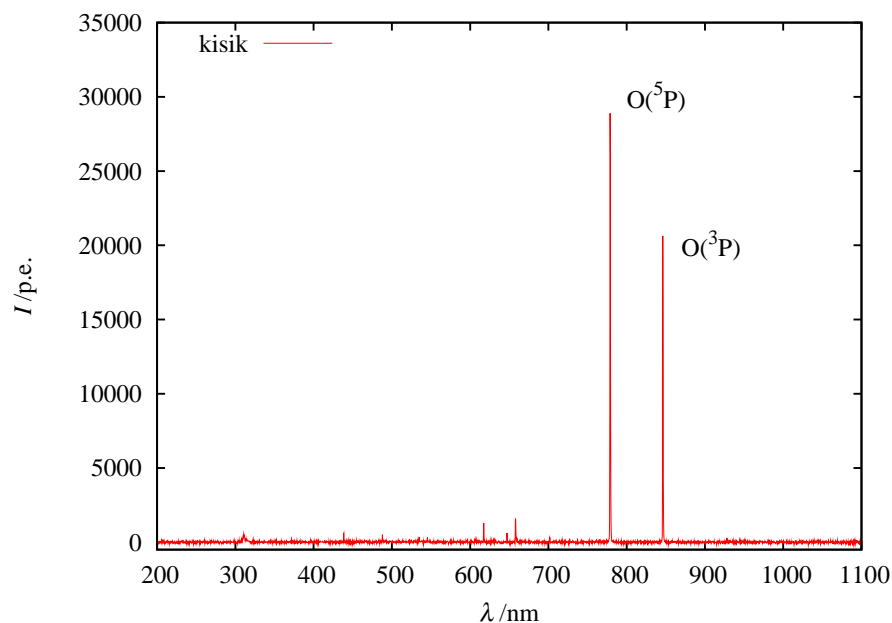
Gostote nevtralnih kisikovih atomov smo merili pri močeh generatorja od 0,3 kW do 5 kW in pri pretokih, ki smo jih spreminjali s krmilniki masnega pretoka, od 100 sccm do 2100 sccm. Najprej smo nastavili pretok, nato pa pri konstantnem pretoku spreminjali moč radiofrekvenčnega generatorja.

Izmerili smo tudi vpliv dodatka žlahtnega plina kisiku na gostoto nevtralnih kisikovih atomov. V plinski mešanici Ar+O<sub>2</sub> smo pri konstantnem tlaku spreminjali deleže plinov in z navadno katalitično sondo merili gostoto nevtralnih kisikovih atomov.

Med merjenji smo tudi izpopolnili postopek merjenja karakteristike kisikove plazme s katalitičnimi sondami.

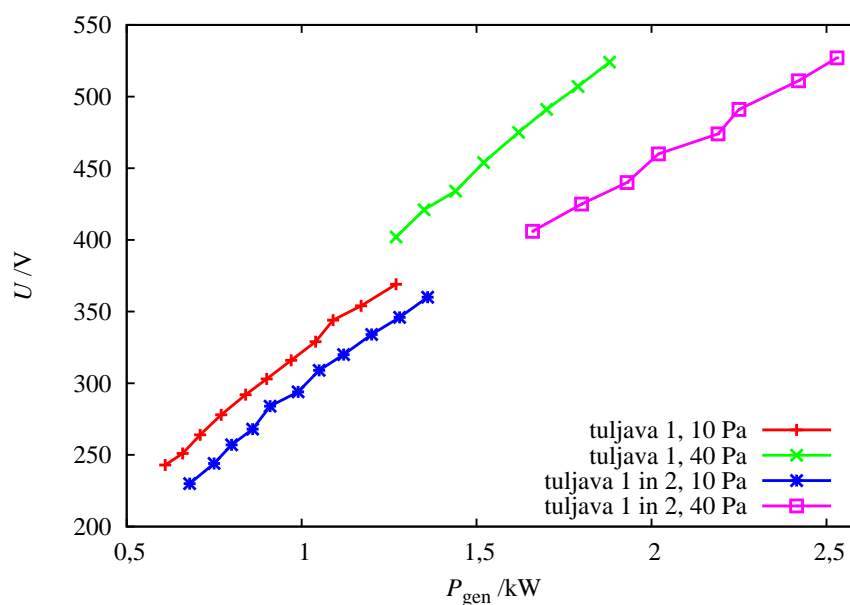
### 4.2.1 Dvojna vzbujevalna tuljava

Pri primerjavi dvojne vzbujevalne tuljave z navadno vzbujevalno tuljavo smo uporabili optično emisijsko spektroskopijo. Opazovali smo intenziteti dveh najpomembnejših emisijskih črt kisikove plazme (slika 51). Emisijska črta pri 777 nm ustreza prehodu  $3p^5P \rightarrow 3s^5S$ , črta pri 845 nm pa prehodu  $3p^3P \rightarrow 3s^3S$ .



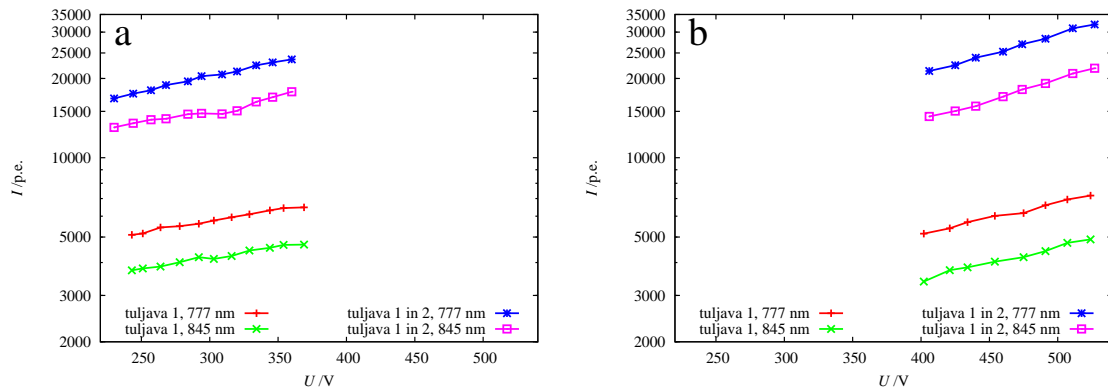
Slika 51: *Spekter kisikove plazme, ustvarjene v dvojni vzbujevalni tuljavi ( $p = 40$  Pa,  $P_{\text{gen}} = 1,88$  kW,  $t_{\text{int}} = 100$  ms)*

Intenzitete emisijskih črt kisika so tesno povezane z gostoto nevtralnih kisikovih atomov (aktinometrija), zato za primerjavo med plazmo, vzbujeno v dvojni, in plazmo, vzbujeno v navadni vzbujevalni tuljavi, lahko uporabljamo optično emisijsko spektroskopijo namesto katalitične sonde. Optična emisijska spektroskopija je zelo uporabna tudi za primerjavo intenzitete vzdolž vzbujevalne tuljave, saj zaradi velikih dimenzij to s katalitično sondo ni mogoče.



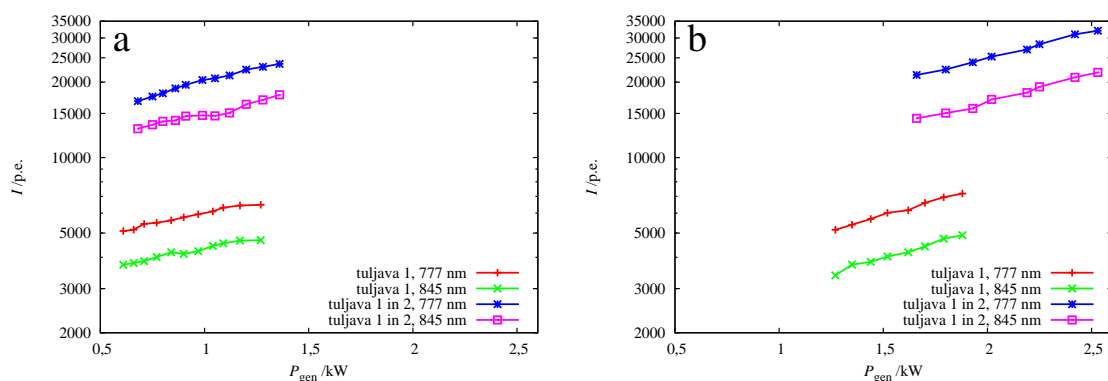
Slika 52: *Napetost na vzbujevalni tuljavi v odvisnosti od moči radiofrekvenčnega generatorja za kisikovo plazmo, ustvarjeno v navadni vzbujevalni tuljavi (tuljava 1) in v dvojni vzbujevalni tuljavi (tuljava 1 in 2) pri tlakih 10 Pa in 40 Pa*

Merili smo tudi napetost na priključkih vzbujevalne tuljave. Na sliki 52 je prikazana napetost na vzbujevalni tuljavi v odvisnosti od moči radiofrekvenčnega generatorja za kisikovo plazmo, ustvarjeno v navadni vzbujevalni tuljavi (tuljava 1) in v dvojni vzbujevalni tuljavi (tuljava 1 in 2 na sliki 30) pri tlakih 10 Pa in 40 Pa. Vidimo, da pri določeni moči generatorja na navadni vzbujevalni tuljavi dobimo večjo napetost kot na dvojni vzbujevalni tuljavi, kar je posledica večje induktivnosti.



Slika 53: Intenziteta kisikovih emisijskih črt v odvisnosti od napetosti na vzbujevalni tuljavi za plazmo, ustvarjeno v navadni (tuljava 1) in v dvojni vzbujevalni tuljavi (tuljava 1 in 2), pri tlakih 10 Pa (a) in 40 Pa (b)

Pri enaki napetosti na vzbujevalni tuljavi je intenziteta kisikovih črt, merjenih na sredini tuljave, veliko večja v primeru, ko smo uporabili dvojno vzbujevalno tuljavo, kot v primeru, ko smo uporabili navadno enojno vzbujevalno tuljavo (slika 53). Intenziteta izsevane svetlobe plazme, generirane v navadni vzbujevalni tuljavi pri 10 Pa, je okoli 3-krat manjša od intenzitete izsevane svetlobe plazme, generirane v dvojni vzbujevalni tuljavi, sestavljeni iz dveh vzporedno vezanih prekrivajočih se tuljav. Razlika je še bolj očitna pri večjem tlaku (40 Pa). Intenziteta svetlobe plazme, generirane v dvojni vzbujevalni tuljavi, je pri enaki napetosti na tuljavi tudi do 4-krat večja od intenzitete svetlobe plazme, generirane v navadni vzbujevalni tuljavi. Integracijski čas spektrometra je bil pri tlaku 10 Pa nastavljen na 200 ms, pri tlaku 40 Pa pa na 100 ms.

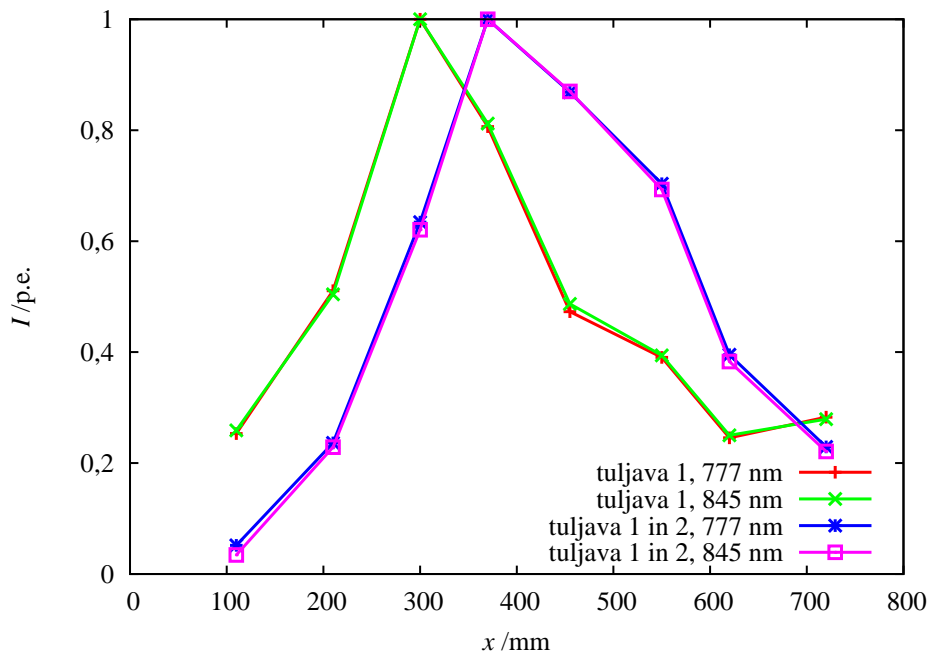


Slika 54: Intenziteta kisikovih emisijskih črt v odvisnosti od moči radiofrekvenčnega generatorja za plazmo ustvarjeno v navadni (tuljava 1) in v dvojni vzbujevalni tuljavi (tuljava 1 in 2), pri tlakih 10 Pa (a) in 40 Pa (b)

Če grafa iz slik 52 in 53 združimo, dobimo intenziteto vrhov kisikovih črt v odvisnosti od moči generatorja. Iz analize krivulj na sliki 54 pridemo do enakih ugotovitev. Za generi-

ranje plazme na velikem plazemskem sistemu je namreč boljše dvojna vzbujevalna tuljava, saj je pri enaki moči generatorja intenziteta kisikovih emisijskih črt do okoli 4-krat večja z uporabo dvojne vzbujevalne tuljave.

Dejstvo, da je za generiranje plazme na velikem plazemskem sistemu boljše dvojna vzbujevalna tuljava, dokazuje tudi merjenje homogenosti plazme znotraj vzbujevalne tuljave. Na sliki 55 je predstavljena normirana intenziteta kisikovih emisijskih črt vzdolž vzbujevalne tuljave. Spektre smo zajemali na osmih različnih točkah vzdolž vzbujevalne tuljave. Na sliki 55 izhodišče predstavlja začetek prvega ovoja tuljave, točka 800 mm pa konec zadnjega ovoja vzbujevalne tuljave.



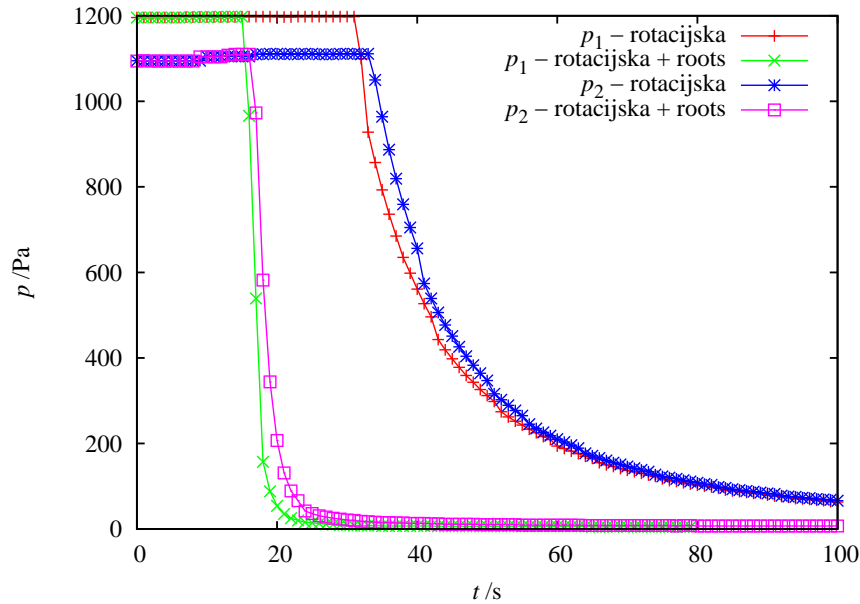
Slika 55: Homogenost kisikove plazme, ustvarjene v navadni vzbujevalni tuljavi (tuljava 1) in v dvojni vzbujevalni tuljavi (tuljava 1 in 2) pri  $p = 40$  Pa,  $P_{\text{gen}} = 2$  kW in  $t_{\text{int}} = 100$  ms

Opazimo, da je plazma, vzbujena z dvojno vzbujevalno tuljavo, bolj homogena od plazme, vzbujene z navadno vzbujevalno tuljavo. V primeru dvojne vzbujevalne tuljave dobimo intenziteto, ki je večja od pol maksimalne vrednosti, na štirih točkah vzdolž tuljave, medtem ko v primeru navadne vzbujevalne tuljave dobimo takšno intenziteto le v dveh točkah. Če želimo ustvariti čimbolj enakomerno plazmo znotraj vzbujevalne tuljave, potem je bolje uporabiti dvojno vzbujevalno tuljavo.

#### 4.2.2 Črpalna hitrost

Nato smo se lotili proučevanja našega vakuumskega sistema. Najprej smo določili efektivno črpalno hitrost. To smo storili na dva načina.

Prvi način izračuna efektivne črpalne hitrosti, opisanega v poglavju 2.5, je iz časovnega poteka padanja tlaka pri črpanju. Na sliki 56 so prikazani časovni poteki tlakov  $p_1$  in  $p_2$  za primera, ko smo vakuumski sistem črpali le z rotacijsko črpalko, in za primer, ko smo črpali z rotacijsko in roots črpalko. Zaradi zgornje meje območja tlaka, ki ga lahko merimo z našim absolutnim merilnikom tlaka, tlak postane merljiv šele po približno 20 s (ko za črpanje sistema uporabljamo obe črpalki) oziroma po 40 s (ko uporabljamo le rotacijsko

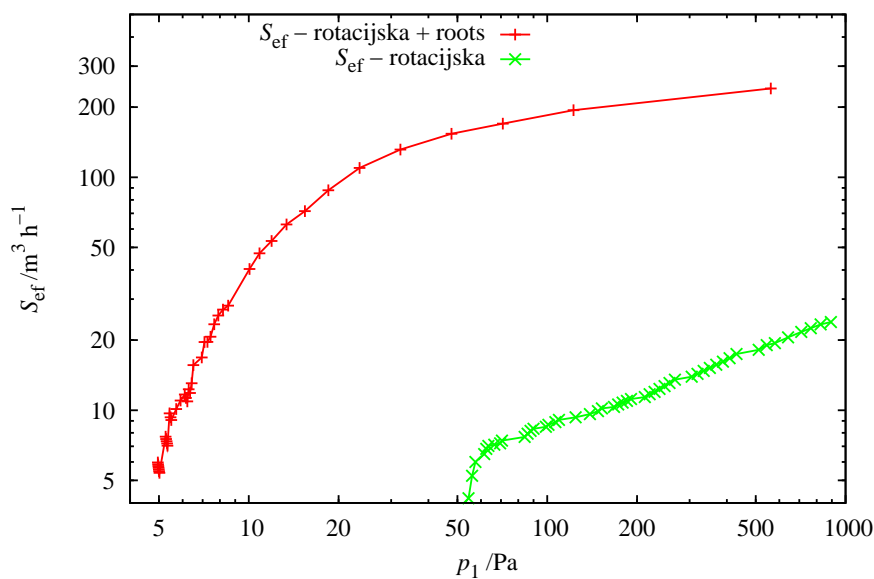


Slika 56: Časovni potek tlakov  $p_1$  in  $p_2$  pri črpanju

črpalko) po začetku črpanja. Tlak v porazelektritveni komori  $p_1$  pada hitreje kot tlak v razelektritveni cevi  $p_2$ . Ta efekt je posledica končne prevodnosti povezovalne cevi.

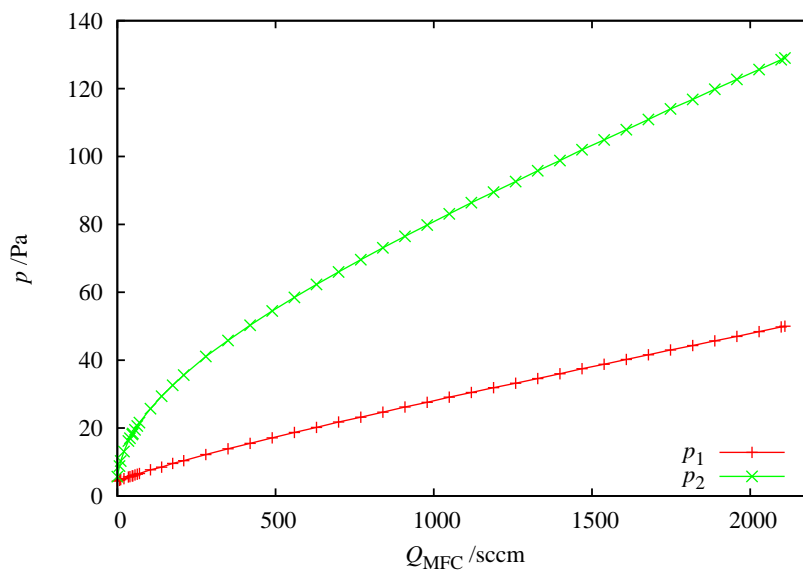
Za izračun efektivne črpalne hitrosti na prvi način smo torej uporabili enačbo (2.51). Odvode tlakov smo izračunali iz časovnih potekov, uporabili smo prostornino celotnega vakuumskega sistema, ki je približno  $V = 0,082 \text{ m}^3$ , za končni tlak v porazelektritveni komori  $p_k$  pa smo vzeli vrednost, ki smo jo dosegli po približno uri črpanja.

Dobljeni rezultati efektivnih črpalnih hitrosti so predstavljeni na sliki 57. Dokaj slaba efektivna črpalna hitrost izračunana z enačbo (2.51) dokazuje vpliv dokaj ozke in dolge povezovalne cevi med razelektritveno cevjo in porazelektritveno komoro.

