

Jihočeská univerzita v Českých Budějovicích

Přírodovědecká fakulta

Sondová diagnostika nízkoteplotního plazmatu při depozičním procesu

Diplomová práce

Bc. Miroslava Kozlová

školitel: Mgr. Martin Čada, Ph.D.

České Budějovice 2017

Bibliografické údaje

Kozlová M., 2017: Sondová diagnostika nízkoteplotního plazmatu při depozičním procesu [Probe diagnostic of low temperature plasma during the deposition process. Mgr. Thesis, in Czech.] – 60 p., Faculty of Science, University of South Bohemia, České Budějovice, Czech Republic.

Anotace:

Tato magisterská práce se věnuje zjišťování parametrů nízkoteplotního plazmatu využívaného při depozici tenké vrstvy ITO pomocí sondové diagnostiky. Práce je rozdělena na část teoretickou, ve které jsou vysvětleny základní parametry nízkoteplotního plazmatu, princip sondové diagnostiky a teorie užívané pro její vyhodnocování, a část praktickou, kde jsou zpracovány výsledky provedeného měření v závislosti na změnách depozičních podmínek.

Klíčová slova: sondová diagnostika, fyzika plazmatu, depozice tenkých vrstev

Annotation:

This master thesis deals with examination of the parameters of low temperature plasma which is used for the deposition of thin layer of ITO. The method which is used in this thesis is the probe diagnostics. This thesis is divided into two parts. The first is the theoretical part, in which the basic parameters of low temperature plasma, principles of the probe diagnostics, and theories for this method are explained. The second part is the practical part, which presents the results of the measurement depending on changes in conditions of deposition.

Key-words: probe diagnostics, plasma physics, deposition of thin layers

Čestné prohlášení

Prohlašuji, že svoji diplomovou práci jsem vypracovala samostatně pouze s použitím pramenů a literatury uvedených v seznamu citované literatury.

Prohlašuji, že v souladu s § 47b zákona č. 111/1998 Sb. v platném znění souhlasím se zveřejněním své diplomové práce, a to v nezkrácené podobě elektronickou cestou ve veřejně přístupné části databáze STAG provozované Jihočeskou univerzitou v Českých Budějovicích na jejích internetových stránkách, a to se zachováním mého autorského práva k odevzdanému textu této kvalifikační práce. Souhlasím dále s tím, aby toutéž elektronickou cestou byly v souladu s uvedeným ustanovením zákona č. 111/1998 Sb. zveřejněny posudky školitele a oponentů práce i záznam o průběhu a výsledku obhajoby kvalifikační práce. Rovněž souhlasím s porovnáním textu mé kvalifikační práce s databází kvalifikačních prací Theses.cz provozovanou Národním registrem vysokoškolských kvalifikačních prací a systémem na odhalování plagiátů.

V Českých Budějovicích dne 12.12.2017

.....

Miroslava Kozlová

Poděkování

Zde bych ráda poděkovala vedoucímu diplomové práce Mgr. Martinu Čadovi, Ph.D. za odborné vedení, věcné připomínky a vstřícnost při konzultacích. Dále děkuji doc. RNDr. Vítězslavu Straňákovi, Ph.D. za cenné rady a odborný dohled při získávání dat pro praktickou část této práce.

Obsah

I. ÚVOD	1
II. TEORETICKÁ ČÁST	2
1 PLAZMA.....	2
1.1 Definice plazmatu	2
1.2 Parametry plazmatu	2
1.3 Kritéria pro plazma	6
1.4 Generování plazmatu	7
1.5 Nízkoteplotní technologické plazma.....	10
1.6 Diagnostika plazmatu.....	12
III. CÍLE PRÁCE	20
IV. PRAKTICKÁ ČÁST	21
2 MĚŘICÍ APARATURA	21
2.1 Langmuirova sonda.....	22
2.2 ALP System™	23
2.3 Program START	31
2.4 Program Origin	31
3 ČASOVĚ ROZLIŠENÁ MĚŘENÍ	32
4 POPIS REÁLNÉHO SYSTÉMU	35
4.1 Nastavení pro měření závislosti parametrů plazmatu na tlaku	36
4.2 Nastavení pro měření vlivu přítomnosti dusíku na parametry plazmatu	36
4.3 Nastavení pro měření závislosti parametrů plazmatu na hodnotě středního proudu HiPIMS zdroje	37
4.4 Nastavení ALP System™ Software pro všechna měření.....	37
4.5 Vlastnosti výboje při provádění sondové diagnostiky	38
4.6 Optická emisní spektroskopie	40
5 VÝSLEDKY SONDOVÉ DIAGNOSTIKY A DISKUZE	41
5.1 Sondová charakteristika při použití RF a HiPIMS zdrojů výboje	41
5.2 Závislost parametrů plazmatu na tlaku	43
5.3 Závislost parametrů plazmatu na přítomnosti dusíku	49
5.4 Závislost parametrů plazmatu na středním proudu zdroje HiPIMS	53