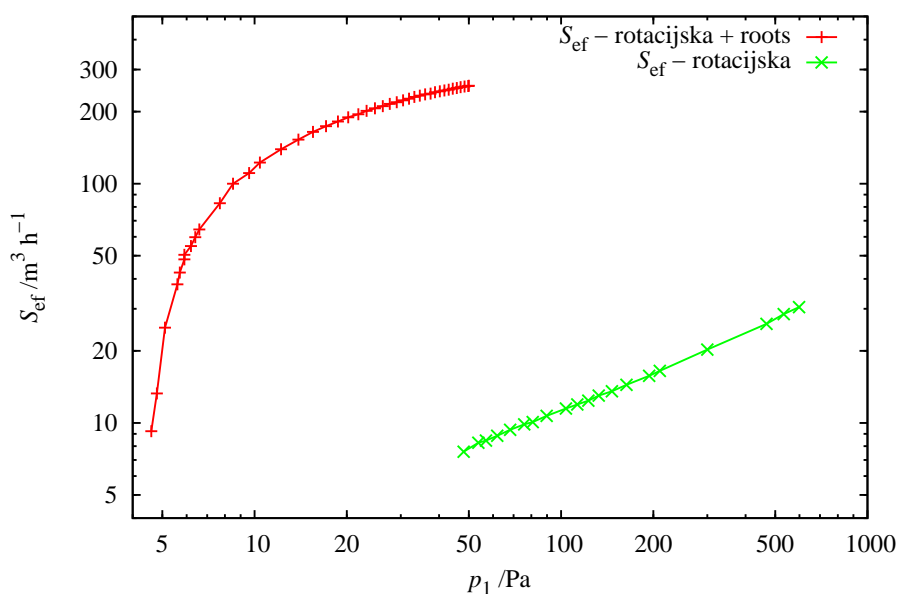


Slika 57: Efektivna črpalna hitrost, izračunana iz časovnega poteka tlaka pri črpanju, v odvisnosti od tlaka  $p_1$

Pri drugem načinu izračuna efektivne črpalne hitrosti pa uporabimo enačbo (2.53), ki temelji na kontinuitetni enačbi (2.49). Ker smo dovajali pline s krmilniki masnega pretoka, poznamo torej pretok plina, in ker smo merili tlak  $p_1$  v porazelektritveni komori, ki je nameščena nad črpalkama, lahko efektivno črpalno hitrost izračunamo tudi s tem načinom. Na sliki 58 sta predstavljena tlaka v porazelektritveni komori  $p_1$  in v razelektritveni cevi  $p_2$  v odvisnosti od pretoka  $Q_{MFC}$  nastavljenega na krmilniku masnega pretoka. Efektivne črpalne hitrosti izračunane s tem načinom, so za primere, ko sistem črpamo le z rotacijsko in ko črpamo skupaj z rotacijsko in roots črpalko, predstavljene na sliki 59.



Slika 58: Tlaka v porazelektritveni komori  $p_1$  in v razelektritveni cevi  $p_2$  v odvisnosti od pretoka  $Q_{MFC}$



Slika 59: Efektivna črpalna hitrost, izračunana iz kontinuitetne enačbe, v odvisnosti od tlaka  $p_1$

Opazimo, da je pri stalnem dovajanju kisika efektivna črpalna hitrost, izračunana iz kontinuitetne enačbe, večja kot tista izračunana iz časovnega poteka padanja tlaka pri črpanju. Vzrok za to je verjetno zapletena oblika vakuumskega sistema.

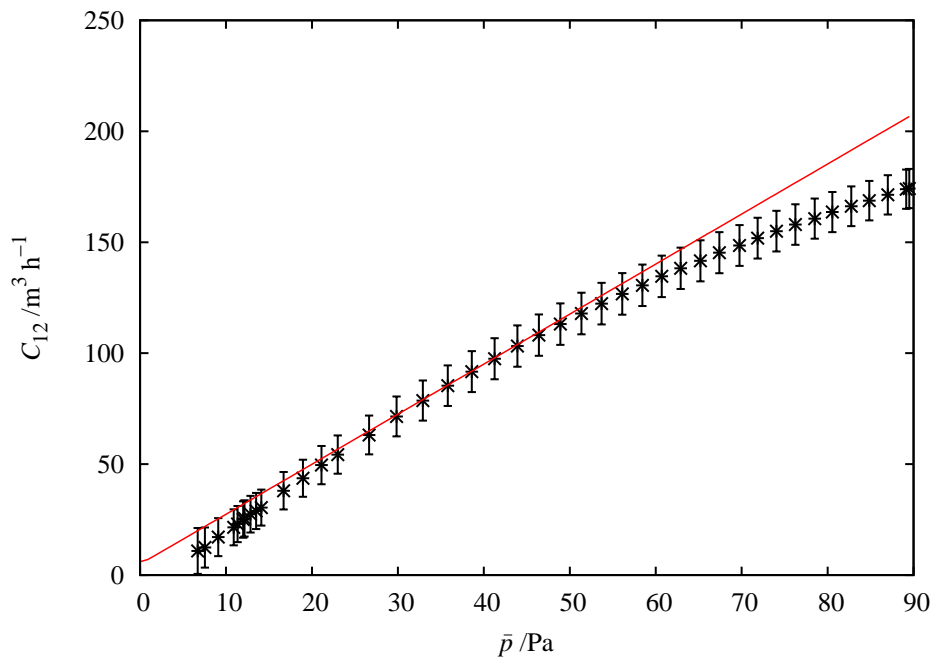
Domnevamo, da efektivna črpalna hitrost igra eno izmed ključnih vlog pri uspešnem prenosu nevtralnih kisikovih atomov iz razelektritvene cevi v porazelektritveno komoro. Druga pomembna vloga pa je prevodnost povezovalne cevi.

### 4.2.3 Prevodnost cevi

Ko imamo določeno efektivno črpalno hitrost, lahko izračunamo tudi prevodnost povezovalne cevi. Prevodnost izračunamo z enačbo:

$$C_{12} = \frac{p_1 \cdot S_{ef}}{p_2 - p_1}, \quad (4.11)$$

kjer sta  $p_1$  in  $p_2$  tlaka v porazelektritveni komori in razelektritveni cevi,  $S_{ef}$  pa je efektivna črpalna hitrost izračunana iz kontinuitetne enačbe (2.53). Točke na sliki 60 so prevodnosti povezovalne cevi, izračunane iz izmerjenih tlakov in efektivne črpalne hitrosti (4.11), v odvisnosti od povprečne vrednosti tlakov  $p_1$  in  $p_2$ . Prevodnost povezovalne cevi smo izračunali tudi z uporabo Knudsenove enačbe (2.55). Rezultat tega izračuna je premica, ki je poleg izmerjenih prevodnosti predstavljena na sliki 60.



Slika 60: Prevodnost povezovalne cevi, kjer so točke izmerjene prevodnosti, premica pa izračunana prevodnost

Izmerjene in izračunane prevodnosti povezovalne cevi se dokaj dobro ujemajo. Bolj pomembno pa je dejstvo, da je prevodnost povezovalne cevi istega reda velikosti kot efektivna črpalna hitrost.

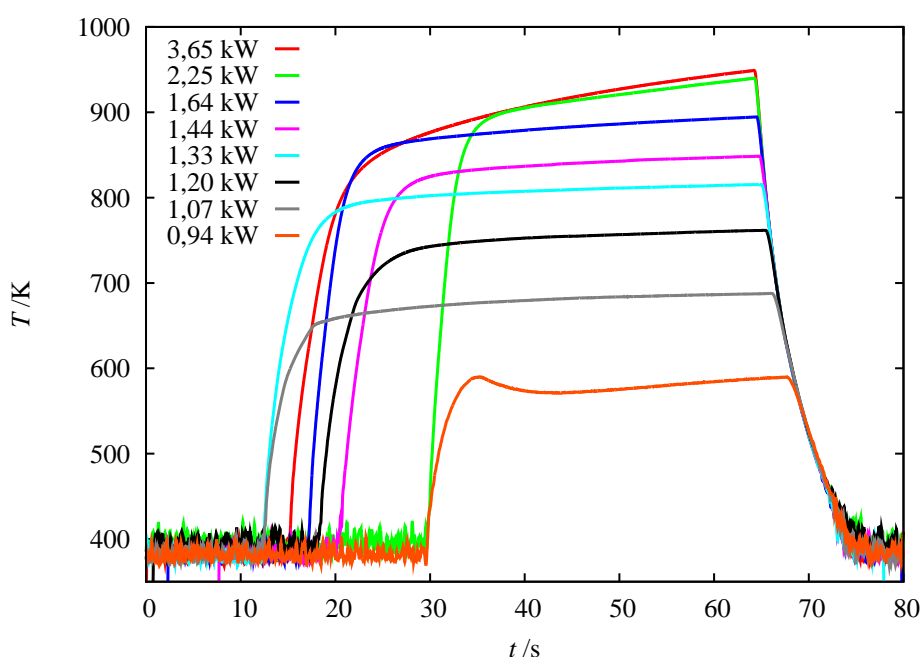
### 4.2.4 Temperatura katalitične sonde

Nato smo se lotili merjenja gostote nevtralnih kisikovih atomov v porazelektritveni komori in v razelektritveni cevi. Med merjenji smo izpolnili postopek sistematičnih meritev

gostote nevtralnih kisikovih atomov s katalitično sondo. Postopek lahko uporabimo tako pri merjenju z navadno kot tudi pri merjenju z optično katalitično sondo.

Doslej smo za določen tlak in določeno moč radiofrekvenčnega generatorja morali pomeriti celotno časovno krivuljo temperature katalitične sonde. Za eno meritev pri določenih razelektrivnih parametrih (tlak, moč) smo potrebovali približno 1 min (slika 33). Če želimo izmeriti gostoto pri istem tlaku in pri različnih močeh generatorja, moramo torej narediti toliko meritev, kolikor različnih moči želimo. Npr. na sliki 61 so predstavljene meritve temperatur sonde pri tlaku  $p_2 = 54$  Pa in pri osmih različnih močeh. Naredili smo torej osem meritev.

S superimpozicijo časovnih krivulj temperature optične katalitične sonde smo potrdili domnevo, da se pri istem tlaku in različnih močeh radiofrekvenčnega generatorja sonda ohlaja po enaki krivulji (slika 61).



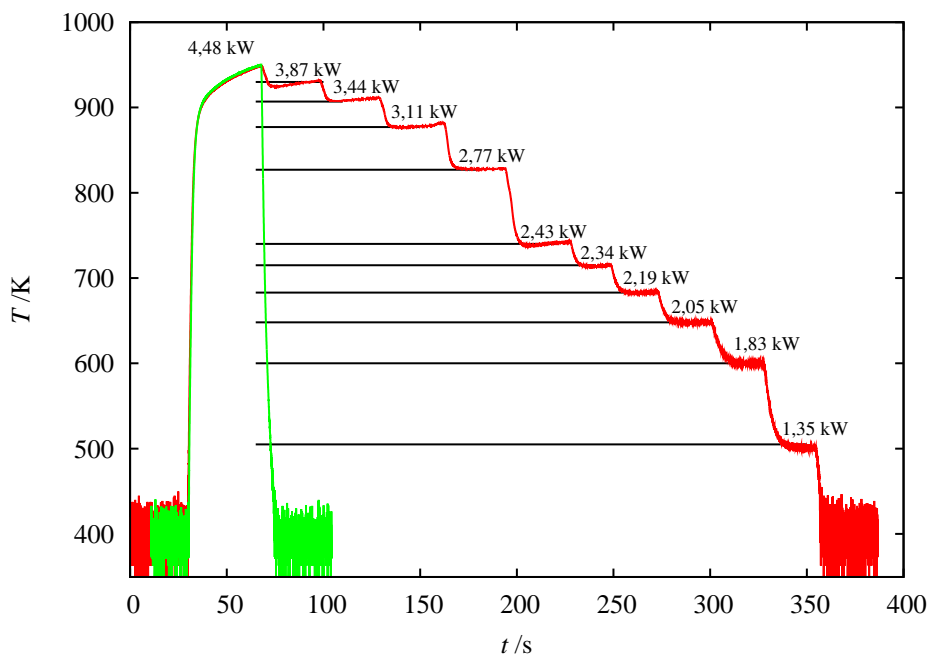
Slika 61: Superimpozicija temperaturnih krivulj optične katalitične sonde  $p_2 = 54$  Pa

Če uporabimo to dejstvo, lahko gostoto nevtralnih kisikovih atomov pri nekem tlaku in različnih močeh generatorja pomerimo z le dvema ločenima meritvama. Ti dve meritvi sta prikazani na sliki 62.

Prva meritev (zeleno krivulja na sliki 62) je celotna časovna krivulja temperature katalitične sonde pri maksimalni zeleni moči generatorja. Iz te krivulje dobimo časovne odvode temperature pri različnih temperaturah sonde.

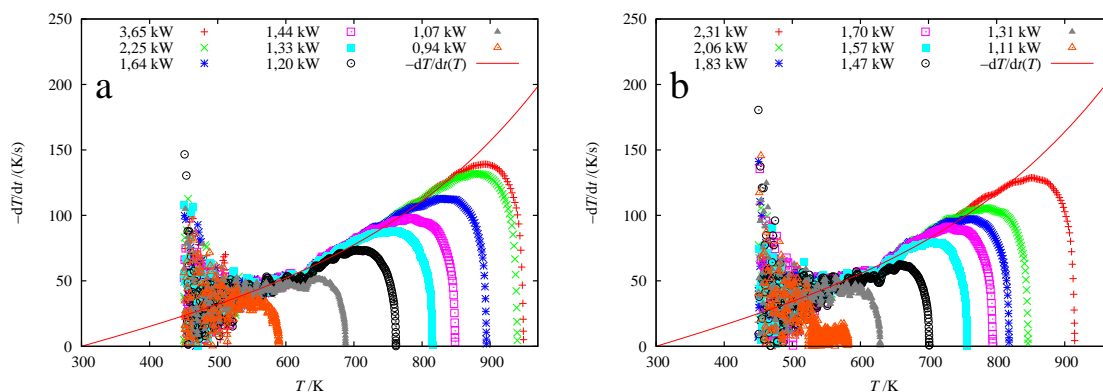
Drugo meritev (rdeča krivulja na sliki 62) začnemo pri maksimalni zeleni moči generatorja in počakamo, da dosežemo maksimalno (konstantno) temperaturo sonde. Potem znižamo moč generatorja in počakamo, da se temperatura sonde zopet ustali. Ta postopek potem ponovimo za še manjše moči generatorja. Za izračun gostote nevtralnih kisikovih atomov moramo le še iz prve krivulje razbrati odvode temperature pri teh ustaljenih temperaturah.

Iz izmerjenih točk temperature katalitične sonde pri maksimalni zeleni moči generatorja izračunamo časovne odvode temperatur. Točke narišemo na graf odvodov temperatur v odvisnosti od temperature. Na sliki 63 sta prikazana dva taka grafa za dva različna tlaka. Prikazani so odvodi za celotne časovne poteke temperatur sonde za različne moči gene-



Slika 62: Temperatura optične katalitične sonde v odvisnosti od časa pri izpopolnjenem postopku ( $p_2 = 103$  Pa)

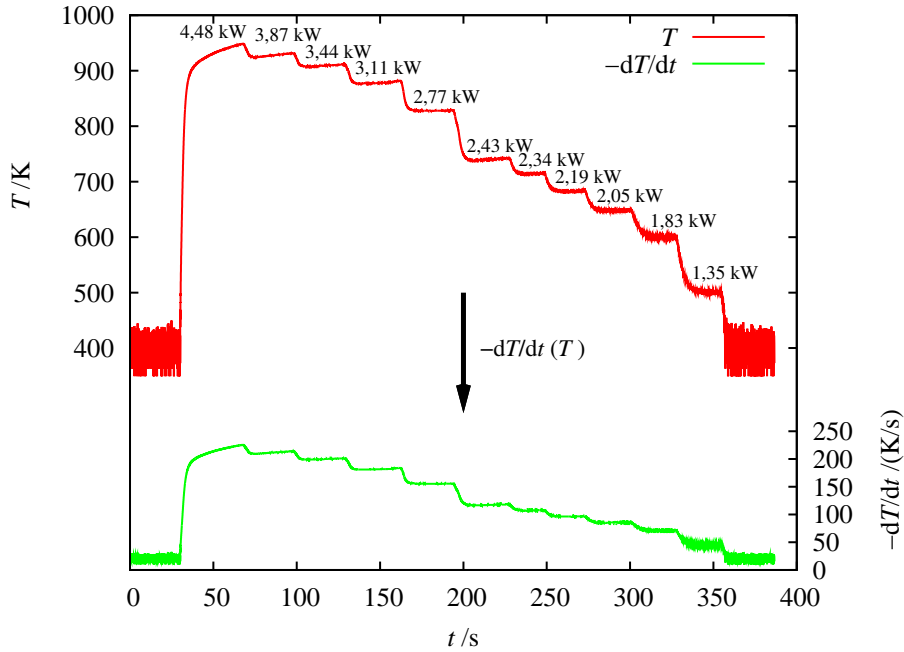
ratorja (ne le za maksimalno moč). Na levem grafu so predstavljene iste meritve kot na sliki 61. Vidimo, da odvodi v odvisnosti od temperature za vse moči ležijo na isti krivulji  $-dT/dt(T)$ . Oblika te funkcije je opisana z enačbo (4.3) in razložena v poglavju 4.1.2. Najbolje prilagojeno funkcijo lahko torej dobimo z uporabo točk izmerjenih le pri maksimalni moči.



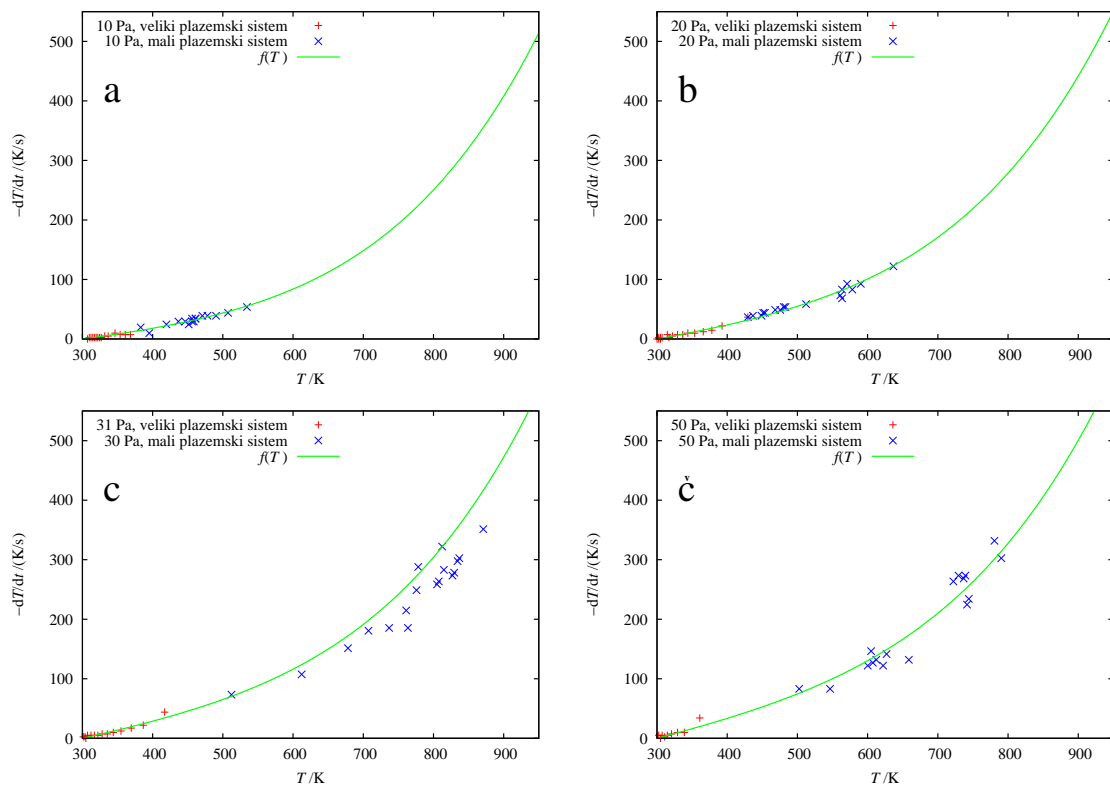
Slika 63: Odvod temperature optične katalitične sonde v odvisnosti od temperature sonde pri tlakih 54 Pa (a) in 63 Pa (b)

Ko dobimo izmerjenim točkam najbolj prilagojeno funkcijo  $-dT/dt(T)$ , lahko iz temperature sonde takoj izračunamo odvod temperature (slika 64). S tem postopkom celoten čas merjenja gostot nevtralnih atomov razpolovimo.

Dotatna prednost tega postopka merjenja gostote nevtralnih kisikovih atomov je izboljšana ločljivost in nižja spodnja meja pri merjenju z optično katalitično sondo. Merjenje majhnih gostot atomov z optično katalitično sondo je precej nenatančno, saj je šum pri nižjih signalih zelo velik. Pri navadnem postopku je zato odčitavanje odvoda pri takih signalih zelo zahtevno oziroma zelo nenatančno. S tem postopkom se odčitavanje odvoda poeno-



Slika 64: Temperatura katalitične sonde v odvisnosti od časa in izračun odvod temperature z uporabo funkcije  $-dT/dt(T)$



Slika 65: Odvodi temperature sonde po času v odvisnosti od maksimalne temperature sonde za tlake 10 Pa (a), 20 Pa (b), 30 Pa (c) in 50 Pa (č) in njihove najbolj prilagajajoče se funkcije

stavi in izboljšša natančnost, saj je v takem primeru maksimalno temperaturo sonde veliko lažje odčitati kot odvod. Dober primer tega lahko opazimo na desnem grafu na sliki 63. Meritev pri moči generatorja 1,11 kW je zelo zašumljena. Z navadnim postopkom bi verjetno

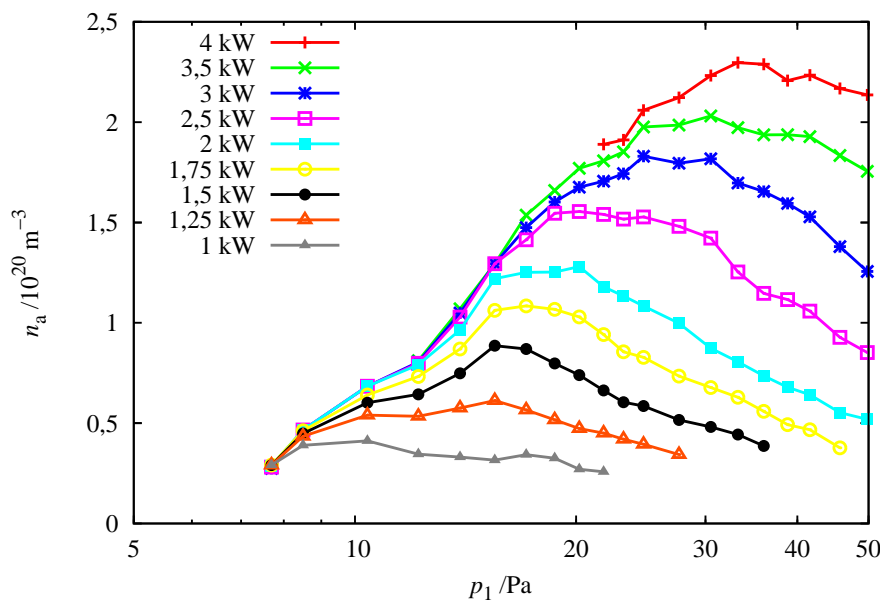
dobili vrednost odvoda približno  $\approx 20$  K/s. Z novim postopkom, kjer bi odčitali maksimalno temperaturo ( $\approx 590$  K) in nato izračunali odvod iz prilagojene funkcije  $-dT/dt(T)$ , pa bi dobili vrednost odvoda približno dvakrat večjo.