V. ZÁVĚR	58
VI. SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY	60

I. ÚVOD

Účelem této magisterské práce je provést sondovou diagnostiku nízkoteplotního plazmatu při depozičním procesu pro získání parametrů plazmatu specifikujících průběh dané depozice. Diagnostikovaným procesem byla v této práci depozice tenkých vrstev ITO při nastavení různých depozičních podmínek. Tenké vrstvy ITO byly připravovány pomocí unikátní plazmatické technologie, která kombinuje dva planární magnetrony buzené simultánně pomocí RF napětí a pomocí tzv. HiPIMS pulzů. Cílem této experimentální práce tedy bylo diagnostikovat výše uvedený depoziční systém za konkrétních podmínek, při kterých byly deponovány tenké ITO vrstvy. Získané parametry plazmatu a jejich analýza umožní pak lépe pochopit a případně optimalizovat depoziční proces, tak aby vhodným nastavením parametrů plazmatu bylo dosaženo požadovaných vlastností připravovaných tenkých vrstev materiálu ITO. Úvodní kapitoly teoretické části práce jsou věnovány fyzikálnímu seznámení s pojmem plazma a jeho parametry. Následující kapitoly jsou zaměřeny na nízkoteplotní technologické plazma a teorie pro vyhodnocování sondové diagnostiky plazmatu. V praktické části je popsáno užití měřicí aparatury včetně možností uplatnění různých počítačových programů pro získání hledaných parametrů popisujících plazma. V poslední kapitole této části jsou analyzovány získané hodnoty těchto parametrů s jejich časovým vývojem, kde jsou zároveň diskutovány v závislosti na nastavených podmínkách depozice.

II. TEORETICKÁ ČÁST

1 PLAZMA

Rozvoj výzkumu plazmatu je spojen se studiem fyzikálních vlastností ionizovaného plynu pozorovaného během elektrických výbojů (proudů) v plynech od první poloviny 19. století. Významný rozvoj fyziky plazmatu nastal od počátku 20. století, kdy se mnoho fyziků začalo intenzivně zabývat jak experimentálním, tak i teoretickým výzkumem vlastností tzv. plazmatu. K nejvýznamnějšímu posunu v této nové vědní oblasti přispěly práce zejména I. Langmuira a L. Tonkse [7].

1.1 Definice plazmatu

Plazma lze definovat několika různými způsoby. Ve středoškolských učebnicích se často označuje jako tzv. čtvrté skupenství hmoty, avšak je obtížné si představit látku ve stavu jiném, nežli je stav pevný, kapalný či plynný. Z tohoto důvodu může být tato formulace zavádějící, jelikož ve spojitosti s plazmatem hovoříme stále o fázi plynné. Proto specifitější definicí plazmatu je dle [1] následující formulace: Plazma je kvazineutrální plyn nabitých a neutrálních částic, který vykazuje kolektivní chování. Po uvedení této definice je však nutné objasnit, co je myšleno pojmy kvazineutrální plyn a kolektivní chování.

Kvazineutralitu lze vyjádřit vztahem

$$n_i \approx n_e, \quad (1)$$

kde n_i označuje koncentraci iontů a n_e koncentraci elektronů. Vztah (1) vyjadřuje skutečnost, že v plazmatu existují oblasti (typicky rozměrů v řádu desítek mikrometrů, viz kapitola 1.2.1), kde koncentrace kladných a záporných nábojů není zcela totožná. Nicméně mimo tyto oblasti musí být koncentrace kladných a záporných nábojů stejná, neboť plazma musí být jako celek elektricky neutrální. Pro udržení stability plazmatu je nutné, aby oblasti, kde není koncentrace nábojů zcela stejná, byly mnohem menší, než je typický rozměr systému

Kolektivním chováním, rozumíme schopnost nabitých částic, které jsou v plazmatu přítomné, vytvářet lokální koncentrace kladného nebo záporného náboje. Tyto koncentrace pozitivního či negativního náboje následně umožňují vznik Coloubovských elektrických polí, která mají dalekodosahový charakter. Takto vzniklé elektrostatické síly pak ovlivňují

pohyb i vzdálených nabitých částic. Tedy trajektorie částic v plazmatu je ovlivněna jak vzájemnými srážkami mezi částicemi, tak i elektrickým polem vytvářeným přítomnými nabitými částicemi.