Gostote nevtralnih kisikovih atomov na velikem plazemskem sistemu smo torej merili z novim izboljšanim postopkom. Ker smo uporabljali isto katalitično sondo kot pri karakteristiki kisikove plazme na majnem plazemskem sistemu, smo najprej preverili, če z novim postopkom dobimo enake najbolj prilagajoče se funkcije  $-dT/dt(T)$ . Na sliki 65 so predstavljene točke odvodov temperature v odvisnosti od temperature sonde izmerjene na majnem plazemskem sistemu in v porazelektritveni komori v velikem plazemskem sistemu. Vidimo, da vse izmerjene točke res ležijo na isti krivulji. To dokazuje, da bi za točno določeno sondo lahko le enkrat pomerili krivulje  $-dT/dt(T)$  pri različnih tlakih. Za določanje gostote nevtralnih atomov, bi potem morali izmeriti le še ravnovesno temperaturo te sonde v plazmi.

Odvodi temperature katalitične sonde po času v odvisnosti od temperature sonde za vse izmerjene tlake v porazelektritveni komori so prikazani v poglavju Dodatek B.

#### 4.2.5 Gostota atomov v porazelektritveni komori

Z izboljšanim postopkom smo izmerili temperature sonde v porazelektritveni komori v odvisnosti od tlaka in moči generatorja. S funkcijami  $-dT/dt(T)$  za različne tlake (Dodatek B) smo nato izračunali odvode temperature v odvisnosti od tlaka in moči generatorja. Iz odvodov smo nato z enačbo (3.7) izračunali gostote nevtralnih kisikovih atomov. Rezultati teh meritev so prikazani na sliki 66. Gostote nevtralnih atomov kisika so predstavljene v odvisnosti od tlaka pri različnih močeh radiofrekvenčnega generatorja.



Slika 66: Gostote nevtralnih atomov kisika v porazelektritveni komori v odvisnosti od tlaka pri različnih močeh radiofrekvenčnega generatorja

Vidimo, da so gostote nevtralnih kisikovih atomov dokaj visoke. Vrednosti so reda velikosti  $10^{20} \text{ m}^{-3}$ . Z enačbo  $j = \frac{1}{4} n v$ , kjer je  $v = 630$  m/s termična hitrost kisikovih atomov, ki se izračuna z enačbo (2.26), lahko izračunamo gostoto toka nevtralnih kisikovih atomov v porazelektritveni komori. Gostota toka na katerokoli površino v porazelektritveni

komori doseže vrednost do  $5 \times 10^{22} \text{ m}^{-2} \text{ s}^{-1}$ . Površina porazelektritvene komore je reda velikosti  $\text{m}^2$ . Dokaj velika gostota toka nevtralnih kisikovih atomov na dokaj veliki površini je dokaz, da je naš plazemski sistem kot vir atomov primeren za obdelavo večjih površin.

Pri nižjih tlakih se z večanjem tlaka gostota nevtralnih kisikovih atomov veča, dokler ne doseže maksimuma. Z nadaljnjim večanjem tlaka se gostota začne manjšati. Na vsaki krivulji opazimo širok maksimum, katerega vrh se pri večjih močeh premika proti večjim tlakom.

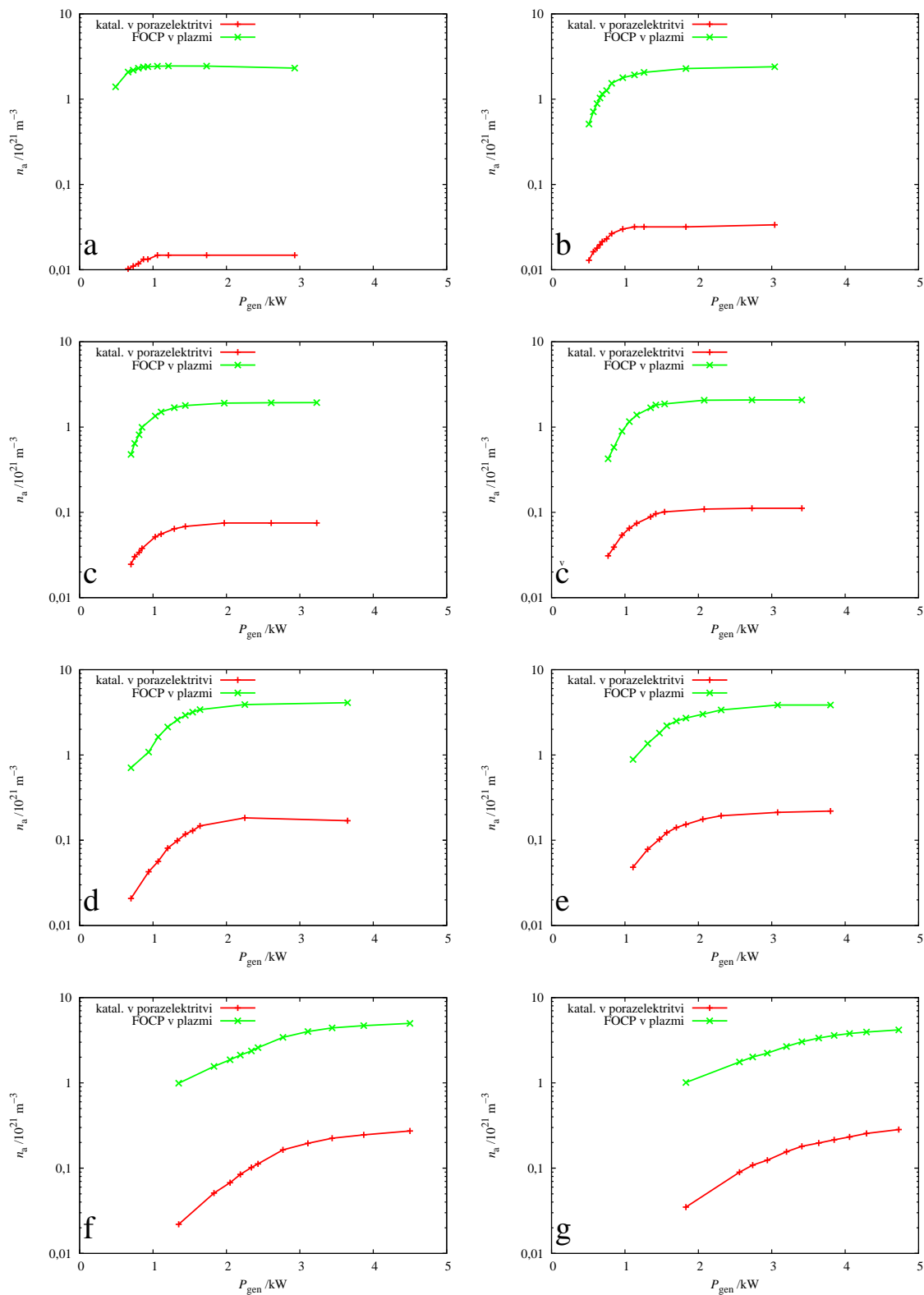
Večanje gostote pri nižjih tlakih je le posledica večanja števila kisikovih molekul, ki so na voljo za disociacijo. Število kisikovih molekul se linearno veča z večanjem tlaka. V območju večanja gostote nevtralnih kisikovih atomov gostota skoraj ni odvisna od moči generatorja, dokler je le-ta dovolj velika. Izmerjene točke pri vseh močeh generatorja ležijo na neki skupni krivulji, a le do določenega tlaka. Točka razvejitve je odvisna od moči generatorja, tlak pri katerem pride do razvejitve pa se monotonno veča z močjo generatorja. Tako pridemo do pomembnega pravila; pri določenem tlaku je gostota nevtralnih kisikovih atomov neodvisna od moči generatorja, če je le-ta dovolj velika. Vsako povečevanje moči generatorja v tem režimu praktično nima vpliva na gostoto nevtralnih kisikovih atomov, tako da je nesmiselno uporabljati več moči, kot je potrebno.

Ko povečamo tlak do določene vrednosti, začne gostota nevtralnih kisikovih atomov odstopati od skupne krivulje in kmalu doseže maksimum. Maksimum se z večanjem moči premika proti večjim tlakom. Tako pridemo do pomembnega zaključka; za določeno moč generatorja obstaja optimalen tlak, pri katerem dosežemo največjo gostoto nevtralnih kisikovih atomov. Npr. pri moči generatorja 1,5 kW je optimalen tlak 15 Pa, pri moči 3 kW je skoraj 30 Pa, pri 4 kW pa že 35 Pa. Večja kot je moč generatorja, večji je optimalen tlak, pri katerem dosežemo največjo gostoto nevtralnih kisikovih atomov. Tako obnašanje razložimo z disociacijo kisikovih molekul s trki elektronov v brezelektrodni radiofrekvenčni razelektritvi s prevladujočim H-načinom. Elektroni nihajo v induciranim električnem polju znotraj vzbujevalne tuljave. Kot smo že opisali v poglavju 2.3.1, se maksimalna kinetična energija elektronov veča z večanjem jakosti električnega polja, ki pa se veča z večanjem moči radiofrekvenčnega generatorja. Dokler je tlak dovolj nizek, je povprečna prosta pot elektronov daljša od amplitude nihanja elektronov, zato ti lahko dosežejo maksimalno kinetično energijo. Pri višjih tlakih pa elektroni trčijo z nevtralnimi molekulami, še preden se pospešijo do maksimalne hitrosti, zato spremenijo smer glede na lokalno električno polje. Njihovo segrevanje torej ni več tako učinkovito. Ta efekt privede k manjšanju temperature elektronov pri večanju tlaka, kar je razlog za padanje krivulj na sliki 66. Večja jakost električnega polja seveda zagotovi boljše pospeševanje elektronov, s čimer lahko razložimo premik maksimuma gostote nevtralnih kisikovih atomov k višjim tlakom pri večjih močeh radiofrekvenčnega generatorja.

Gostote nevtralnih kisikovih atomov v porazelektritveni komori smo primerjali tudi z gostotami v razelektritveni cevi tik pred povezovalno cevjo. Gostoti smo merili istočasno z dvema sondama. V porazelektritveni komori z navadno katalitično, v razelektritveni cevi pa z optično katalitično sondo. Na sliki 67 so predstavljene gostote nevtralnih kisikovih atomov v porazelektritveni komori in na robu razelektritvene cevi v odvisnosti od moči radiofrekvenčnega generatorja pri različnih pretokih.

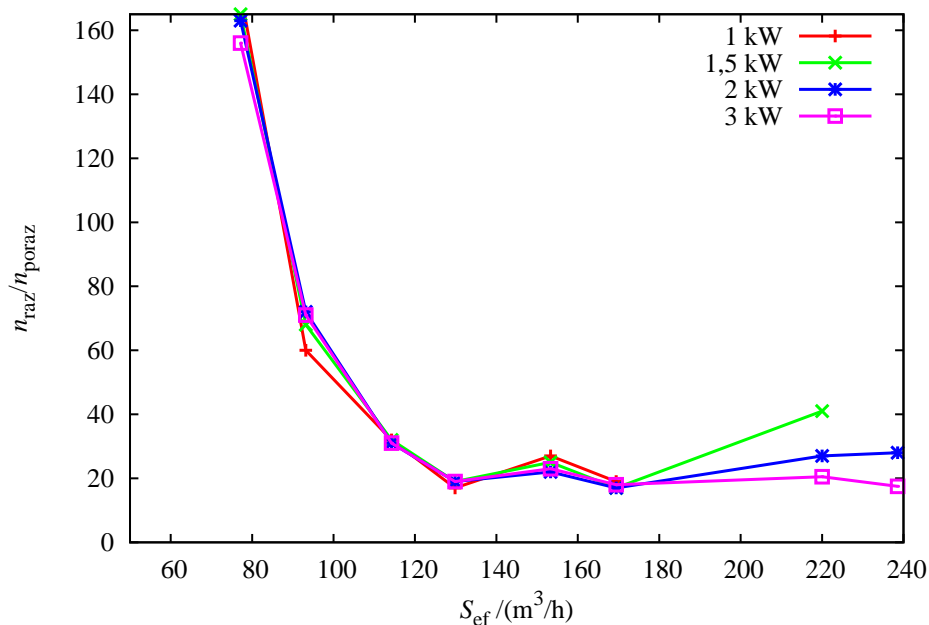
Na sliki 67 lahko vidimo, da je gostota nevtralnih kisikovih atomov v razelektritveni cevi precej večja od gostote nevtralnih kisikovih atomov v porazelektritveni komori. Gostoti se razlikujeta tudi za več redov velikosti, kar ponazarja pomembnost prevodnosti povezovalne cevi. Iz krivulj na sliki 67 lahko opazimo, da se razlika v razmerju med gostotama spreminja s pretokom oziroma efektivno črpalno hitrostjo. Razmerja med gostotama nevtralnih kisi-

kovih atomov v razelektritveni cevi in v porazelektritveni komori v odvisnosti od efektivne črpalne hitrosti so prikazana na sliki 68.



Slika 67: Gostote atomov kisika v razelektritveni cevi in v porazelektritveni komori v odvisnosti od moči radiofrekvenčnega generatorja pri različnih pretokih: 105 sccm (a), 140 sccm (b), 210 sccm (c), 280 sccm (č), 420 sccm (d), 560 sccm (e), 1400 sccm (f) in 2100 sccm (g)

Razmerje med gostotama nevtralnih kisikovih atomov v razelektritveni cevi in v porazelektritveni komori monotono pada z večanjem učinkovite črpalne hitrosti. Pri majhnih črpalnih hitrostih je razmerje gostot večje od 100. Tukaj moramo omeniti, da je bila gostota nevtralnih kisikovih atomov v porazelektritveni komori, ko smo za črpanje uporabili le rotacijsko črpalko, manjša od spodnje meje detekcije katalitične sonde, kar je približno  $1 \times 10^{19} \text{ m}^{-3}$ . Učinkovna črpalna hitrost rotacijske črpalke je okoli  $30 \text{ m}^3/\text{h}$  (slika 59), čeprav je njena nazivna črpalna hitrost  $80 \text{ m}^3/\text{h}$ . Z ekstrapolacijo krivulje razmerij gostot do učinkovite črpalne hitrosti rotacijske črpalke dobimo ogromno vrednost, ki nam očitno pokaže, zakaj pri teh pogojih s katalitično sondo v porazelektritveni komori ne zaznamo ničesar.



Slika 68: Razmerje med gostotami nevtralnih atomov kisika v razelektritveni cevi in v porazelektritveni komori v odvisnosti od učinkovite črpalne hitrosti pri različnih močeh radiofrekvenčnega generatorja

Z rezultati, predstavljenimi na sliki 68, pridemo do pomembnega zaključka; pri veliki učinkoviti črpalni hitrosti se razmerje med gostotami nevtralnih atomov kisika na robu razelektritvene cevi in v porazelektritveni komori stabilizira in približa konstantni vrednosti. Za naš eksperimentalni sestav je ta konstantna vrednost približno 20. Vsako nadaljnje večanje črpalne hitrosti, nad približno  $150 \text{ m}^3/\text{h}$ , praktično nima nobenega vpliva na razmerje gostot. V praksi to pomeni, da je za vsako konfiguracijo povezovalne cevi smiselno izbrati primerno črpalno hitrost in ni potrebno iti v ekstreme. Učinkovne črpalne hitrosti v tokamakih so seveda mnogo večje, kot smo jih dosegli pri naših eksperimentih na velikem plazemskem sistemu. To pomeni, da bi si lahko pri poskusih jedkanja na tokamakih privoščili širše povezovalne cevi.

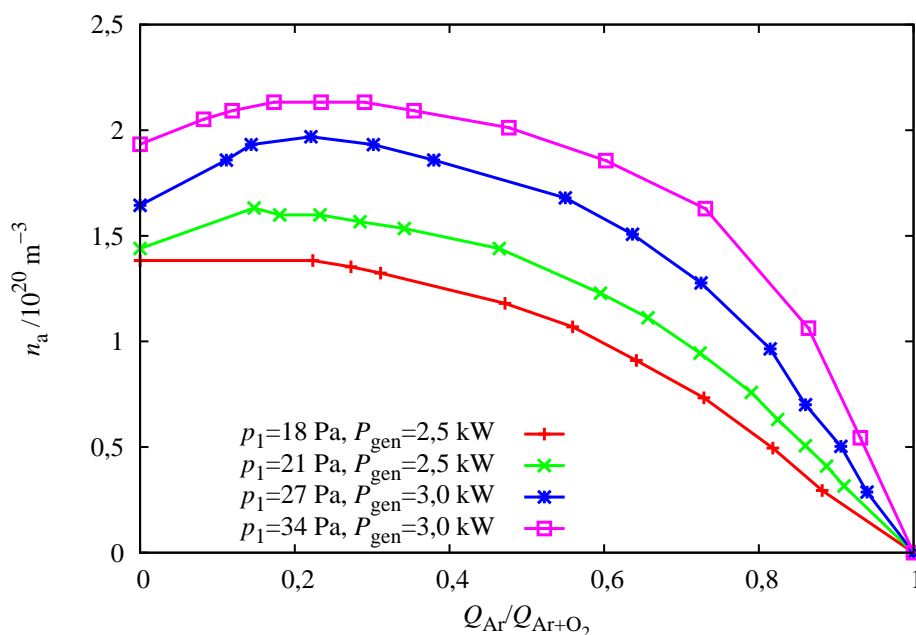
Če primerjamo rezultate prevodnosti povezovalne cevi (slika 60) in zahtevane učinkovite črpalne hitrosti (slika 68), lahko rečemo, da je za optimalen prenos nevtralnih kisikovih atomov pri določeni črpalni hitrosti potrebna povezovalna cev s prevodnostjo, ki je enakega reda velikosti kot črpalna hitrost. To dejstvo bi bilo potrebno upoštevati, če bi prišlo do pravih eksperimentov jedkanja ogljikovih nanosov v tokamakih. V tem primeru je potrebno, kot smo že omenili, prenesti čim večje število nevtralnih kisikovih atomov iz razelektri-

tvne komore, ki je oddaljena od tokamaka, do območij tokamaka, kjer so ti atomi potrebni za odstranjanje ogljikovih depozitov.

#### 4.2.6 Gostota kisikovih atomov v plinski mešanici Ar+O<sub>2</sub>

V literaturi smo opazili, da nekateri raziskovalci namesto čistega kisika raje uporabljajo mešanico argona in kisika [70,83–85]. Zaradi dodatka argona je pogosto stopnja disociacije kisikovih molekul v razelektritvi višja, poleg tega pa argon prepreči difuzijo atomov kisika proti steni razelektritvene cevi, kjer bi se lahko rekombinirali.

Da bi preverili, kako dodatek argona h kisiku vpliva v našem sistemu, smo naredili sledeč eksperiment. Argon in kisik smo vsakega posebej dovajali skozi svoj krmilnik masnega pretoka. Pretoka argona in kisika smo spreminjali od 0 % do 100 %, tako da smo celoten pretok držali konstanten. Gostote nevtralnih kisikovih atomov, ustvarjenih v Ar+O<sub>2</sub> plazmi, smo merili v porazelektritveni komori z navadno katalitično sondo. Rezultati teh meritev so predstavljeni na sliki 69.



Slika 69: Gostota atomov kisika v odvisnosti od deleža Ar v plinski mešanici Ar+O<sub>2</sub> pri različnih tlakih

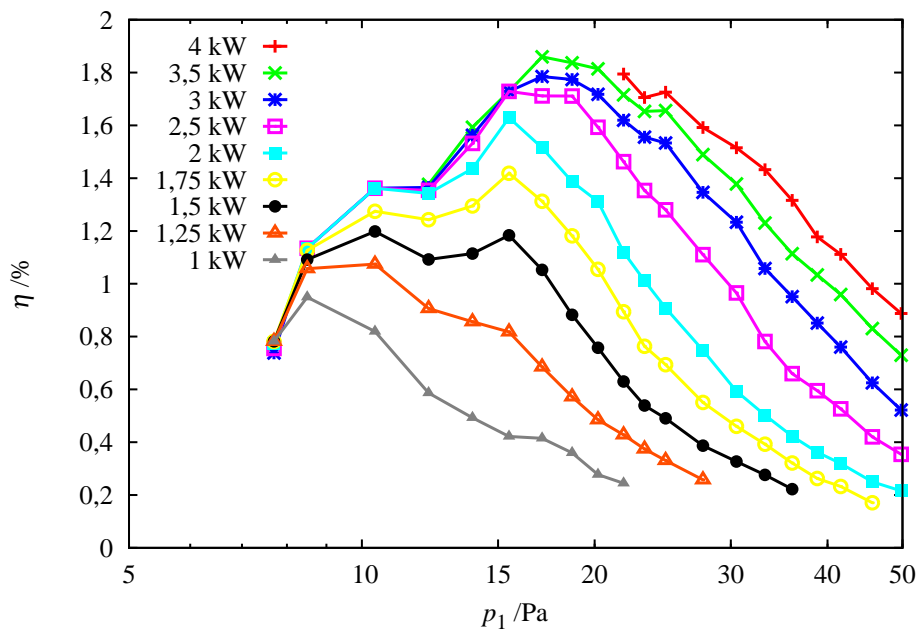
Dodatek argona ne vpliva veliko na gostoto nevtralnih kisikovih atomov v porazelektritveni komori, dokler je koncentracija argona pod 50 %. Kot pričakovano, pa se gostota nevtralnih kisikovih atomov približuje ničli, ko koncentracijo argona povišujemo do 100 %. S tem smo dokazali, da v tej plinski mešanici, s katalitično sondo res merimo le nevtralne kisikove atome. Majhen porast gostote lahko opazimo pri približno 20 % koncentraciji argona.

Pokazali smo, da v našem sistemu v porazelektritveni komori lahko dodatno povišamo gostoto nevtralnih kisikovih atomov za približno faktor 1,2, če nekaj kisika ( $\approx 20\%$ ) nadomestimo z argonom oziroma verjetno s katerim koli drugim žlahtnim plinom.

#### 4.2.7 Stopnja disociacije v porazelektritveni komori

Oglejmo si še stopnjo disociacije kisikovih molekul pri eksperimentu v velikem plazemskem sistemu. Stopnjo disociacije izračunamo iz izmerjenih gostot nevtralnih kisikovih atomov in tlaka v razelektritveni cevi pred razelektritvijo ter z enačbo (4.6).

Stopnje disociacije kisikovih molekul v porazelektritveni komori v odvisnosti od tlaka pri različnih močeh radiofrekvenčnega generatorja so prikazane na sliki 70. Opazimo, da je stopnja disociacije majhna, le reda velikosti 1 %. Oblike krivulj stopnje disociacije so podobne oblikam krivulj gostot nevtralnih kisikovih atomov, le da so maksimumi nekoliko premaknjeni k nižjim tlakom.

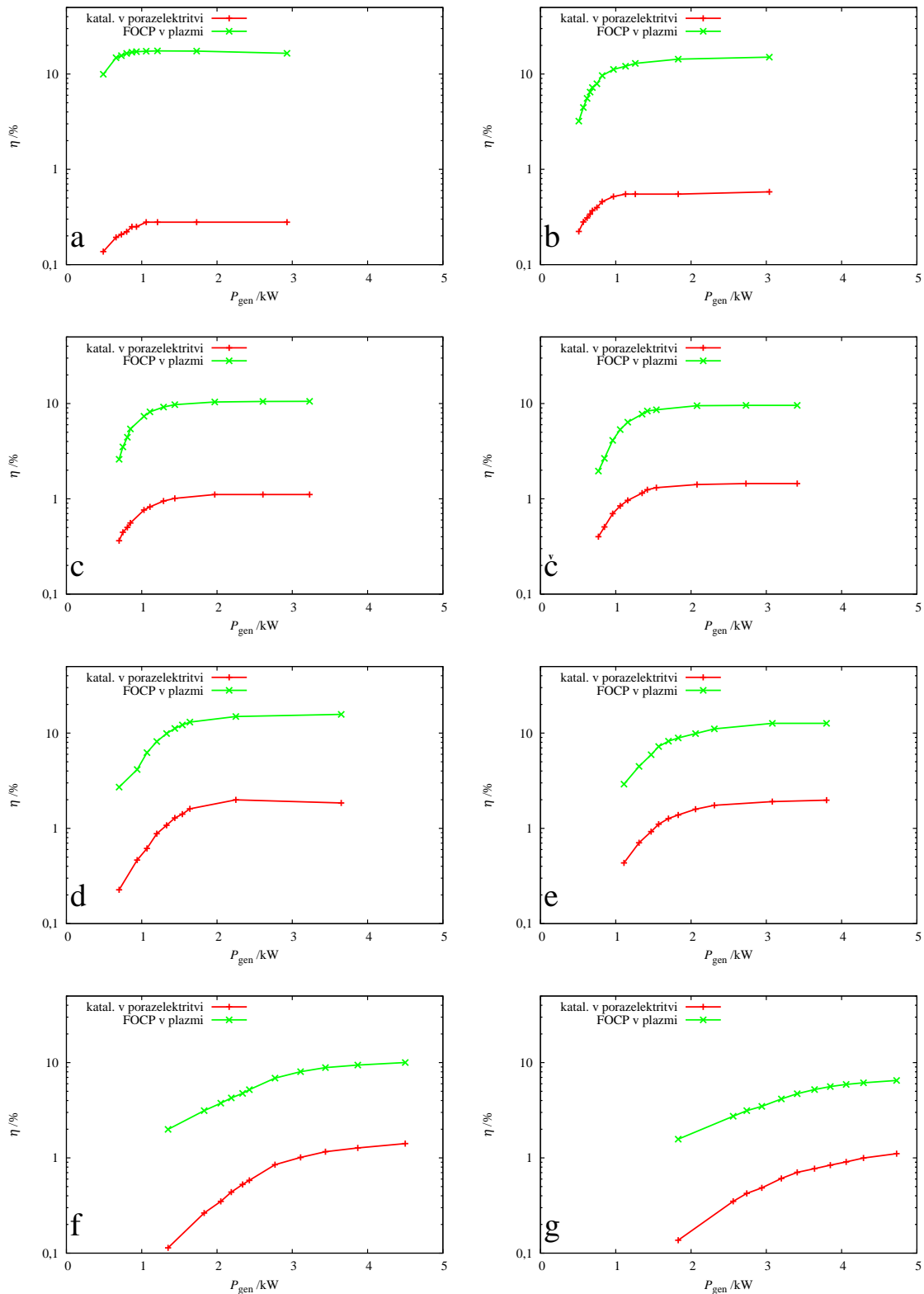


Slika 70: Stopnja disociacije kisika v odvisnosti od tlaka pri različnih močeh radiofrekvenčnega generatorja

K dejstvu, da se stopnja disociacije v porazelektritveni komori manjša z manjšanjem tlaka, prispeva tudi večanje števila heterogenih rekombinacij na stenah povezovalne cevi, kar se pri nižjih tlakih zgodi zaradi večje difuzije atomov na stene, saj so povprečne proste poti pri nižjih tlakih daljše.

Za konec smo si ogledali še primerjavo stopnje disociacije kisikovih molekul v porazelektritveni komori s stopnjami disociacij kisikovih molekul na robu razelektritvene cevi (slika 71).

Stopnja disociacije kisikovih molekul v razelektritveni cevi je za približno en red velikosti večja od stopnje disociacije kisikovih molekul v porazelektritveni komori. Razmerje med stopnjami disociacij je manjše kot razmerje med gostotami nevtralnih kisikovih atomov v razelektritveni cevi in porazelektritveni komori.



Slika 71: Stopnja disociacije kisika v razelektritveni cevi in v porazelektritveni komori v odvisnosti od moči radiofrekvenčnega generatorja pri različnih pretokih: 105 sccm (a), 140 sccm (b), 210 sccm (c), 280 sccm (č), 420 sccm (d), 560 sccm (e), 1400 sccm (f) in 2100 sccm (g)

### 4.3 Jedkanje napršenega a-C:H

Hitrost jedkanja napršenega amorfnega hidrogeniziranega ogljika smo merili na enak način kot avtorji članka [45]. Hitrost smo izračunali iz znane debeline depozita in časa jedkanja. Čas jedkanja je čas pretečen od vklopa plazme do trenutka, ko popolnoma pojedkamo vzorec. Čase smo določili s pomočjo pirometra tako, da smo opazovali spremembe emisivnosti vzorca.

Gostoto energijskega toka, ki jo seva vzorec, lahko izračunamo s pomočjo Planckovega zakona:

$$I(\lambda, T) = \frac{2hc^2}{\lambda^5} \frac{1}{e^{\frac{hc}{\lambda kT}} - 1}, \quad (4.12)$$

kjer je  $I$  intenziteta izsevane svetlobe idealnega črnega telesa,  $T$  absolutna temperatura črnega telesa,  $h$  Planckova konstanta,  $c$  hitrost svetlobe in  $k$  Boltzmannova konstanta. Gostoto energijskega toka izračunamo z integracijo intenzitete izsevane svetlobe (4.12) po valovni dolžini in prostorskem kotu. Če Planckov zakon integriramo po vseh valovnih dolžinah in po celotnem prostorskem kotu, dobimo Stefanov zakon:

$$j = \sigma \varepsilon_v T_v^4, \quad (4.13)$$

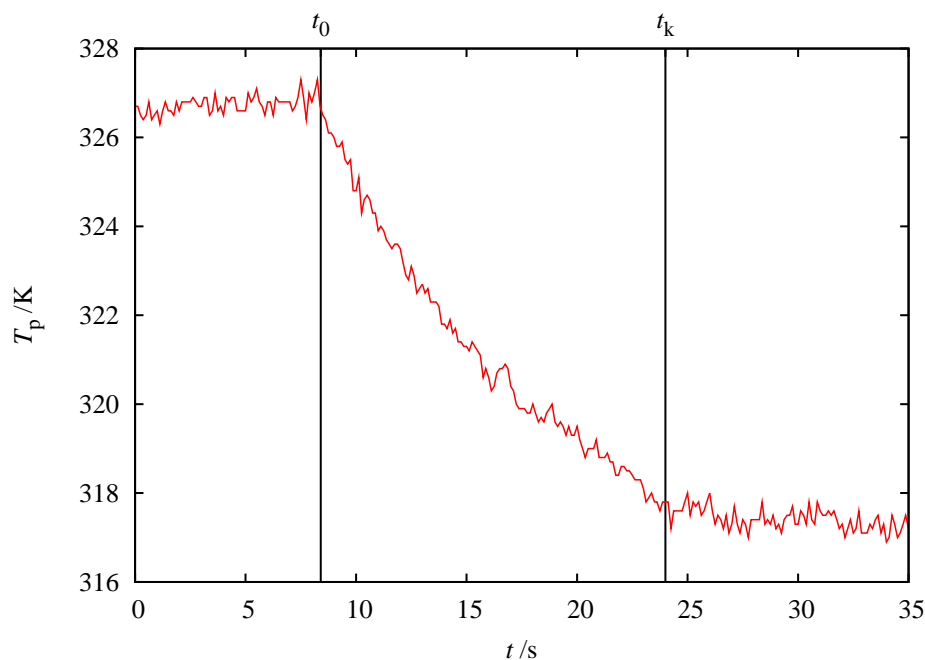
kjer je  $\sigma$  Stefanova konstanta,  $\varepsilon_v$  emisivnost vzorca in  $T_v$  temperatura vzorca. Ker pa temperaturo vzorca merimo s pirometrom, ki deluje v območju od  $8 \mu\text{m}$  do  $14 \mu\text{m}$ , moramo intenziteto izsevane svetlobe (4.12) integrirati le med tema dvema valovnima dolžinama. Pri integriranju moramo upoštevati tudi meje pri prostorskem kotu. S pirometrom zajamemo prostorski kot približno  $\approx 1 \times 10^{-3} \pi$ . Vse to lahko izračunamo z numerično integracijo. Problem pa nastane pri upoštevanju dejstva, da naš vzorec ni idealno črno telo. Pri izračunu gostote energijskega toka moramo zato upoštevati tudi emisivnost  $\varepsilon_v$ , ki pa je tudi odvisna od temperature in valovne dolžine. Ker te odvisnosti za naš vzorec ne poznamo, ne moremo točno izračunati, kakšna je gostota energijskega toka, ki jo pomerimo s pirometrom. Zato iz znane temperature vzorca  $T_v$ , nastavljenosti emisivnosti pirometra  $\varepsilon_p$  in s pirometrom izmerjene temperature  $T_p$  ne moremo izračunati emisivnosti vzorca  $\varepsilon_v$ . Z gotovostjo lahko torej rečemo le, da je temperatura  $T_p$ , ki jo prikazuje pirometer, odvisna od emisivnosti vzorca  $\varepsilon_v$ . To pa je vseeno dovolj za določitev časa jedkanja.

Na sliki 72 je prikazana tipična določitev časa jedkanja iz spremembe emisivnosti vzorca. Vzorec, nameščen na električni grelec, smo držali na konstantni temperaturi  $T_v$ . Emisivnost pirometra smo nastavili na  $\varepsilon_p = 0,1$  in temperaturo pirometra  $T_p$ , ki se je spreminjala s časom, zajemali z računalnikom.

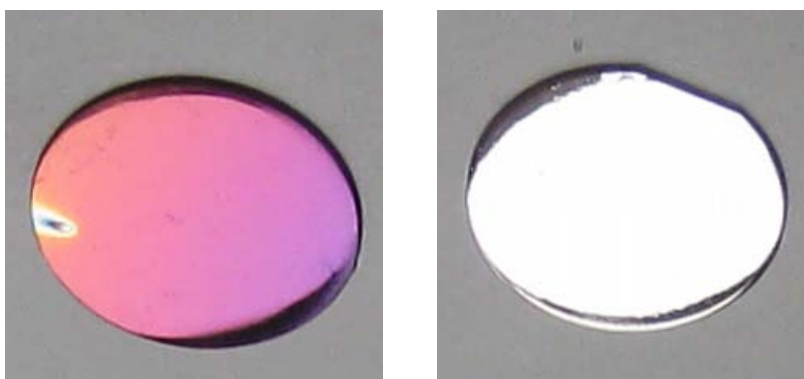
Vidimo, da se temperatura  $T_p$ , ki je konstantna pred vklopom plazme, takoj po vklopu plazme (po času  $t_0$ ) začne manjšati, dokler ne doseže konstantne vrednosti. V trenutku  $t_k$  je vzorec pojedkan. Čas jedkanja je  $t_{jed} = t_k - t_0$ . Hitrost jedkanja izračunamo iz znane debeline nanosov, ki je okoli  $d_v = 300 \text{ nm}$ , in časa jedkanja:

$$v_{jed} = \frac{d_v}{t_{jed}}. \quad (4.14)$$

Ker je jedkanje s prostim očesom zelo dobro vidno (na sliki 73 vidimo, da je razlika med neobdelanim vzorcem in obdelanim zelo očitna), smo čase jedkanja merili tudi s štoparico. Časi, pomerjeni s prostim očesom in z opazovanjem emisivnosti, so se razlikovali le za red velikosti 1 s.



Slika 72: Temperatura, ki jo prikazuje pirometer, v odvisnosti od časa ( $p = 50$  Pa,  $P_{\text{gen}} = 500$  W)



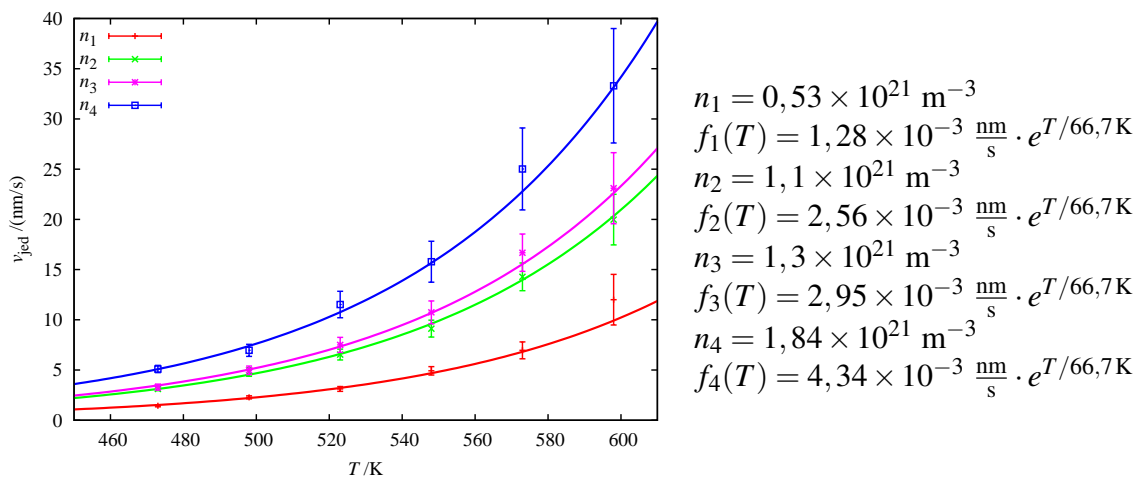
Slika 73: Fotografiji neobdelanega (levo) in obdelanega vzorca (desno)

Najprej smo narisali graf hitrosti jedkanja v odvisnosti od temperature vzorcev (vzorci smo z grelnikom držali na konstantni temperaturi) za različne gostote nevtralnih kisikovih atomov. Iz izmerjenih točk (slika 74) je bilo razvidno, da se hitrost jedkanja eksponentno večja s temperaturo vzorca. Najbolje prilagajocha se funkcija je torej oblike:

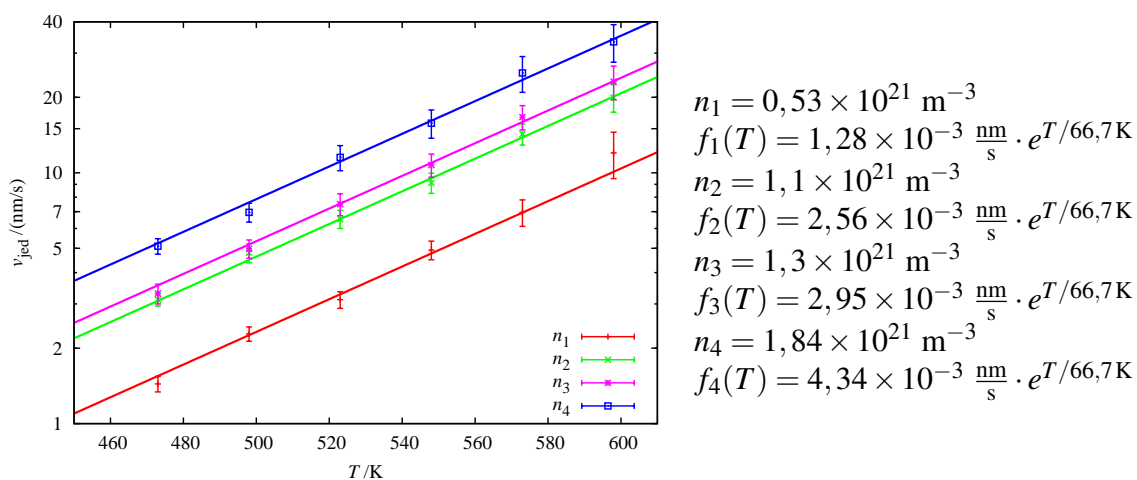
$$f(T) = a \cdot e^{bT}. \quad (4.15)$$

Iz izmerjenih točk na grafu, kjer je hitrost jedkanja v logaritemski skali (slika 75), pa je bilo mogoče sklepati, da je naklon premice v logaritemski skali pri vseh gostotah kisikovih atomov enak. Koeficient  $b$  v prilagoditveni funkciji (4.15) je torej neodvisen od gostote nevtralnih kisikovih atomov. Edino, kar se spreminja v odvisnosti od gostote nevtralnih kisikovih atomov, je koeficient  $a$ .

Funkcije na slikah 74 in 75 smo prilagajali po naslednjem postopku. Najprej smo programu za obdelavo podatkov pustili, da prosto izbere najboljše koeficiente  $a$  in  $b$ . Rezultati so pokazali, da se koeficienti  $b$  gibljejo okrog vrednosti  $0,015 \text{ K}^{-1}$  oziroma  $\frac{1}{66,7 \text{ K}}$ , zato smo pri nadaljnjem prilagajanju fiksirali vrednost  $b = 0,015 \text{ K}^{-1}$  in prilagajali le koeficient  $a$ .



Slika 74: Hitrost jedkanja v odvisnosti od temperature vzorcev in najbolj prilagajoče se funkcije za različne gostote nevtralnih kisikovih atomov



Slika 75: Hitrost jedkanja v logaritemski skali v odvisnosti od temperature vzorcev in najbolj prilagajoče se funkcije za različne gostote nevtralnih kisikovih atomov

Hitrost jedkanja napršenega amorfnega hidrogeniziranega ogljikovega nanosa je funkcija temperature vzorca in gostote nevtralnih kisikovih atomov:

$$v_{\text{jed}}(n_a, T) = a(n_a) \cdot e^{bT}. \quad (4.16)$$

Iz slike 76, kjer je hitrost jedkanja predstavljena v odvisnosti od gostote nevtralnih kisikovih atomov, pa je razvidno, da je hitrost jedkanja pri neki konstantni temperaturi vzorca linearna funkcija gostote nevtralnih kisikovih atomov:

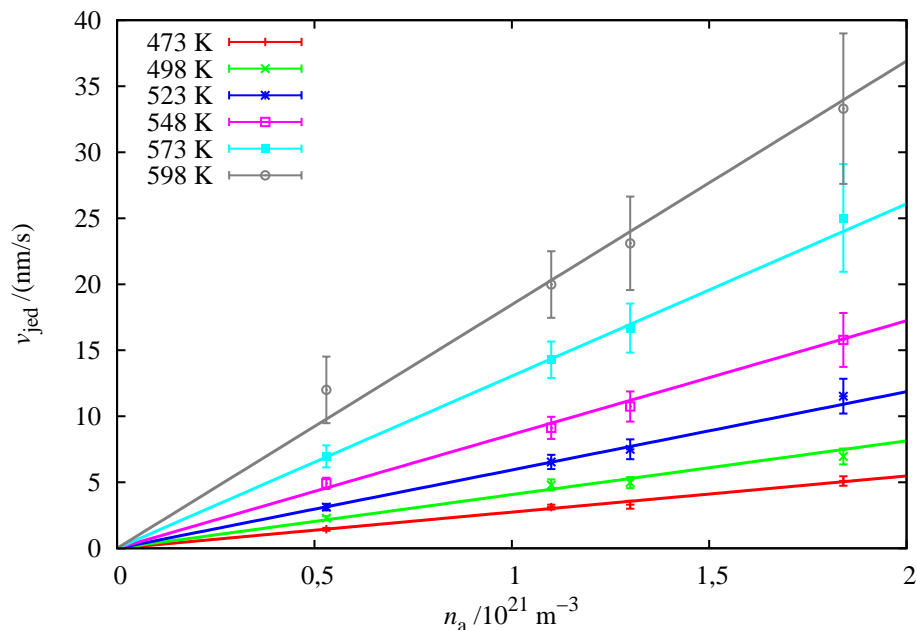
$$v_{\text{jed}}(n_a, T) = c(T) \cdot n_a, \quad (4.17)$$

oziroma, da je koeficient  $a(n_a)$  linearna funkcija oblike:

$$a(n_a) = d \cdot n_a. \quad (4.18)$$

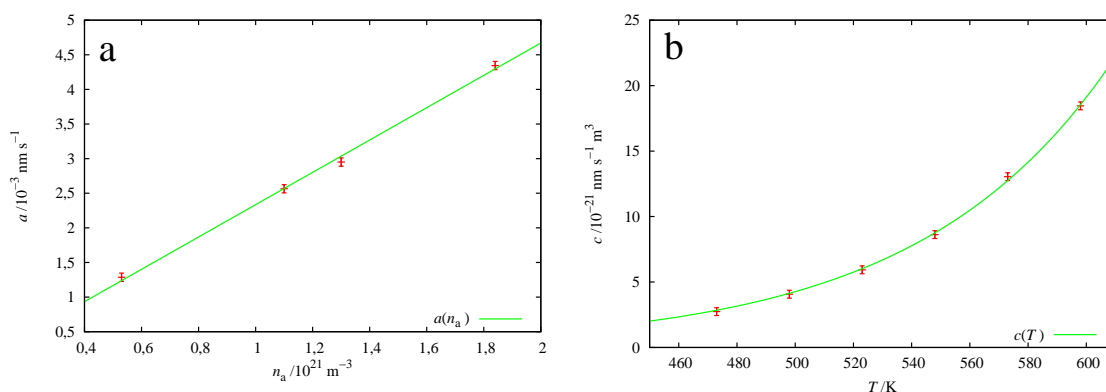
Končna oblika hitrosti jedkanja napršenega amorfnega hidrogeniziranega ogljikovega nanosa kot funkcija temperature vzorca in gostote nevtralnih kisikovih atomov je:

$$v_{\text{jed}}(n_a, T) = d \cdot n_a \cdot e^{bT}. \quad (4.19)$$



Slika 76: Hitrost jedkanja v odvisnosti od gostote nevtralnih kisikovih atomov in najbolj prilagajoče se linearne funkcije za različne temperature vzorca

Določiti moramo le še konstanto  $d$ , kar lahko naredimo na dva načina. S prilagajanjem linearne krivulje na koeficiente  $a$ , dobljene s prilagajanjem eksponentne funkcije na grafih, kjer je hitrost jedkanja odvisna od temperature (sliki 74 in 75), ali pa s prilagajanjem eksponentne funkcije na naklone premic  $c(T)$ , ki jih dobimo s prilagajanjem linearnih funkcij na grafu hitrost jedkanja v odvisnosti od gostote nevtralnih kisikovih atomov (slika 76). Na sliki 77 sta predstavljena oba načina z najbolj prilagojenimi funkcijami, od koder dobimo konstanto  $d$ .