1.2 Parametry plazmatu

1.2.1 Debyeova délka

Základním rysem chování plazmatu je jeho schopnost odstínit elektrické potenciály, které do něj byly vloženy. [1] Při narušení plazmatu vloženým potenciálem se okolo daného místa vytvoří vrstva prostorového náboje, za kterou se již plazma jeví opět jako nenarušené. Tloušťka této vrstvy prostorového náboje se nazývá Debyeova délka či Debyeova stínící vzdálenost a je definována jako

$$\lambda_D = \left(\frac{\varepsilon_0 k_B T_e}{n e^2} \right)^{\frac{1}{2}}, \quad (2)$$

kde ε_0 je permitivita vakua, k_B je Boltzmannova konstanta, T_e je teplota elektronů, n je koncentrace elektronů a e je hodnota elementárního náboje. Tento vztah lze získat odvozením z Poissonovy rovnice při zavedení těchto předpokladů:

- Ionty jsou brány jako nehybné, jelikož mají mnohem větší hmotnost než elektrony.
- Plazma narušíme pouze bodovým nábojem, který je také nehybný.

Poissonovu rovnici pro elektrický potenciál nám udává vztah:

$$\Delta \cdot \varphi = -\frac{\rho}{\varepsilon_0}, \quad (3)$$

kde ρ je hustota volného náboje a symbolem Δ označujeme Laplaceův operátor. Pro náš případ potenciálu prostorového náboje se nám tato rovnice upraví na tvar:

$$\Delta \cdot \varphi = -\frac{e}{\varepsilon_0} \cdot (n_i - n_e), \quad (4)$$

Jelikož jsou ionty brány jako nehybné pozadí, jejich koncentrace je i v místě narušení vloženým nábojem stále stejná, což zapíšeme jako

$$n_i = n_0 \quad (5)$$

a hustotu elektronů při Boltzmannově rozdělení můžeme zapsat ve tvaru:

$$n_e = n_0 \cdot e^{\frac{e\varphi}{k_B T_e}} \quad (6)$$

Následně vyjádření pro koncentrace (5) a (6) dosadíme do (4) a získáme

$$\Delta \cdot \varphi = -\frac{en_0}{\epsilon_0} \cdot \left(1 - e^{\frac{e\varphi}{k_B T_e}}\right). \quad (7)$$

Zde pro další úpravu využijeme ještě matematického zjednodušení z Taylorova rozvoje:

$$e^x \approx 1 + x \quad (8)$$

A po této úpravě vypadá naše rovnice následovně:

$$\Delta \cdot \varphi = \frac{n_0 e^2}{\epsilon_0 k_B T_e} \varphi \quad (9)$$

Řešením diferenciální rovnice (9) získáme průběh potenciálu generovaného vloženým bodovým nábojem do plazmatu v závislosti na vzdálenosti. Ukazuje se, že řešením rovnice (9) je exponenciální pokles potenciálu s charakteristickou vzdáleností rovnou

$$\frac{1}{\lambda_D^2} = \frac{n_0 e^2}{\epsilon_0 k_B T_e} \quad (10)$$

Nyní již jednoduchou úpravou získáme výše uvedenou definici Debyeovy délky (2).

1.2.2 Plazmová frekvence

Dalším důležitým parametrem při popisu plazmatu je tzv. plazmová frekvence, která charakterizuje oscilace elektronů vůči svým rovnovážným polohám. Elektrony vychýlené ze svých rovnovážných poloh se vlivem působení elektrického pole pohybují zpět do původního místa, avšak díky setrvačným silám okolo této polohy oscilují. S teorií těchto oscilací přišel jako první I. Langmuir již roku 1929 [7]. K matematickému vyjádření plazmové frekvence se dostaneme následujícím odvozením při zavedení předpokladů z předchozí kapitoly a zanedbání silových účinků vznikajících při změnách koncentrace

elektronů. Maxwellovu rovnici v diferenciálním tvaru pro hustotu volného náboje, jež lze zapsat jako

$$\nabla \cdot \mathbf{E} = -\frac{\rho}{\varepsilon_0}, \quad (11)$$

přepíšeme pro vyjádření intenzity elektrického pole od prostorového náboje, analogicky s Poissonovou rovnicí uvedenou výše, do následujícího tvaru:

$$\nabla \cdot \mathbf{E} = -\frac{e}{\varepsilon_0} \cdot (n_i - n_e), \quad (12)$$

kde n_i a n_e jsou opět koncentrace iontů a elektronů. Koncentrace iontů je konstantní díky předpokladu jejich nehybnosti, avšak koncentrace elektronů je v čase a poloze proměnná. Při těchto změnách se však celkový počet elektronů musí stále zachovávat, což lze zapsat rovnicí kontinuity:

$$\frac{\partial n_e}{\partial t} + \nabla \cdot (n_e \mathbf{v}_e) = 0, \quad (13)$$

kde \mathbf{v}_e je střední rychlost elektronu. Označíme-li koncentrace $n_e = n_i = n_0$ a prvotní malou poruchu v koncentraci elektronů vyjádříme jako

$$n_e = n_0 + \Delta n; \text{ s podmínkou } \Delta n \ll n_0, \quad (14)$$

můžeme pak naši rovnici kontinuity přepsat na tvar:

$$\frac{\partial \Delta n}{\partial t} + n_0 \nabla \cdot \mathbf{v}_e = 0 \quad (15)$$