Slika 77: Koeficienti  $a$  v odvisnosti od gostote nevtralnih kisikovih atomov z najbolj prilagajočo se funkcijo  $a(n_a) = 2,35 \times 10^{-24} \frac{\text{nm}}{\text{s}} \text{m}^3 \cdot n_a$  (a) in naklone premic  $c(T)$  v odvisnosti od temperature vzorcev z najbolj prilagajočo se funkcijo  $c(T) = 2,35 \times 10^{-24} \frac{\text{nm}}{\text{s}} \text{m}^3 \cdot e^{T/66,7\text{K}}$  (b)

Sedaj lahko zapišemo končno funkcijo za hitrost jedkanja napršenega amorfnega hidrogeniziranega ogljikovega nanosa z nevtralnimi kisikovimi atomi:

$$v_{\text{jed}}(n_a, T) = 2,35 \times 10^{-24} \frac{\text{nm}}{\text{s}} \text{m}^3 \cdot n_a \cdot e^{T/66,7\text{K}}. \quad (4.20)$$

Poudariti moramo, da so koeficienti, ki smo jih dobili s prilagajanjem, seveda odvisni od sestave depozita. Končna funkcija (4.20) velja torej le za naš depozit, katerega sestava je prikazana na profilnem diagramu na sliki 79.

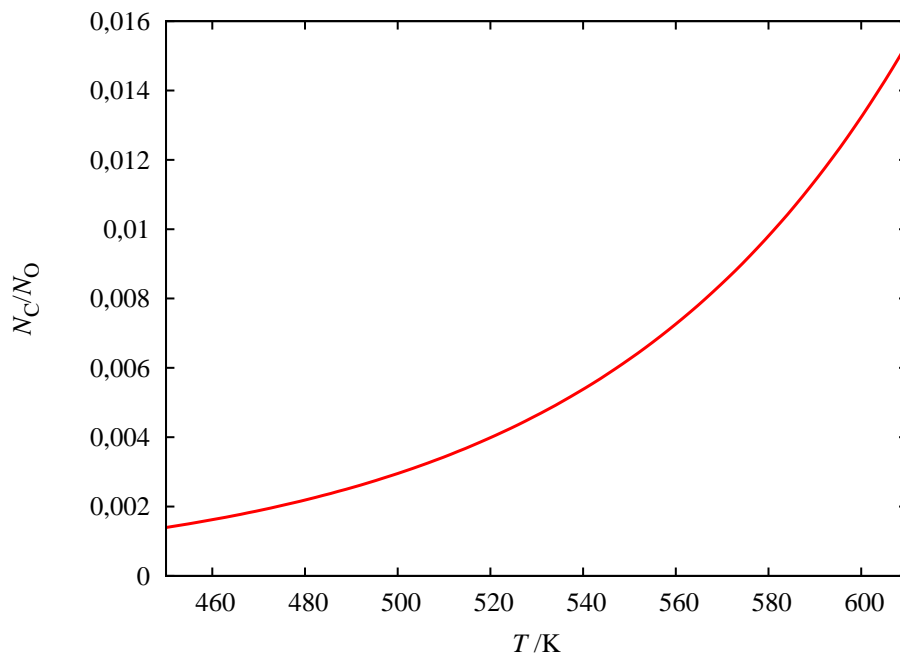
Če za naš nanos vzamemo približek amorfne ogljika z gostoto  $\rho = 2100 \text{ kg/m}^3$ , dobimo približno gostoto ogljikovih atomov v depozitu  $n_C \approx 1,1 \times 10^{29} \text{ m}^{-3}$ . Gostoto ogljikovih atomov pomnožimo s prostornino nanosa in dobimo število ogljikovih atomov v našem depozitu, ki je približno  $1,25 \times 10^{19}$ . Z zmnožkom gostote ogljikovih atomov in površine vzorca pa dobimo globinsko gostoto ogljikovih atomov, ki je približno  $\approx 4,17 \times 10^{16} \text{ C/nm}$ . Če enačbo (4.20) pomnožimo z globinsko gostoto ogljikovih atomov, dobimo izraz za hitrost jedkanja v enotah število ogljikovih atomov na sekundo (C/s):

$$v_{\text{jedC}}(n_a, T) = 9,8 \times 10^{-8} \frac{\text{C}}{\text{s}} \text{ m}^3 \cdot n_a \cdot e^{T/66,7\text{K}}. \quad (4.21)$$

Število C atomov, ki smo jih pojedkali na sekundo, je bilo približno reda velikosti  $\approx 5 \times 10^{17} \text{ C/s}$ .

Poglejmo si še, koliko nevtralnih kisikovih atomov je bilo potrebnih, da smo iz nanosa pojedkali en atom ogljika. Število kisikovih atomov, ki na enoto časa prileti na površino vzorca, izračunamo z zmnožkom površine vzorca  $S_v$  in gostote toka kisikovih atomov  $j$ :

$$\frac{N_O}{t} = j \cdot S_v = \frac{n_a \cdot v \cdot S_v}{4}. \quad (4.22)$$



Slika 78: Razmerje med številom pojedkanih ogljikovih atomov in številom vpadnih kisikovih atomov v odvisnosti od temperature vzorca

Število ogljikovih atomov, ki jih na enoto časa pojedkamo, pa dobimo z deljenjem celotnega števila ogljikovih atomov v depozitu s časom jedkanja:

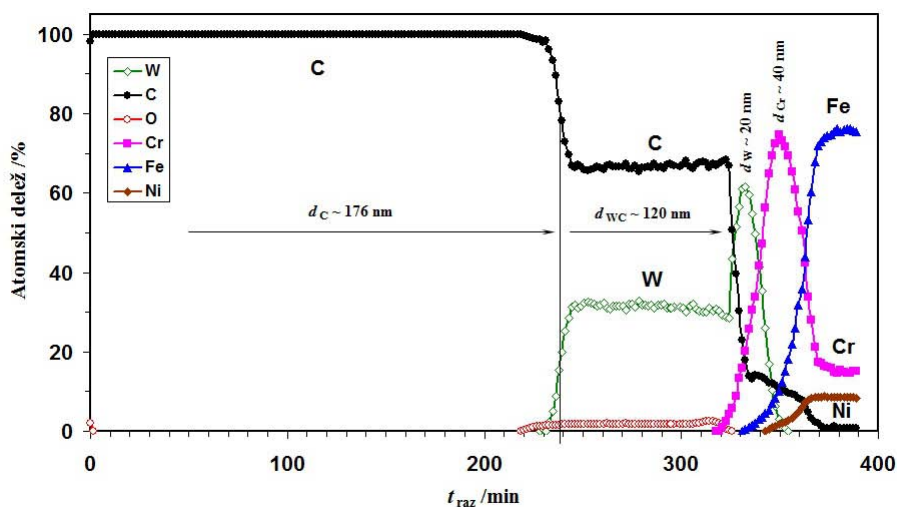
$$\frac{N_C}{t} = \frac{N_C \cdot v_{\text{jed}}}{d_v}, \quad (4.23)$$

kjer smo čase jedkanja izrazili s hitrostjo jedkanja (4.20) in debelino depozita  $d_v$ . Z deljenjem izraza (4.23) z (4.22) dobimo razmerje med številom pojedkanih ogljikovih atomov in številom vpadnih kisikovih atomov:

$$\frac{N_C}{N_O} = 1,64 \times 10^{-6} \cdot e^{T/66,7K}. \quad (4.24)$$

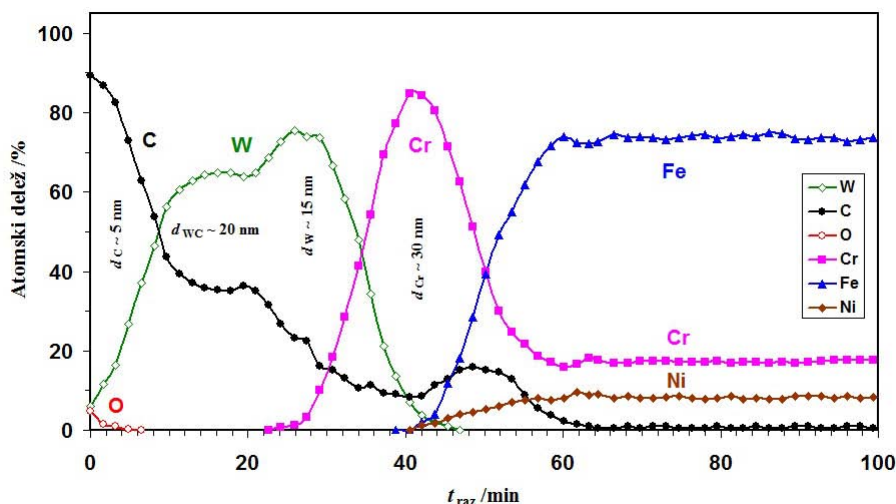
Na sliki 78 je narisana funkcija (4.24) v odvisnosti od temperature vzorca. Opazimo, da je razmerje med številom pojedkanih ogljikovih atomov in številom vpadnih kisikovih atomov zelo majhno. Pri temperaturah okoli 500 K se en atom ogljika pojedka z vsakim petstotim nevtralnimi kisikovimi atomom, pri temperaturah nad 580 K pa že z vsakim stotim. Pri sobni temperaturi vzorca je število nevtralnimi kisikovih atomov, ki so potrebni, da pojedkamo en ogljikov atom iz amorfnega hidrogeniziranega ogljikovega nanosa, veliko večje kot pri temperaturah vzorcev uporabljenih v tem eksperimentu. Če želimo pojedkati en ogljikov atom pri sobni temperaturi, potrebujemo vsaj 10000 nevtralnimi kisikovih atomov. To vrednost dobimo z enačbo (4.24), oziroma z ekstrapolacijo krivulje na sliki 78.

Naključni obdelan in neobdelan vzorec smo analizirali z AES profilno analizo. S profilnim diagramom neobdelanega vzorca (slika 79) dobimo sestavo depozita in potrdimo, da je debelina nanosa res okoli 300 nm. Iz sestave vidimo, da je zgornji del nanosa a-C:H, spodnji del nanosa pa mešanica a-C:H:W.



Slika 79: Profilni diagram neobdelanega vzorca a-C:H

Profilni diagram obdelanega vzorca (slika 80) pa nam pove, da smo z jedkanjem z nevtralnimi kisikovimi atomi res odstranili skoraj ves amorfni hidrogeniziran ogljikov nanos in večino mešanice a-C:H:W.



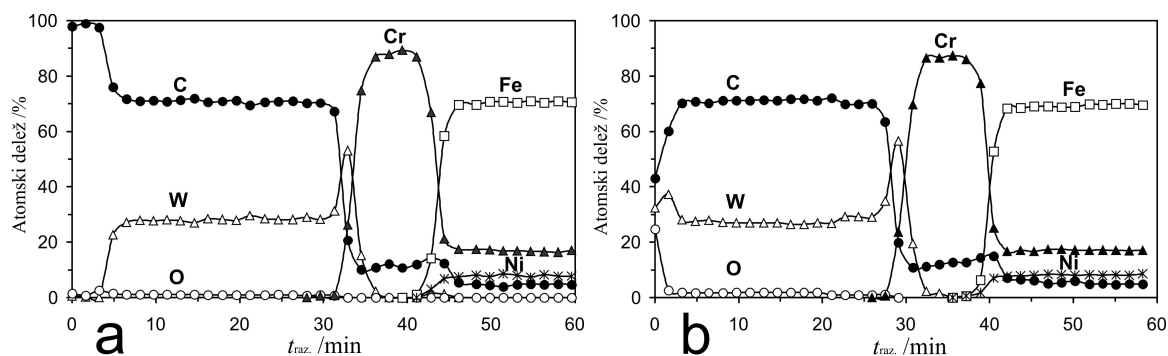
Slika 80: Profilni diagram pojedkanega vzorca a-C:H

#### 4.4 Jedkanje napršenega a-C:H:W

Jedkali smo tudi vzorce, na katerih je bila napršena mešanica a-C:H:W. V tem primeru smo vzorce namestili znotraj vzbujevalne tuljave in ne na grelec, kot v eksperimentu jedkanja a-C:H depozitov. Tokrat smo vzorce obdelovali pri različnih časih in obdelane vzorce analizirali s spektroskopijo Augerjevih elektronov.

Vzorce smo obdelovali v razelektrivnem delu v H-načinu pri tlaku 50 Pa in moči generatorja 700 W. Časi obdelave vzorcev so bili od 20 s do 10 min. En vzorec pa smo obdelovali 15 min pri 50 Pa in 300 W v E-načinu razelektritve.

Rezultati profilnih analiz neobdelanega in obdelanih vzorcev so prikazani na slikah 81–83. Na sliki 81 sta prikazana profilna diagrama neobdelanega vzorca in vzorca obdelanega v E-načinu razelektritve.

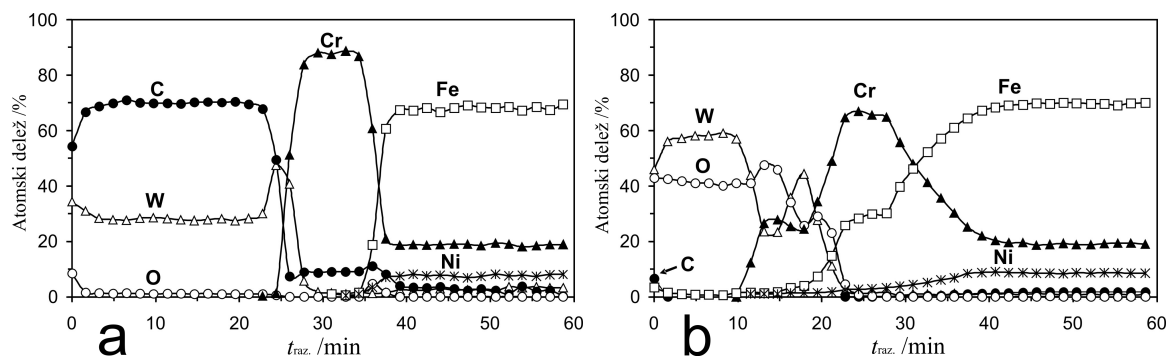


Slika 81: Profilni diagram neobdelanega vzorca a-C:H:W (a) in vzorca obdelanega v E-načinu razelektritve (b)

Na profilnem diagramu neobdelanega vzorca vidimo strukturo nanosa a-C:H:W. Kot pričakovano površinska plast vsebuje le ogljik, pri čemer je potrebno še enkrat omeniti, da s spektroskopijo Augerjevih elektronov ne zaznamo vodika. Pod tanko plastjo ogljika opazimo dokaj enakomerno plast, ki je sestavljena iz približno tretjine volframa in dveh tretjin ogljika. Enakomernost te plasti dokazuje visoko stopnjo stabilnosti pogojev, pri katerih so bili vzorci pripravljani. Globlje opazimo zelo tanko plast volframa, ki je zaradi boljše adhezije namerno nanesena na plast kroma. Zaradi enakega razloga je na nerjaveče je-

klo nanosena plast kroma. Plast kroma ni 100 % čista, saj v profilnem diagramu opazimo prisotnost ogljika ( $\approx 10\%$ ), ki je verjetno posledica difuzije ogljika.

Kot smo že omenili, smo vzorec jedkali pri dveh različnih pogojih: v H-načinu in v E-načinu. Iz profilnega diagrama vzorca obdelanega v E-načinu razelektritve (slika 81) vidimo, da se vzorec, kljub dokaj dolgi obdelavi v E-načinu razelektritve, nič kaj dosti ne razlikuje od neobdelanega vzorca. Edina razlika je pri tanki plasti ogljika, ki je pri obdelanem vzorcu pojedkana. Tukaj se dobro vidi velika razlika med odstranjevanjem ogljika v čistih hidrogeniziranih ogljikovih nanosih in nanosih mešanice a-C:H:W. Očitno je šibka plazma ustvarjena v E-načinu dovolj kemično reaktivna, da lahko odstrani le nanose a-C:H, ne pa tudi nanosov mešanice a-C:H:W. To pa ne velja za plazmo ustvarjeno v H-načinu, saj so rezultati (prikazani na slikah 82 in 83) pokazali, da ta plazma odstrani tudi nanose mešanice a-C:H:W.



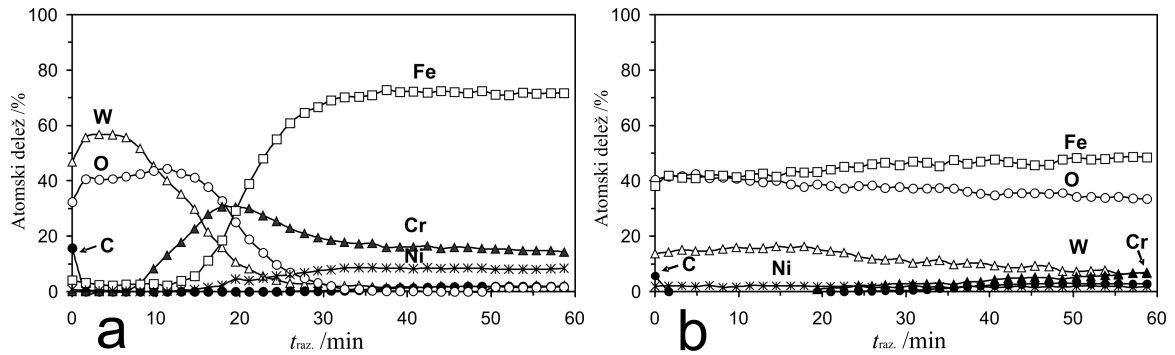
Slika 82: Profilna diagrama vzorcev a-C:H:W obdelanih v H-načinu razelektritve: obdelava 30 s (a) in 60 s (b)

Enak rezultat jedkanja, kot s 15-minutno obdelavo vzorca v E-načinu razelektritve, dobimo s 30-sekundno obdelavo v H-načinu razelektritve (slika 82 a). V tem kratkem času obdelave smo odstranili le plast hidrogeniziranega ogljika čisto na površini vzorca. Zanimivo je, da na površini obdelanega vzorca ni oksidov, glede na to da obdelujemo vzorce s kisikovo plazmo.

Rezultat jedkanja je popolnoma drugačen že pri 60-sekundni obdelavi. Čeprav smo čas obdelave le podvojili, pa iz profilnega diagrama (slika 82 b) vidimo, da smo uspešno odstranili ves ogljik. Tako razliko lahko razložimo s termičnimi efekti. Kot smo že omenili, so molekule znotraj razelektritve, ko je plazma v H-načinu, skoraj povsem disociirane. Neutralski kisikovi atomi s površinami reagirajo tako fizikalno kot kemijsko. Glavna kemijska reakcija je v našem primeru oksidacija hidrogeniziranega ogljika in volframa, glavna fizikalna reakcija pa heterogena površinska rekombinacija kisikovih atomov. Rekombinacijski koeficient ogljika je dokaj nizek in je reda velikosti  $10^{-3}$ , medtem ko je rekombinacijski koeficient za kovine mnogo večji, običajno okoli  $10^{-1}$ . To pomeni, da se vzorec ne bo izrazito segreval, dokler je na površini le ogljik. Takoj, ko ogljik pojedkamo in se na površini pojavi kovina, se površinske rekombinacije povečajo približno za faktor 100. Vzorec se segreva veliko hitreje in temperatura vzorca se krepko poviša. Velikansko razliko med obdelanima vzorcema prikazanima na sliki 82 lahko torej razložimo s povečano reaktivnostjo kisikovih atomov pri povišani temperaturi, kar smo dokazali v prejšnjem poglavju 4.3, kjer smo videli, da se hitrost jedkanja eksponentno veča s temperaturo vzorca.

Oglejmo si še, kaj se dogaja z vzorcem pri daljši obdelavi, kot je potrebna za odstranitev ogljikovih plasti. Na sliki 83 se pri vzorcu obdelanem 90 s vidi, da se zmanjša tudi plast kroma. Opazimo tudi majhno koncentracijo železa po celotni plasti volframovega oksida. Ker se morfologija vzorcev po obdelavi v kisikovi plazmi ne spremeni veliko, ne moremo

sprememb v koncentraciji elementov v plasteh razložiti z efekti hrapavosti. Opažena porazdelitev elementov torej nakazuje na difuzijo elementov med plastmi. To hipotezo potrjuje tudi profilni diagram vzorca, ki smo ga obdelovali 4 minute (slika 83 b). Opazimo lahko le dokaj homogeno plast, ki predvsem vsebuje železo, volfram in kisik. Zanimivo je, da na površini vzorca ni skoraj nič kroma. Na površini vzorca se torej po dolgi obdelavi v kisikovi plazmi formira dokaj debela plast železovega oksida.



Slika 83: Profilna diagrama vzorcev a-C:H:W obdelanih v H-načinu razelektritve: obdelava 90 s (a) in 240 s (b)



## 5 Zaključki

V tem delu smo opisali razvoj naprave za odstranjevanje depozitov v fuzijskih reaktorjih. Raziskali smo možnost čiščenja ogljikovih depozitov v tokamakih z uporabo nevtralnih kisikovih atomov. Za odstranjevanje hidrogeniziranih ogljikovih depozitov z nevtralnimi kisikovimi atomi z velikih površin je bilo potrebno razviti velik vir nevtralnih kisikovih atomov. Razvili smo velik plazemski reaktor, v katerem z radiofrekvenčnim generatorjem vzbujamo induktivno sklopljeno kisikovo plazmo. Znanje, potrebno za razvoj velikega plazemskega sistema, smo pridobili na manjšem plazemskem sistemu.

Najprej smo opravili vsestransko karakterizacijo malega plazemskega reaktorja. Raziskali smo obnašanje nekaterih ključnih plazemskih in razelektritvenih parametrov kisikove plazme v odvisnosti od tlaka in moči radiofrekvenčnega generatorja. Pri tlakih od 10 Pa do 200 Pa in močeh radiofrekvenčnega generatorja od 10 W do 1000 W smo pomerili gostoto nevtralnih kisikovih atomov na koncu razelektritvene cevi in električni tok ter napetost na vzbujevalni tuljavi. Gostote nevtralnih kisikovih atomov smo merili s klasično katalitično sondo.

Izvedli smo sistematične meritve atomov kisika v plazmi pri prehodih iz E- v H-način. Izmerjene gostote na koncu razelektritvene cevi, približno 35 cm od roba vzbujevalne tuljave, so bile reda velikosti  $1 \times 10^{21} \text{ m}^{-3}$ . Gostote nevtralnih kisikovih atomov v H-načinu so bile približno dvakrat večje kot v E-načinu. V okolici katalitične sonde je bila stopnja disociacije približno  $\sim 5 \%$ . Z optično emisijsko spektroskopijo smo pokazali, da je v območju znotraj vzbujevalne tuljave v H-načinu stopnja disociacije kisikovih molekul skoraj 100 %.

Iz meritev električnih parametrov smo izračunali približne vrednosti impedance plazme. Ugotovili smo, da je impedanca plazme v E-načinu razelektritve neodvisna od tlaka in da je realni del impedance dokaj majhen. V H-načinu je absolutna vrednost impedance plazme nekoliko manjša in odvisna od tlaka, medtem ko je realni del impedance dosti večji kot v E-načinu. Uporabna moč je v H-načinu, zaradi večjega realnega dela impedance, večja od uporabne moči v E-načinu za približno faktor 5.

Raziskali smo tudi prehode iz E- v H-način razelektritve pri neprekinjenem vzbujanju z radiofrekvenčnim generatorjem. Opazili smo histerezno obnašanje kisikove plazme. Prehod iz E- v H-način se namreč ne zgodi pri enaki moči generatorja, kot prehod nazaj iz H- v E-način. Histerezne krivulje smo opazili pri uporabni moči, električnih parametrih in pri gostoti nevtralnih kisikovih atomov v odvisnosti od moči generatorja.

Pri razvoju večjega plazemskega sistema smo najprej optimizirali sklop med radiofrekvenčnim generatorjem in nizkotlačno plazmo vzbujeno v 2 m dolgi stekleni razelektritveni cevi z zunanjim premerom 20 cm. Optimizacijo smo naredili z načrtovanjem uskladitvenega člena in razvojem posebne dvojne vzbujevalne tuljave. Uskladitveni člen smo načrtovali s pomočjo Smithovih diagramov in z izračunom koeficienta odbojnosti električnega vezja induktivno sklopljene plazme. S temi izračuni smo prišli tudi do ugotovitve, da bi bila za naš sistem najprimernejša uporaba dvojne vzbujevalne tuljave z manjšo induktivnostjo. To smo nato potrdili s primerjanjem intenzitet kisikovih emisijskih črt plazme vzbujene v navadni in v dvojni vzbujevalni tuljavi.

Ker smo skušali pokazati, koliko nevtralnih kisikovih atomov lahko prenesemo do delov tokamaka, kjer je jedkanje potrebno, smo razelektritveno cev povezali s porazelektritveno komoro. Uporabili smo približno 2 m dolgo stekleno povezovalno cev kompleksne oblike. Na velikem plazemskem sistemu smo nato izmerili učinkovite črpalne hitrosti in prevodnost povezovalne cevi. Sledila so sistematična merjenja gostot nevtralnih kisikovih atomov v porazelektritveni komori v odvisnosti od tlaka in moči radiofrekvenčnega generatorja. Gostote nevtralnih kisikovih atomov v porazelektritveni komori smo merili z navadno katalitično sondo. V porazelektritveni komori smo dosegli gostote do  $2,5 \times 10^{20} \text{ m}^{-3}$  in ugotovili, da za določeno moč generatorja obstaja optimalen tlak, pri katerem dosežemo največjo gostoto nevtralnih kisikovih atomov. S primerjavo gostot nevtralnih kisikovih atomov na robu razelektritvene cevi, ki smo jih istočasno merili z optično katalitično sondo, in gostot v porazelektritveni komori smo pokazali, kolikšen del atomov se rekombinira na stenah povezovalne cevi. Ugotovili smo, da je razmerje med tema dvema gostotama zelo odvisno od učinkovite črpalne hitrosti in da je optimalna učinkovita črpalna hitrost približno enaka prevodnosti povezovalne cevi. Pokazali smo tudi, da gostoto v porazelektritveni komori lahko še dodatno povečamo, če kisiku dodamo nekoliko žlahtnega plina.

Z zadnjim sklopom meritev, kjer smo se posvetili jedkanju amorfnih hidrogeniziranih ogljikovih nanosov in jedkanju nanosov mešanice amorfnega hidrogeniziranega ogljika in volframa, smo pokazali, da se nanosi a-C:H dobro jedkajo z nevtralnimi kisikovimi atomi. Dosegli smo hitrosti jedkanja do 35 nm/s. Ker smo vzorce a-C:H namestili na grelnik, smo lahko raziskali, kako je hitrost jedkanja odvisna od temperature vzorcev. Depozite smo jedkali pri različnih razelektritvenih parametrih oziroma pri različnih gostotah nevtralnih kisikovih atomov. Ugotovili smo, da je hitrost jedkanja a-C:H nanosov z nevtralnimi kisikovimi atomi eksponentno odvisna od temperature vzorcev in linearno odvisna od gostote nevtralnih kisikovih atomov. Za naše nanose, katerih sestavo smo pomerili z AES profilno analizo, smo dobili končno funkcijo hitrosti jedkanja v odvisnosti od temperature vzorca in gostote nevtralnih kisikovih atomov. S pomočjo AES profilne analize smo pokazali tudi, da je nanose mešanice a-C:H, W veliko težje odstraniti kot nanose a-C:H.

Stranski produkt merjenj je bil tudi izpopolnjeni postopek sistematičnih meritev gostote nevtralnih kisikovih atomov s katalitičnimi sondami. S postopkom, ki ga lahko uporabimo tako pri merjenju z navadno kot tudi pri merjenju z optično katalitično sondo, smo več kot razpolovili čase merjenj, izboljšali časovno ločljivost, izboljšali natančnost in znižali spodnjo mejo detekcije optične katalitične sonde. To smo dosegli z izboljšanim teoretičnim opisom ohlajanja sonde, s katerim smo povezali vrednost temperaturnih odvodov s temperaturo sonde. Odvodom, izmerjenim z meritvijo pri določenem tlaku in maksimalni vzbujevalni moči, smo prilagodili funkcijo, s katero smo lahko izračunali odvod temperature pri katerikoli temperaturi sonde. Iz izračunanega odvoda smo nato izračunali gostoto nevtralnih kisikovih atomov v okolici sonde.

Na koncu izpostavimo še izvirne znanstvene dosežke:

- pomerili smo gostote nevtralnih kisikovih atomov pri prehodih iz E- v H-način razelektritve in z meritvami električnih in plazemskih parametrov raziskali histerezno obnašanje induktivno sklopljene kisikove plazme,
- razvili, izdelali in patentirali smo novo metodo za sklopitev plazme z radiofrekvenčnim generatorjem,
- na velikem plazemskem sistemu smo raziskali vpliv prevodnosti povezovalne cevi in učinkovite črpalne hitrosti na prenos nevtralnih kisikovih atomov, podrobneje smo raziskali, kakšne so hitrosti jedkanja a-C:H nanosov v odvisnosti od temperature vzorcev

z nanosi in gostote nevtralnih kisikovih atomov,

- izpopolnili smo postopek sistematičnih meritev gostote atomov s katalitičnimi sondami, s katerim smo več kot razpolovili čase merjenj, izboljšali časovno ločljivost, izboljšali natančnost in znižali spodnjo mejo detekcije optične katalitične sonde.

Izvirnost doseženih rezultatov potrjujejo objave člankov v revijah *EPL*, *Journal of Fusion Energy* in *Sensors*, ki so uvrščene v zgornje četrtine revij SCI področja. Revija *Journal of Fusion Energy* je prva na področju jedrskih znanosti in tehnologij.



## 6 Zahvale

Na prvem mestu se zahvaljujem mentorjema prof. dr. Miranu Mozetiču in doc. dr. Alenki Vesel za vso pomoč in vodenje pri delu opisanem v tej disertaciji. Zahvaljujem se sodelavcem z Odseka za tehnologijo površin in optoelektroniko (F4) za koristne nasvete in pomoč pri postavitvi plazemskih sistemov.

Sodelavcem iz Odseka za tanke plasti in površine (F3) se zahvaljujem za pripravo vzorcev z ogljikovimi nanosi. Za AES profilne analize vzorcev se zahvaljujem sodelavcem iz laboratorija za analizo površin.

Podjetju Induktio d.o.o. se zahvaljujem, ker so mi omogočili položaj mladega raziskovalca iz gospodarstva. Operacijo je delno financirala Evropska unija, in sicer iz Evropskega socialnega sklada.

Na koncu se zahvaljujem svoji družini za vso podporo, še posebej Katji in Eli, ki sta več kot razpolovili stres in mi tako omogočili boljšo osredotočenost in zbranost pri delu.



## 7 Literatura in viri

- [1] *Key World Energy STATISTICS* (International Energy Agency, Pariz, 2011).
- [2] Freidberg, J. P. *Plasma Physics and Fusion Energy* (Cambridge University Press, Cambridge, 2007).
- [3] Van Oost, G.; Rebhan, E. Thermonuclear burn criteria. *Fusion Science and Technology* **53**, 16–26 (2008).
- [4] Pitts, R. A.; Carpentier, S.; Escourbiac, F.; Hirai, T.; Komarov, V.; Kukushkin, A. S.; Lisgo, S.; Loarte, A.; Merola, M.; Mitteau, R.; Raffray, A. R.; Shimada, M.; Stangeby, P. C. Physics basis and design of the ITER plasma-facing components. *Journal of Nuclear Materials* **415**, S957–S964 (2011).
- [5] Richou, M.; Missirlan, M.; Riccardi, B.; Gavila, P.; Desgranges, C.; Vignal, N.; Cantone, V.; Constans, S. Fatigue lifetime of repaired high heat flux components for ITER divertor. *Fusion Engineering and Design* **86**, 1771–1775 (2011).
- [6] ITER, The Machine. <http://www.iter.org/mach> (dostop: april 2012).
- [7] Missirlan, M.; Richou, M.; Riccardi, B.; Gavila, P.; Loarer, T.; Constans, S. The heat removal capability of actively cooled plasma-facing components for the ITER divertor. *Physica Scripta* **T145**, 014080 (2011).
- [8] Loarer, T. Fuel retention in tokamaks. *Journal of Nuclear Materials* **390–91**, 20–28 (2009).
- [9] Roth, J.; Tsitrone, E.; Loarer, T.; Philipps, V.; Brezinsek, S.; Loarte, A.; Counsell, G. F.; Doerner, R. P.; Schmid, K.; Ogorodnikova, O. V.; Causey, R. A. Tritium inventory in ITER plasma-facing materials and tritium removal procedures. *Plasma Physics and Controlled Fusion* **50**, 103001 (2008).
- [10] Counsell, G.; Coad, P.; Grisola, C.; Hopf, C.; Jacob, W.; Kirschner, A.; Kreter, A.; Krieger, K.; Likonen, J.; Philipps, V.; Roth, J.; Rubel, M.; Salancon, E.; Semerok, A.; Tabares, F. L.; Widdowson, A.; contributors, J. E. Tritium retention in next step devices and the requirements for mitigation and removal techniques. *Plasma Physics and Controlled Fusion* **48**, B189–B199 (2006).
- [11] Tabares, F.; Tafalla, D.; Tanarro, I.; Herrero, V.; Islyaikin, A. Mass spectrometric studies of the mechanism of film inhibition in hydrogen/methane plasmas in the presence of nitrogen. *Vacuum* **73**, 161–167 (2004).
- [12] Tabares, F.; Tafalla, D.; Rohde, V.; Stamp, M.; Matthews, G.; Esser, G.; Philipps, V.; Doerner, R.; Baldwin, M. Studies of a-C:D film inhibition by nitrogen injection in laboratory plasmas and divertors. *Journal of Nuclear Materials* **337**, 867–871 (2005).

- [13] Tabares, F.; Rohde, V.; Team, A. U. Suppression of carbon re-deposition by nitrogen injection in the sub-divertor region of ASDEX-Upgrade. *Nuclear Fusion* **45**, L27–L31 (2005).
- [14] Cvelbar, U.; Mozetič, M. Osnove fizike kisikove plazme. *Vakuumist* **27**, 24–33 (2007).
- [15] Mozetič, M. Termodinamsko neravnovesno stanje plina: Nemanič, V. (ur.) *Vakuumska znanost in tehnika*. 27–35 (Društvo za vakuumsko tehniko Slovenije, Ljubljana, 2003).
- [16] Cvelbar, U. Towards large-scale plasma-assisted synthesis of nanowires. *Journal of Physics D: Applied Physics* **44**, 174014 (2011).
- [17] Cvelbar, U.; Chen, Z.; Sunkara, M. K.; Mozetič, M. Spontaneous growth of superstructure  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanowire and nanobelt arrays in reactive oxygen plasma. *Small* **4**, 1610–1614 (2008).
- [18] Mozetič, M. Extremely non-equilibrium oxygen plasma for direct synthesis of metal oxide nanowires on metallic substrates. *Journal of Physics D: Applied Physics* **44**, 174028 (2011).
- [19] Vesel, A.; Mozetič, M.; Jaganjac, M.; Milkovic, L.; Cipak, A.; Zarkovic, N. Biocompatibility of oxygen-plasma-treated polystyrene substrates. *European Physical Journal: Applied Physics* **56**, 24024 (2011).
- [20] Cvelbar, U.; Mozetič, M.; Hauptman, N.; Klanjsek-Gunde, M. Degradation of Staphylococcus aureus bacteria by neutral oxygen atoms. *Journal of Applied Physics* **106**, 103303 (2009).
- [21] Vesel, A. Modification of polystyrene with a highly reactive cold oxygen plasma. *Surface & Coatings Technology* **205**, 490–497 (2010).
- [22] Vrlinič, T.; Vesel, A.; Cvelbar, U.; Krajnc, M.; Mozetič, M. Rapid surface functionalization of poly(ethersulphone) foils using a highly reactive oxygen-plasma treatment. *Surface and Interface Analysis* **39**, 476–481 (2007).
- [23] Sugiyama, K.; Sakawa, Y.; Tanabe, T.; Watanabe, D.; Shibahara, T.; Masaki, K. Removal of the deposition on JT-60 tile by nano-sec pulsed-laser irradiation. *Journal of Nuclear Materials* **405**, 70–73 (2010).
- [24] Davis, J. W.; Haasz, A. A. Oxidation of carbon deposits as a fuel removal technique for application in fusion devices. *Journal of Nuclear Materials* **390–91**, 532–537 (2009).
- [25] Davis, J.; Hamilton, C.; Haasz, A.; Macaulay-Newcombe, R. Thermo-oxidation of hard carbon films with tungsten surface impurity. *Journal of Nuclear Materials* **305**, 66–69 (2002).
- [26] Davis, J.; Haasz, A. Overview of thermo-oxidation of tokamak codeposits. *Physica Scripta* **T91**, 33–35 (2001).
- [27] Zaplotnik, R.; Vesel, A.; Mozetič, M. A powerful remote source of O atoms for the removal of hydrogenated carbon deposits. *Journal of Fusion Energy* **31**, 351–360 (2011).
- [28] Jacob, W.; Hopf, C.; Schluter, M. Chemical sputtering of carbon by nitrogen ions. *Applied Physics Letters* **86**, 204103 (2005).

- [29] Schwarz-Selinger, T.; Hopf, C.; Sun, C.; Jacob, W. Growth and erosion of amorphous carbon (a-C:H) films by low-temperature laboratory plasmas containing H and N mixtures. *Journal of Nuclear Materials* **363**, 174–178 (2007).
- [30] Schulz, C.; Kreter, A.; Philipps, V.; Litnovsky, A.; Samm, U. Fuel removal from castellated structures by plasma discharges in hydrogen and oxygen. *Journal of Nuclear Materials* **415**, S781–S784 (2011).
- [31] Vesel, A.; Mozetič, M.; Panjan, P.; Hauptman, N.; Klanjsek-Gunde, M.; Balat-Pichelin, M. Etching of carbon-tungsten composite with oxygen plasma. *Surface & Coatings Technology* **204**, 1503–1508 (2010).
- [32] Vesel, A.; Mozetič, M.; Panjan, P.; Hauptman, N.; Klanjsek-Gunde, M.; Balat-Pichelin, M. Interaction of hydrogen plasma with carbon-tungsten composite layer. *Nuclear Engineering and Design* **241**, 1255–1260 (2011).
- [33] Ferreira, J. A.; Tabares, F. L.; Tafalla, D. Alternative cleaning technique for the removal of carbon deposits. *Journal of Nuclear Materials* **363**, 888–892 (2007).
- [34] Philipps, V.; Sergienko, G.; Lysoivan, A.; Esser, H. G.; Freisinger, M.; Kreter, A.; Samm, U. Removal of carbon layers by oxygen glow discharges in textor. *Journal of Nuclear Materials* **363**, 929–932 (2007).
- [35] Kholodkova, N. V.; Kholodkov, I. V.; Brovikova, I. N. The effect of argon addition on the dissociation of oxygen molecules in a dc glow discharge. *High Temperature* **47**, 448–451 (2009).
- [36] Primc, G.; Zaplotnik, R.; Vesel, A.; Mozetič, M. Microwave discharge as a remote source of neutral oxygen atoms. *AIP Advances* **1**, 022129 (2011).
- [37] Vrlinic, T.; Mille, C.; Debarnot, D.; Poncin-Epaillard, F. Oxygen atom density in capacitively coupled RF oxygen plasma. *Vacuum* **83**, 792–796 (2009).
- [38] Mozetič, M.; Vesel, A.; Cvelbar, U.; Ricard, A. An iron catalytic probe for determination of the O-atom density in an Ar/O<sub>2</sub> afterglow. *Plasma Chemistry and Plasma Processing* **26**, 103–117 (2006).
- [39] Vesel, A.; Mozetič, M. Behaviour of catalytic probe during surface activation of polyether sulphone. *Vacuum* **61**, 373–377 (2001).
- [40] Mozetič, M. Controlled oxidation of organic compounds in oxygen plasma. *Vacuum* **71**, 237–240 (2003).
- [41] Drenik, A.; Cvelbar, U.; Vesel, A.; Mozetič, M. Weakly ionized oxygen plasma. *Informacije MIDEM – Journal of Microelectronics Electronic Components and Materials* **35**, 85–91 (2005).
- [42] Wickramanayaka, S.; Hosokawa, N.; Hatanaka, Y. Variation of the recombination coefficient of atomic oxygen on pyrex glass with applied RF power. *Japanese Journal of Applied Physics Part 1* **30**, 2897–2900 (1991).
- [43] Morgan, J. E.; Elias, L.; Schiff, H. I. Recombination of oxygen atoms in the absence of O<sub>2</sub>. *The Journal of Chemical Physics* **33**, 930–931 (1960).

- [44] Hacker, D. S.; Marshall, S. A.; Steinberg, M. Recombination of atomic oxygen on surfaces. *The Journal of Chemical Physics* **35**, 1788–1792 (1961).
- [45] Drenik, A.; Vesel, A.; Mozetič, M. Controlled carbon deposit removal by oxygen radicals. *Journal of Nuclear Materials* **386**, 893–895 (2009).
- [46] Drenik, A.; Eleršič, K.; Modic, M.; Panjan, P. Probability of recombination and oxidation of O atoms on a-C:H surface. *Materiali in Tehnologije* **45**, 281–285 (2011).
- [47] Ricard, A.; Czerwiec, T.; Belmonte, T.; Bockel, S.; Michel, H. Detection by emission spectroscopy of active species in plasma-surface processes. *Thin Solid Films* **341**, 1–8 (1999).
- [48] Dimauro, L.; Gottscho, R.; Miller, T. 2-photon laser-induced fluorescence monitoring of O-atoms in a plasma-etching environment. *Journal of Applied Physics* **56**, 2007–2011 (1984).
- [49] Goehlich, A.; Kawetzki, T.; Dobeles, H. On absolute calibration with xenon of laser diagnostic methods based on two-photon absorption. *Journal of Chemical Physics* **108**, 9362–9370 (1998).
- [50] Coburn, J.; Chen, M. Optical-emission spectroscopy of reactive plasmas - a method for correlating emission intensities to reactive particle density. *Journal of Applied Physics* **51**, 3134–3136 (1980).
- [51] Booth, J.; Joubert, O.; Pelletier, J.; Sadeghi, N. Oxygen atom actinometry reinvestigated: Comparison with absolute measurements by resonance-absorption at 130 nm. *Journal of Applied Physics* **69**, 618–626 (1991).
- [52] Walkup, R.; Saenger, K.; Selwyn, G. Studies of atomic oxygen in O<sub>2</sub> + CF<sub>4</sub> rf discharges by 2-photon laser-induced fluorescence and optical-emission spectroscopy. *Journal of Chemical Physics* **84**, 2668–2674 (1986).
- [53] Macko, P.; Veis, P.; Cernogora, G. Study of oxygen atom recombination on a pyrex surface at different wall temperatures by means of time-resolved actinometry in a double pulse discharge technique. *Plasma Sources Science & Technology* **13**, 251–262 (2004).
- [54] Smith, W. V. The surface recombination of H atoms and OH radicals. *The Journal of Chemical Physics* **11**, 110–125 (1943).
- [55] Wood, B. J.; Wise, H. Kinetics of hydrogen atom recombination on surfaces<sup>1</sup>. *The Journal of Physical Chemistry* **65**, 1976–1983 (1961).
- [56] Brix, P.; Herzberg, G. The dissociation energy of oxygen. *The Journal of Chemical Physics* **21**, 2240–2240 (1953).
- [57] Babič, D.; Poberaj, I.; Mozetič, M. Fiber optic catalytic probe for weakly ionized oxygen plasma characterization. *Review of Scientific Instruments* **72**, 4110–4114 (2001).
- [58] El-Fayoumi, I.; Jones, I.; Turner, M. Hysteresis in the E- to H-mode transition in a planar coil, inductively coupled rf argon discharge. *Journal of Physics D: Applied Physics* **31**, 3082–3094 (1998).

- [59] Chen, Y.; Guo, Z.-G.; Zhu, X.-M.; Mao, Z.-G.; Pu, Y.-K. Spatially resolved optical emission spectroscopy investigation of E and H modes in cylindrical inductively coupled plasmas. *Journal of Physics D: Applied Physics* **40**, 5112–5116 (2007).
- [60] Xu, S.; Ostrikov, K.; Luo, W.; Lee, S. Hysteresis and mode transitions in a low-frequency inductively coupled plasma. *Journal of Vacuum Science & Technology A* **18**, 2185–2197 (2000).
- [61] Abdel-Rahman, M.; Gathen, V. S.-v. d.; Gans, T. Transition phenomena in a radio-frequency inductively coupled plasma. *Journal of Physics D: Applied Physics* **40**, 1678–1683 (2007).
- [62] Daltrini, A. M.; Moshkalev, S. A.; Morgan, T. J.; Piejak, R. B.; Graham, W. G. Plasma power measurement and hysteresis in the E–H transition of a rf inductively coupled plasma system. *Applied Physics Letters* **92**, 061504 (2008).
- [63] Singh, S. V.; Kempkes, P.; Soltwisch, H. Electron energy distribution function close to the mode transition region in an inductively coupled gaseous electronics conference reference cell. *Applied Physics Letters* **89**, 161501 (2006).
- [64] Singh, S. V.; Pargmann, C. Electrical characterization of an inductively coupled gaseous electronics conference reference cell. *Journal of Applied Physics* **104**, 083303 (2008).
- [65] Kempkes, P.; Singh, S. V.; Pargmann, C.; Soltwisch, H. Temporal behaviour of the E to H mode transition in an inductively coupled argon discharge. *Plasma Sources Science & Technology* **15**, 378–383 (2006).
- [66] Scherz, P. *Practical Electronics for Inventors* (McGraw-Hill, New York, 2007).
- [67] Grebennikov, A. *RF and Microwave power amplifier design* (McGraw-Hill, New York, 2005).
- [68] Chan, K. C.; Harter, A. Impedance matching and the Smith chart – The fundamentals. *RF Design* **1**, 52–66 (2000).
- [69] Orfanidis, S. J. *Electromagnetic Waves and Antennas* (Rutgers University, Piscataway, 2002).
- [70] Cvelbar, U.; Mozetič, M.; Babič, D.; Poberaj, I.; Ricard, A. Influence of effective pumping speed on oxygen atom density in a plasma post-glow reactor. *Vacuum* **80**, 904–907 (2006).
- [71] Umrath, W. *Fundamentals of Vacuum Technology* (Oerlikon Leybold, Cologne, 2007).
- [72] Mozetič, M.; Vesel, A.; Drenik, A.; Poberaj, I.; Babič, D. Catalytic probes for measuring H distribution in remote parts of hydrogen plasma reactors. *Journal of Nuclear Materials* **363**, 1457–1460 (2007).
- [73] Cvelbar, U.; Mozetič, M.; Ricard, A. Characterization of oxygen plasma with a fiber optic catalytic probe and determination of recombination coefficients. *IEEE Transactions on Plasma Science* **33**, 834–837 (2005).

- [74] Sorli, I.; Rocak, R. Determination of atomic oxygen density with a nickel catalytic probe. *Journal of Vacuum Science & Technology A – Vacuum Surfaces and Films* **18**, 338–342 (2000).
- [75] Poberaj, I.; Mozetič, M.; Babič, D. Comparison of fiber optics and standard nickel catalytic probes for determination of neutral oxygen atoms concentration. *Journal of Vacuum Science & Technology A – Vacuum Surfaces and Films* **20**, 189–193 (2002).
- [76] Mozetič, M.; Ricard, A.; Babič, D.; Poberaj, I.; Levaton, J.; Monna, V.; Cvelbar, U. Comparison of NO titration and fiber optics catalytic probes for determination of neutral oxygen atom concentration in plasmas and postglows. *Journal of Vacuum Science & Technology A* **21**, 369–374 (2003).
- [77] Takeda, K.; Takashima, S.; Ito, M.; Hori, M. Absolute density and temperature of O(<sup>1</sup>D<sub>2</sub>) in highly Ar or Kr diluted O<sub>2</sub> plasma. *Applied Physics Letters* **93**, 021501 (2008).
- [78] Vesel, A.; Mozetič, M.; Balat-Pichelin, M. Oxygen atom density in microwave oxygen plasma. *Vacuum* **81**, 1088–1093 (2007).
- [79] Balat-Pichelin, M.; Vesel, A. Neutral oxygen atom density in the MESOX air plasma solar furnace facility. *Chemical Physics* **327**, 112–118 (2006).
- [80] Zaplotnik, R.; Vesel, A.; Mozetič, M. *Metoda in naprava za vzbujanje visokofrekvenčne plinske plazme: patentna prijava P-201100025* (Urad RS za intelektualno lastnino, Ljubljana, 2011).
- [81] Watts, J. F.; Wolstenholme, J. *An Introduction to Surface Analysis by XPS and AES* (John Wiley & Sons Ltd., Chichester, 2003).
- [82] Davis, L. E.; MacDonald, N. C.; Palmberg, P. W.; Riach, G. E.; Weber, R. E. *Handbook of Auger Electron Spectroscopy* (Physical Electronics Industries Inc., Eden Prairie, 1976).
- [83] Takechi, K.; Lieberman, M. Effect of Ar addition to an O<sub>2</sub> plasma in an inductively coupled, traveling wave driven, large area plasma source: O<sub>2</sub>/Ar mixture plasma modeling and photoresist etching. *Journal of Applied Physics* **90**, 3205–3211 (2001).
- [84] Baxter, H. C.; Campbell, G. A.; Richardson, P. R.; Jones, A. C.; Whittle, I. R.; Casey, M.; Whittaker, A. G.; Baxter, R. L. Surgical instrument decontamination: Efficacy of introducing an argon: oxygen RF gas-plasma cleaning step as part of the cleaning cycle for stainless steel instruments. *IEEE Transactions on Plasma Science* **34**, 1337–1344 (2006).
- [85] Tadokoro, M.; Hirata, H.; Nakano, N.; Petrovic, Z.; Makabe, T. Time resolved optical emission spectroscopy of an inductively coupled plasma in argon and oxygen. *Physical Review E* **57**, R43–R46 (1998).

## Kazalo slik

1	Presek tokamaka ITER in skica preseka divertorske kasete . . . . .	2
2	Fotografiji E- in H-načina . . . . .	16
3	Električno polje v E- in H-načinu . . . . .	17
4	Tri osnovne vrste uskladitvenih členov . . . . .	19
5	Realni del impedance Smithovega diagrama . . . . .	20
6	Imaginarni del impedance Smithovega diagrama . . . . .	20
7	Smithov diagram . . . . .	21
8	Shema električnega vezja induktivno sklopljene plazme . . . . .	22
9	Uporaba Smithovega diagrama za prenosno linijo . . . . .	24
10	Skica katalitične sonde . . . . .	29
11	Skica optične katalitične sonde (FOCP) . . . . .	30
12	Tipična meritev temperature katalitične sonde . . . . .	33
13	Postavitev eksperimenta na malem plazemskem sistemu . . . . .	34
14	Vakuumska shema malega plazemskega sistema . . . . .	35
15	Smithov diagram za uskladitveni člen VM 1500 . . . . .	36
16	Koeficient odbojnosti za mali plazemski sistem v odvisnosti od kapacitivnosti $C_1$ in $C_t$ . . . . .	36
17	Uskladitvena točka v odvisnosti od upornosti plazme in induktivnosti vzbujevalne tuljave za $L$ uskladitveni člen . . . . .	37
18	Uskladitvena točka v odvisnosti od upornosti plazme za $L = 0,7 \mu\text{H}$ . . . . .	38
19	Koeficient odbojnosti v odvisnosti od upornosti plazme . . . . .	38
20	Vakuumska shema velikega plazemskega sistema . . . . .	39
21	Povezovalna steklena cev . . . . .	40
22	Postavitev eksperimenta na velikem plazemskem sistemu . . . . .	40
23	Fotografija dvojne vzbujevalne tuljave in razelektritvene cevi . . . . .	41
24	Smithov diagram za uskladitveni člen $L_1$ . . . . .	42
25	Smithov diagram za uskladitveni člen $L_2$ . . . . .	43
26	Skica konstrukcije uskladitvenega člena . . . . .	43
27	Koeficient odbojnosti za veliki plazemski sistem z navadno vzbujevalno tuljavo z induktivnostjo $L_1 = 1,1 \mu\text{H}$ . . . . .	44
28	Koeficient odbojnosti za veliki plazemski sistem z dvojno vzbujevalno tuljavo z induktivnostjo $L_1 = 0,5 \mu\text{H}$ . . . . .	44
29	Uskladitvena točka v odvisnosti od upornosti plazme za $L = 1,1 \mu\text{H}$ in $L = 0,5 \mu\text{H}$ . . . . .	45
30	Skica dvojne vzbujevalne tuljave . . . . .	46

31	Eksperimentalni sistem za jedkanje depozitov . . . . .	47
32	Uporabna moč v odvisnosti od moči generatorja . . . . .	52
33	Temperatura katalitične sonde v odvisnosti od časa . . . . .	53
34	Odvod temperature sonde po času v odvisnosti od temperature sonde pri različnih tlakih . . . . .	54
35	Odvod temperature sonde po času v odvisnosti od temperature sonde pri različnih tlakih . . . . .	55
36	Gostota nevtralnih atomov kisika v odvisnosti od moči radiofrekvenčnega generatorja pri različnih tlakih . . . . .	56
37	Gostota nevtralnih atomov kisika v odvisnosti od moči radiofrekvenčnega generatorja pri različnih tlakih . . . . .	57
38	Gostota nevtralnih kisikovih atomov v odvisnosti od tlaka pri $P_{\text{gen}} = 750 \text{ W}$ . . . . .	57
39	Gostota nevtralnih kisikovih atomov v odvisnosti od tlaka pri $P_{\text{gen}} = 1000 \text{ W}$ . . . . .	58
40	Stopnja disociacije v odvisnosti od tlaka v razelektritveni cevi . . . . .	59
41	Spekter kisikove plazme v E- in H-načinu razelektritve . . . . .	60
42	Graf mejnih moči, pri katerih se spreminja način razelektritve plazme, v odvisnosti od tlaka . . . . .	60
43	Električni tok, ki teče skozi vzbujevalno tuljavo, v odvisnosti od moči generatorja . . . . .	61
44	Električna napetost med priključkoma vzbujevalne tuljave v odvisnosti od moči generatorja . . . . .	62
45	Izračunani fazni zamik med napetostjo in tokom v odvisnosti od moči visokofrekvenčnega generatorja . . . . .	64
46	Absolutna vrednost impedance plazme $ Z_{\text{pl}} $ v odvisnosti od vzbujevalne moči visokofrekvenčnega generatorja . . . . .	65
47	Histereza v uporabni moči $P_{\text{u}}$ . . . . .	66
48	Moči visokofrekvenčnega generatorja, pri katerih se zgodijo prehodi (E–H in H–E) in širina histereze v odvisnosti od tlaka . . . . .	66
49	Histereza v električnem toku in napetosti na vzbujevalni tuljavi . . . . .	67
50	Histereza v gostoti nevtralnih kisikovih atomov . . . . .	68
51	Spekter kisikove plazme, ustvarjene v dvojni vzbujevalni tuljavi . . . . .	69
52	Napetost na vzbujevalni tuljavi v odvisnosti od moči radiofrekvenčnega generatorja . . . . .	69
53	Intenziteta kisikovih emisijskih črt v odvisnosti od napetosti na vzbujevalni tuljavi . . . . .	70
54	Intenziteta kisikovih emisijskih črt v odvisnosti od moči radiofrekvenčnega generatorja za plazmo ustvarjeno v navadni in v dvojni vzbujevalni tuljavi . . . . .	70
55	Homogenost kisikove plazme, ustvarjene v navadni vzbujevalni tuljavi in v dvojni vzbujevalni tuljavi . . . . .	71
56	Časovni potek tlaka pri črpanju . . . . .	72
57	Efektivna črpalna hitrost v odvisnosti od tlaka (črpanje) . . . . .	72
58	Tlaka v porazelektritveni komori $p_1$ in v razelektritveni cevi $p_2$ v odvisnosti od pretoka $Q_{\text{MFC}}$ . . . . .	73
59	Efektivna črpalna hitrost v odvisnosti od tlaka (kontinuitetna) . . . . .	73
60	Prevodnost povezovalne cevi . . . . .	74

61	Superimpozicija temperaturnih krivulj optične katalitične sonde . . . . .	75
62	Temperatura optične katalitične sonde v odvisnosti od časa pri izpopolnjenem postopku . . . . .	76
63	Odvod temperature optične katalitične sonde v odvisnosti od temperature sonde	76
64	Temperatura katalitične sonde v odvisnosti od časa in izračun odvod temperature z uporabo funkcije $-dT/dt(T)$ . . . . .	77
65	Odводи temperature sonde po času v odvisnosti od temperature sonde pri različnih tlakih . . . . .	77
66	Gostote nevtralnih atomov kisika v porazelektritveni komori v odvisnosti od tlaka pri različnih močeh radiofrekvenčnega generatorja . . . . .	78
67	Gostote atomov kisika v razelektritveni cevi in v porazelektritveni komori v odvisnosti od moči radiofrekvenčnega generatorja pri različnih pretokih . . . . .	80
68	Razmerje med gostotami nevtralnih atomov kisika v razelektritveni cevi in v porazelektritveni komori v odvisnosti od efektivne črpalne hitrosti . . . . .	81
69	Gostota atomov kisika v odvisnosti od deleža Ar v plinski mešanici Ar+O <sub>2</sub> . . . . .	82
70	Stopnja disociacije kisika v odvisnosti od tlaka pri različnih močeh radiofrekvenčnega generatorja . . . . .	83
71	Stopnja disociacije kisika v razelektritveni cevi in v porazelektritveni komori v odvisnosti od moči radiofrekvenčnega generatorja pri različnih pretokih . . . . .	84
72	Temperatura, ki jo prikazuje pirometer, v odvisnosti od časa . . . . .	86
73	Fotografiji neobdelanega in obdelanega vzorca . . . . .	86
74	Hitrost jedkanja v odvisnosti od temperature vzorcev . . . . .	87
75	Hitrost jedkanja v odvisnosti od temperature vzorcev v logaritemski skali . . . . .	87
76	Hitrost jedkanja v odvisnosti od gostote nevtralnih kisikovih atomov . . . . .	88
77	Koeficienti $a$ v odvisnosti od gostote nevtralnih kisikovih atomov in nakloni premic $c$ v odvisnosti od temperature vzorcev . . . . .	88
78	Razmerje med številom pojedkanih ogljikovih atomov in številom vpadnih kisikovih atomov v odvisnosti od temperature vzorca . . . . .	89
79	Profilni diagram neobdelanega vzorca a-C:H . . . . .	90
80	Profilni diagram pojedkanega vzorca a-C:H . . . . .	91
81	Profilni diagram neobdelanega vzorca a-C:H:W in vzorca obdelanega v E-načinu razelektritve . . . . .	91
82	Profilna diagrama vzorcev a-C:H:W obdelanih v H-načinu razelektritve . . . . .	92
83	Profilna diagrama vzorcev a-C:H:W obdelanih v H-načinu razelektritve . . . . .	93
84	Električno vezje napetostnega vira in bremena. . . . .	113
85	Konvekcijski koeficienti $h$ za katalitično sondo v odvisnosti od tlaka . . . . .	115
86	Konvekcijski koeficienti $h$ za optično katalitično sondo v odvisnosti od tlaka . . . . .	115
87	Odводи temperature sonde po času v odvisnosti od temperature sonde pri različnih tlakih . . . . .	116
88	Odводи temperature sonde po času v odvisnosti od temperature sonde pri različnih tlakih . . . . .	117
89	Odводи temperature sonde po času v odvisnosti od temperature sonde pri različnih tlakih . . . . .	118



## Kazalo tabel

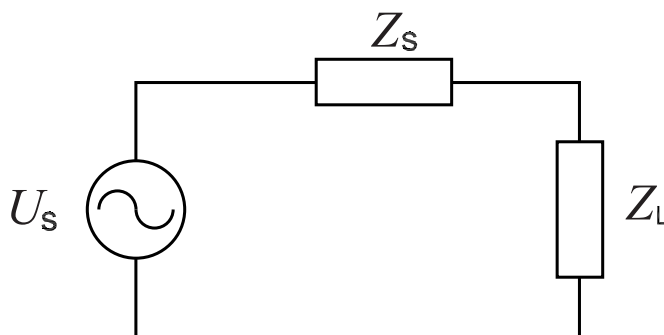
1	Primerjava izračunanih karakteristik nihanja elektronov in kisikovih ionov v RF-plazmi (27,12 MHz) . . . . .	14
2	Podatki o uporabljeni katalitični sondi . . . . .	29
3	Podatki o uporabljeni optični katalitični sondi . . . . .	30
4	Primerjava električnih napetosti na vzbujevalni tuljavi . . . . .	63



## Dodatek A – Teorem o maksimalnem prenosu moči

V preprostem vezju (Figure 84) se moč prenaša iz vira, z amplitudo napetosti sinusnega nihanja  $|U_S|$  in impedanco  $Z_S$ , do bremena z impedanco  $Z_L$ . Rezultat je električni tok  $|I|$ . Amplituda električnega toka  $|I|$  je preprosto napetost vira deljena z impedanco celotnega vezja:

$$|I| = \frac{|U_S|}{|Z_S + Z_L|}. \quad (7.1)$$



Slika 84: Električno vezje napetostnega vira in bremena.

Povprečna disipacija moči  $P_L$  v bremenu je kvadrat efektivnega toka, zmnožen z električno upornostjo (realni del impedance bremena)  $R_L$ :

$$P_L = I_{\text{ef}}^2 R_L = \frac{1}{2} |I|^2 R_L = \frac{1}{2} \left( \frac{|U_S|}{|Z_S + Z_L|} \right)^2 R_L = \frac{1}{2} \frac{|U_S|^2 R_L}{(R_S + R_L)^2 + (X_S + X_L)^2}, \quad (7.2)$$

kjer sta upornost  $R_S$  in reaktanca  $X_S$  realni in imaginarni del impedance  $Z_S$  in reaktanca  $X_L$  imaginarni del impedance  $Z_L$ .

Za določanje vrednosti  $R_L$  in  $X_L$  ( $V_S$ ,  $R_S$  in  $X_S$  so že določene) pri katerih ima izraz (7.2) maksimum, moramo najprej za vsako pozitivno vrednost  $R_L$  najti vrednost reaktance  $X_L$ , pri kateri je imenovalc  $(R_S + R_L)^2 + (X_S + X_L)^2$  minimalen. Ker je reaktanca lahko negativna, je imenovalc minimalen pri vrednosti  $X_L = -X_S$ . Enačba za moč se sedaj okrajša na:

$$P_L = \frac{1}{2} \frac{|U_S|^2 R_L}{(R_S + R_L)^2} = \frac{1}{2} \frac{|U_S|^2}{R_S^2/R_L + 2R_S + R_L}. \quad (7.3)$$

Izračunati moramo le še vrednost  $R_L$ , pri kateri ima ta izraz (7.3) maksimum. Najti moramo torej minimum imenovalca. Z odvajanjem izraza po  $R_L$  dobimo:

$$\frac{d}{dR_L} (R_S^2/R_L + 2R_S + R_L) = -R_S^2/R_L^2 + 1. \quad (7.4)$$

Pri maksimumih in minimumih je prvi odvod enak nič, torej  $R_S^2/R_L^2 = 1$  oziroma  $R_L = \pm R_S$ . Upornosti  $R_S$  in  $R_L$  sta vedno pozitivni, rešitev je torej  $R_L = R_S$ . Če hočemo izvedeti, ali je

ta rešitev minimum ali maksimum, moramo še enkrat odvajati imenovalc:

$$\frac{d^2}{dR_L^2} (R_S^2/R_L + 2R_S + R_L) = 2R_S^2/R_L^3. \quad (7.5)$$

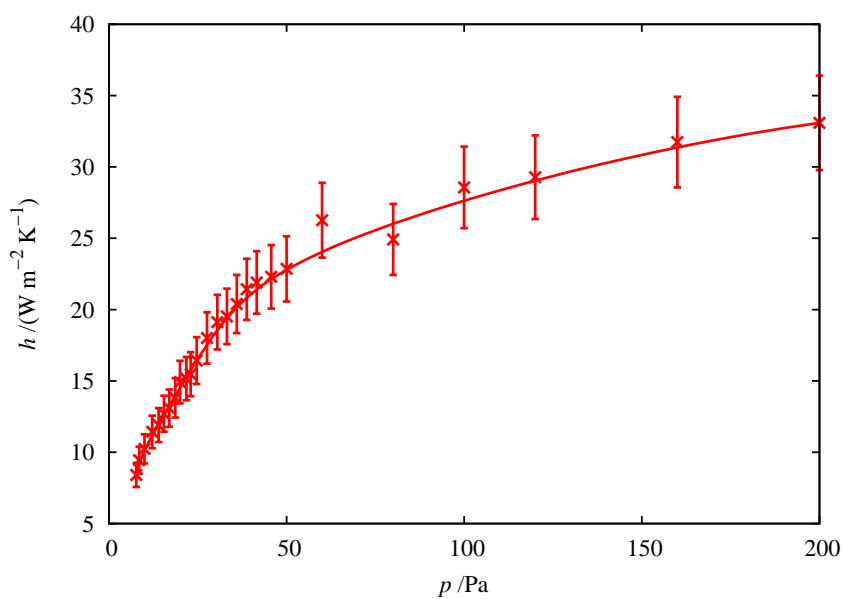
Drugi odvod je vedno pozitiven za pozitivne vrednosti  $R_S$  in  $R_L$ . To pove, da je imenovalc minimalen in posledično moč maksimalna, ko je  $R_L = R_S$ .

Kombinacijo pogojev, pri katerih je prenos moči maksimalen:  $R_L = R_S$  in  $X_L = -X_S$ , lahko zapišemo kot kompleksno konjugacijo:

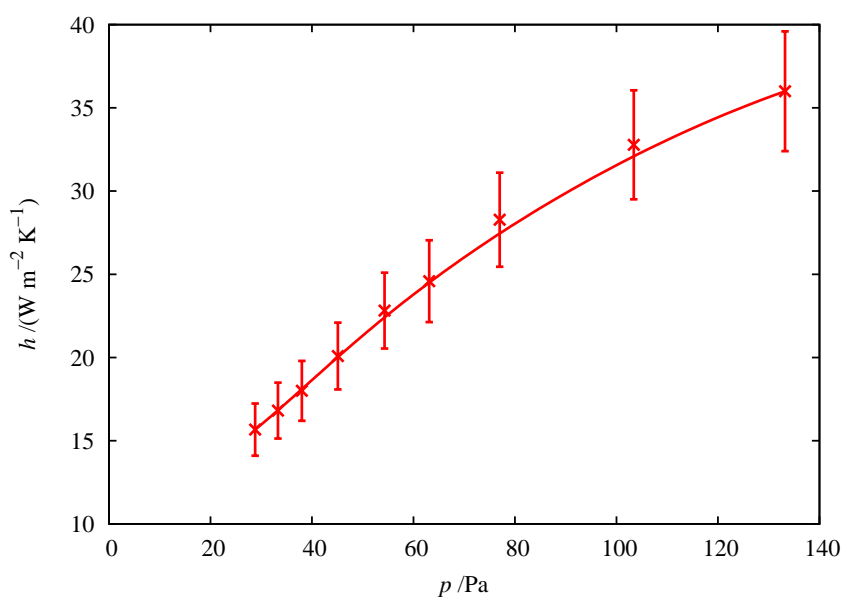
$$Z_S = Z_L^*. \quad (7.6)$$

## Dodatek B – Seznam meritev in rezultatov

### Konvekcijski koeficient $h$ za katalitični sondi

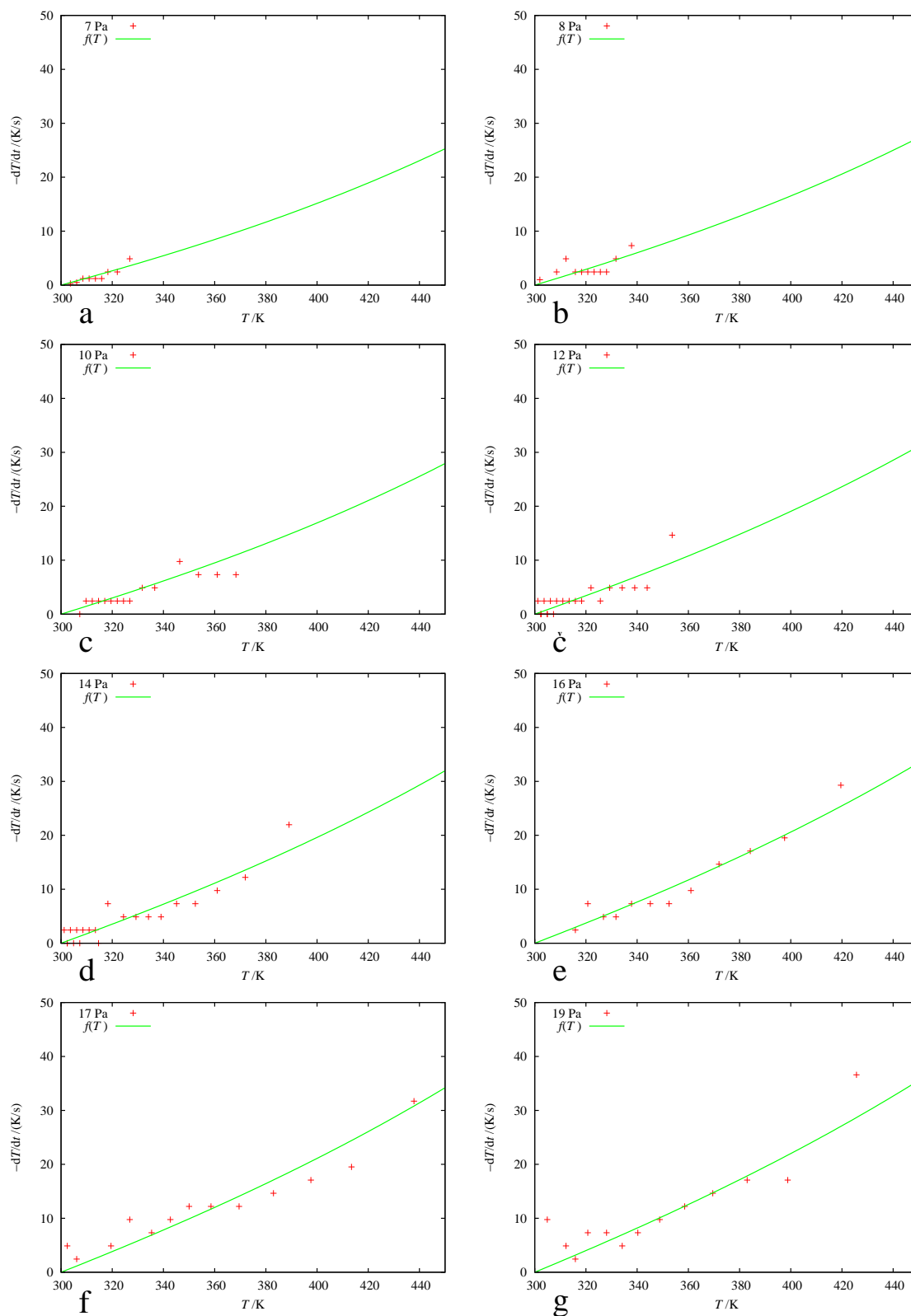


Slika 85: Konvekcijski koeficienti  $h$  za katalitično sondo v odvisnosti od tlaka, uporabljeni so rezultati izmerjeni na majem in velikem plazemskem sistemu

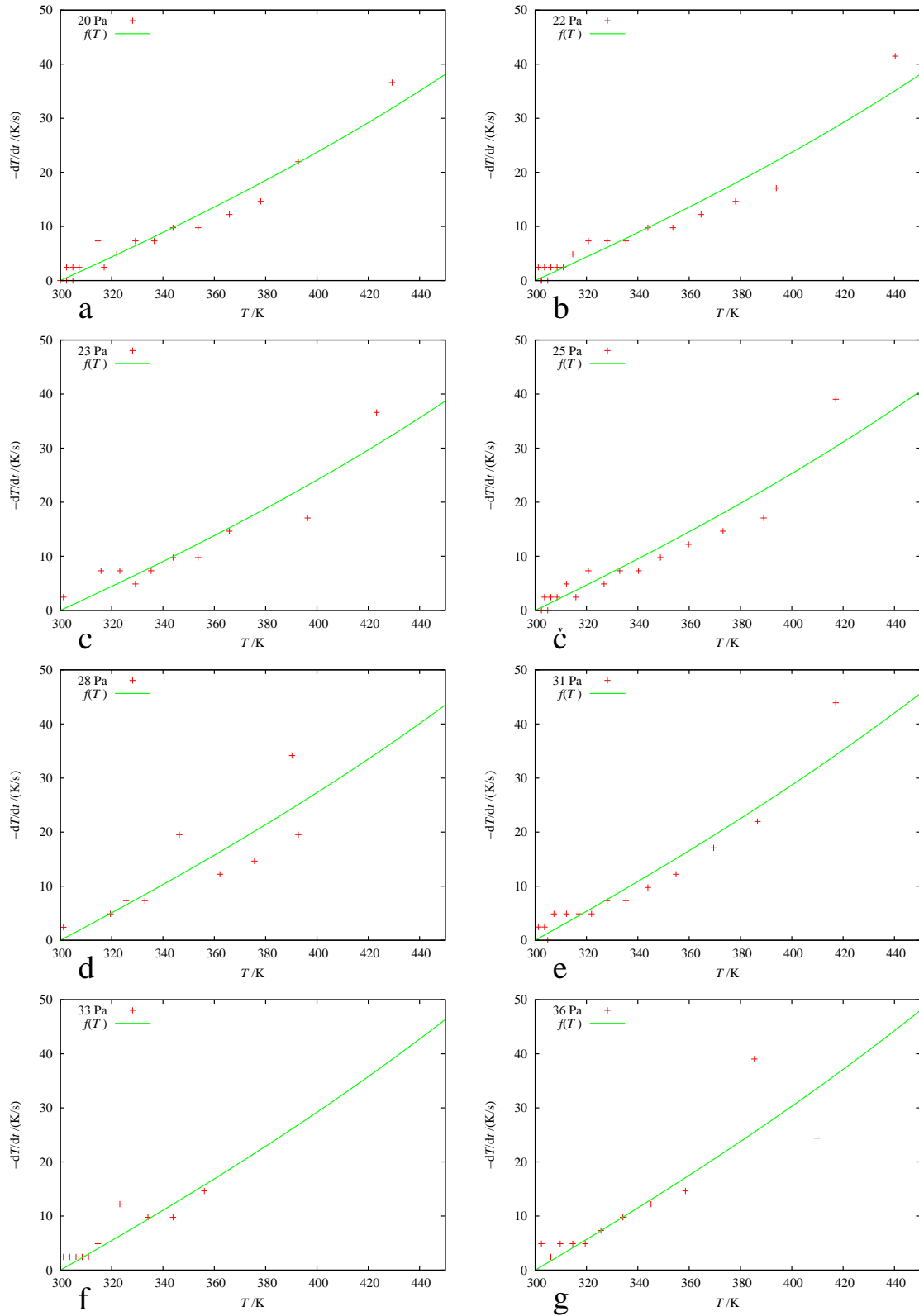


Slika 86: Konvekcijski koeficienti  $h$  za optično katalitično sondo v odvisnosti od tlaka

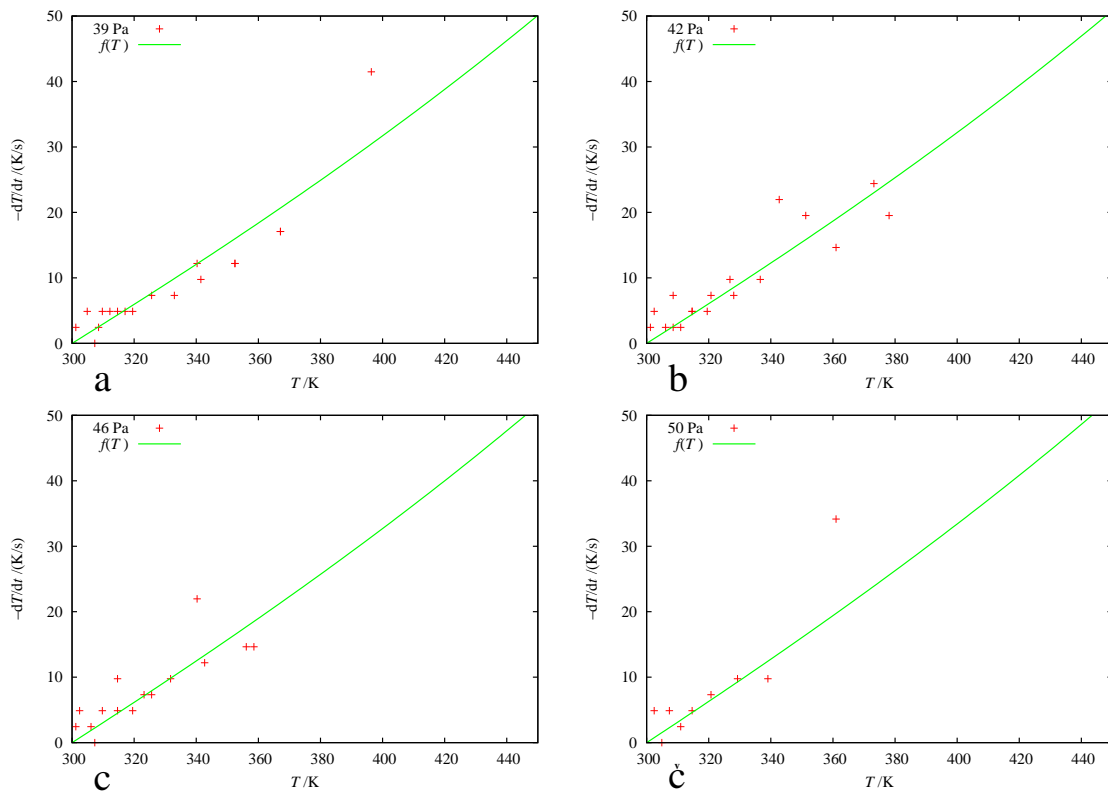
## Odvod $-dT/dt(T)$ za navadno katalitično sondo



Slika 87: Odvodi temperature sonde po času v odvisnosti od temperature sonde za tlake 7 Pa (a), 8 Pa (b), 10 Pa (c), 12 Pa (č), 14 Pa (d), 16 Pa (e), 17 Pa (f) in 19 Pa (g) in njihove najboljše prilagajoče se funkcije



Slika 88: Odvodi temperature sonde po času v odvisnosti od temperature sonde za tlake 20 Pa (a), 22 Pa (b), 23 Pa (c), 25 Pa (č), 28 Pa (d), 31 Pa (e), 33 Pa (f) in 36 Pa (g) in njihove najbolj prilagajoče se funkcije



Slika 89: Odvodi temperature sonde po času v odvisnosti od temperature sonde za tlake 39 Pa (a), 42 Pa (b), 46 Pa (c) in 50 Pa (č) in njihove najbolj prilagajoče se funkcije

## Dodatek C – Osebna bibliografija za obdobje 2008–2012

### ČLANKI IN DRUGI SESTAVNI DELI

#### 1.01 Izvirni znanstveni članek

1. Vesel, A.; Drenik, A.; Zaplotnik, R.; Mozetič, M.; Balat-Pichelin, M. Reduction of thin oxide films on tungsten substrate with highly reactive cold hydrogen plasma. *Surface and Interface Analysis* **42**, 1168–1171 (2010).

2. Zaplotnik, R.; Vesel, A.; Mozetič, M. Razelektrivni parametri pri prehodu iz E- v H-način v kisikovi plazmi. *Vakuumist* **30**, 4–8 (2010).

3. Primc, G.; Zaplotnik, R.; Vesel, A.; Mozetič, M. Microwave discharge as a remote source of neutral oxygen atoms. *AIP advances* **1**, 022129-1–022129-11 (2011).

4. Zaplotnik, R.; Vesel, A.; Mozetič, M. Transition from E- to H-mode in inductively coupled oxygen plasma: hysteresis and the behaviour of oxygen atom density. *EPL* **95**, 55001-1–55001-5 (2011).

5. Zaplotnik, R.; Kolar, M.; Doliška, A.; Stana-Kleinschek, K. Modification of PET-polymer surface by nitrogen plasma. *Materiali in tehnologije* **45**, 199–203 (2011).

6. Zaplotnik, R.; Vesel, A. Radiofrequency induced plasma in large-scale plasma reactor. *Materiali in tehnologije* **45**, 227–231 (2011).

7. Eleršič, K.; Junkar, I.; Modic, M.; Zaplotnik, R.; Vesel, A.; Cvelbar, U. Modification of surface morphology of graphite by oxygen plasma treatment. *Materiali in tehnologije* **45**, 232–239 (2011).

8. Kregar, Z.; Biščan, M.; Milošević, S.; Eleršič, K.; Zaplotnik, R.; Primc, G.; Cvelbar, U. Optical emission characterization of extremely reactive oxygen plasma during treatment of graphite samples. *Materiali in tehnologije* **46**, 25–30 (2012).

9. Zaplotnik, R.; Vesel, A.; Mozetič, M. A fiber optic catalytic sensor for neutral atom measurements in oxygen plasma. *Sensors* **12**, 3857–3867 (2012).

10. Zaplotnik, R.; Vesel, A.; Mozetič, M. A Powerful Remote Source of O Atoms for the Removal of Hydrogenated Carbon Deposits. *Journal of Fusion Energy* (2012), doi: 10.1007/s10894-012-9530-8.

#### 1.03 Kratki znanstveni prispevek

11. Zaplotnik, R.; Vesel, A.; Mozetič, M. A large electrodeless plasma reactor as a source of radicals. *IEEE Transactions on Plasma Science* **11**, 2508–2509 (2011).

#### 1.08 Objavljeni znanstveni prispevek na konferenci

12. Zaplotnik, R.; Vesel, A.; Drenik, A.; Mozetič, M.; Balat-Pichelin, M. Interaction of air plasma with graphite at elevated temperature. V: *International Conference Nuclear Energy for New Europe*. 7 (Nuclear Society of Slovenia, Ljubljana, 2009).

13. Vesel, A.; Drenik, A.; Mozetič, M.; Balat-Pichelin, M.; Zaplotnik, R. Interaction of hydrogen plasma with ASDEX graphite. V: *International Conference Nuclear Energy for New Europe*. 7 (Nuclear Society of Slovenia, Ljubljana, 2009).

14. Vesel, A.; Mozetič, M.; Zaplotnik, R.; Hauptman, N.; Balat-Pichelin, M. Interaction of microwave hydrogen plasma with W-C composite at temperatures above 1000 K. V: *3rd International Conference on Advanced Plasma Technologies*. 33–34 (Slovenian Society for Vacuum Technique, Ljubljana, 2010).

15. Zaplotnik, R.; Vesel, A.; Mozetič, M. Variation of neutral atom density from E- to H-mode transition. V: *3rd International Conference on Advanced Plasma Technologies*. 106–110 (Slovenian Society for Vacuum Technique, Ljubljana, 2010).

16. Vesel, A.; Mozetič, M.; Balat-Pichelin, M.; Zaplotnik, R. Erosion of W-C composite in hydrogen plasma at temperatures above 1000 K. V: *International Conference Nuclear Energy for New Europe*. 8 (Nuclear Society of Slovenia, Ljubljana, 2010).

17. Zaplotnik, R.; Vesel, A.; Mozetič, M. Hysteresis effect in inductively coupled oxygen plasma. V: *4th International Conference on Advanced Plasma Technologies*. 117–174 (Slovenian Society for Vacuum Technique, Ljubljana, 2011).

18. Drenik, A.; Tomelj, A.; Zaplotnik, R.; Mozetič, M. Automatisation of processing of fibre optics catalytic probe signals. V: *4th International Conference on Advanced Plasma Technologies*. 179–186 (Slovenian Society for Vacuum Technique, Ljubljana, 2011).

### 1.12 Objavljeni povzetek znanstvenega prispevka na konferenci

19. Zaplotnik, R.; Vesel, A.; Petrič, B.; Mozetič, M. Visokofrekvenčno polje znotraj RF tuljave. V: *15. Mednarodni sestanek Vakuumska znanost i tehnika*. 22 (Hrvatsko vakuumsko društvo, Zagreb, 2008).

20. Vesel, A.; Drenik, A.; Zaplotnik, R.; Mozetič, M.; Zalar, A.; Balat-Pichelin, M. Reduction of thin oxide films on tungsten substrate with highly reactive cold hydrogen plasma. V: *13th European Conference on Applications of Surface and Interface Analysis*. 295 (ECASIA, Antalya, 2009).

21. Zaplotnik, R.; Vesel, A.; Mozetič, M. Impedance matching network for inductively coupled plasma systems. V: *17. konferenca o materialih in tehnologijah*. 112 (Inštitut za kovinske materiale in tehnologije, Ljubljana, 2009).

22. Zaplotnik, R.; Vesel, A.; Mozetič, M. Development of a large plasma reactor for removal of deposits in fusion reactors. V: *International Conference Nuclear Energy for New Europe*. 90 (Nuclear Society of Slovenia, Ljubljana, 2010).

23. Vesel, A.; Zaplotnik, R.; Semenič, T.; Mozetič, M. Ageing of polymethyl methacrylate polymer after treatment with oxygen plasma. V: *13th Joint Vacuum Conference*. 87 (Tribun EU s.r.o., Brno, 2010).

24. Vesel, A.; Mozetič, M.; Zaplotnik, R. Fluorination of polystyrene by treatment in CF<sub>4</sub> gas discharge. V: *17. Mednarodni sestanek Vakuumska znanost i tehnika*. 107 (Hrvatsko vakuumsko društvo, Zagreb, 2010).

25. Cvelbar, U.; Drenik, A.; Eleršič, K.; Primc, G.; Junkar, I.; Vesel, A.; Zaplotnik, R.; Vratnica, Z.; Vujošević, D.; Kregar, Z.; Biščan, M.; Krstulović, N.; Glavan Vukelić, N.; Milošević, S.; Mozetič, M. Karakterizacija nizekotlačne plazme: od katalitičnih sond do optične emisijske spektroskopije. V: *17. Mednarodni sestanek Vakuumska znanost i tehnika*. 118 (Hrvatsko vakuumsko društvo, Zagreb, 2010).

26. Zaplotnik, R.; Vesel, A. Transition from E- to H-mode in electrode-less radiofrequency discharge. V: *2nd International Workshop on Plasma Nano-Interfaces and Plasma*

*Characterization*. 62 (Slovenian Society for Vacuum Technique, Ljubljana, 2011).

27. Zaplotnik, R.; Vesel, A.; Mozetič, M. Oxygen atom density in afterglow chamber located 2 meters from RF plasma source. V: *18th International Scientific Meeting on Vacuum Science and Techniques*. 47 (Slovenian Society for Vacuum Technique, Ljubljana, 2011).

28. Kregar, Z.; Bišćan, M.; Milošević, S.; Eleršič, K.; Zaplotnik, R.; Primc, G.; Vesel, A.; Cvelbar, U.; Mozetič, M. Optical emission characterization of extremely reactive oxygen plasma during treatment of graphite samples. V: *18th International Scientific Meeting on Vacuum Science and Techniques*. 49 (Slovenian Society for Vacuum Technique, Ljubljana 2011).

## **MONOGRAFIJE IN DRUGA ZAKLJUČENA DELA**

### **2.23 Patentna prijava**

29. Zaplotnik, R.; Vesel, A.; Mozetič, M. *Metoda in naprava za vzbujanje visokofrekvenčne plinske plazme: patentna prijava P-201100025* (Urad RS za intelektualno lastnino, Ljubljana, 2011).