Nyní vyjdeme z lineární pohybové rovnice pro elektrony

$$\frac{\partial \mathbf{v}_e}{\partial t} = -\frac{e\mathbf{E}}{m_e} \quad (16)$$

a zapíšeme ji takovým způsobem, aby zde místo \mathbf{v}_e a \mathbf{E} vystupovaly jejich divergence. Po této úpravě dostaneme tvar

$$\frac{\partial}{\partial t} \nabla \cdot \mathbf{v}_e = -\frac{e}{m_e} \nabla \cdot \mathbf{E} \quad (17)$$

a po dosazení za $\nabla \cdot \mathbf{v}_e$ a $\nabla \cdot \mathbf{E}$ z rovnic (12) a (15) získáme diferenciální rovnici druhého řádu pro Δn , což je známá rovnice vyjadřující kmitavý pohyb bez tlumení:

$$\frac{\partial^2 \Delta n}{\partial t^2} + \frac{e^2 n_0}{\epsilon_0 m_e} \Delta n = 0 \quad (18)$$

Získaným časovým vývojem koncentrace elektronů v daném místě, jsou tedy harmonické kmity s frekvencí

$$\omega_p = \sqrt{\frac{e^2 n_0}{\epsilon_0 m_e}}, \quad (19)$$

kde parametr ω_p nazýváme plazmovou frekvencí.

1.3 Kritéria pro plazma

Po zavedení parametrů Debyeovy délky a plazmové frekvence můžeme jednoduše zapsat, jaké podmínky musí plyn splňovat, aby mohl být nazván plazmatem. Tyto podmínky lze zapsat matematicky následujícími nerovnostmi:

$$1. \quad \lambda_D \ll L, \quad (20)$$

$$2. \quad N_D \gg 1, \quad (21)$$

$$3. \quad \omega \tau \gg 1. \quad (22)$$

První podmínka udává, že Debyeova délka λ_D musí být mnohem menší než celkový rozměr systému L . Tohoto stavu lze dosáhnout při dostatečně vysoké hustotě nábojů v daném plynu. Ve druhé podmínce se jedná o statistickou platnost schopnosti odstínění vloženého potenciálu, pro kterou je nutné, aby v blízkosti vloženého potenciálu bylo přítomno dostatečné množství nabitých částic pro jeho odstínění. Pod označením N_D se skrývá počet částic v tzv. Debyeově sféře, což neznamená nic jiného, nežli počet částic v kouli s poloměrem rovným Debyeově délce. Tento počet částic v daném objemu tedy dostaneme dosazením do vztahu

$$N_D = n \cdot \frac{4}{3} \pi \lambda_D^3. \quad (23)$$

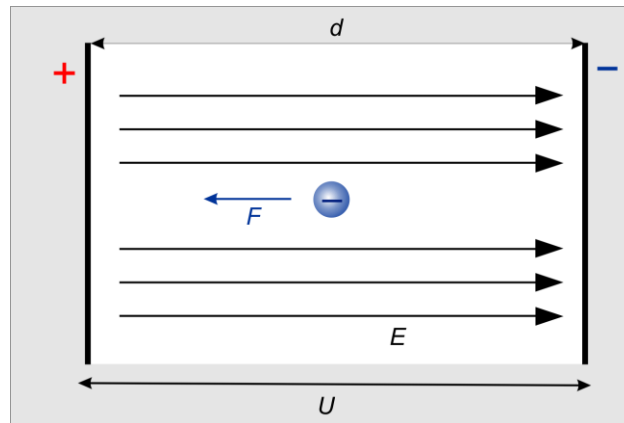
Ve třetí podmínce vystupuje parametr plazmová frekvence ω spolu se střední dobou mezi srážkami s neutrálními atomy označenou jako τ . Tato nerovnost nám říká, že má-li mít daný plyn vlastnosti plazmatu, musí být plazmová frekvence větší než frekvence srážek nabitých částic s neutrálními atomy.

1.4 Generování plazmatu

Jelikož se plazma v přírodě vyskytuje jen vzácně, je třeba si jej v laboratorních podmínkách umět uměle vytvořit pro všechny následné fyzikální aplikace. Rozlišují se dva základní způsoby generování plazmatu. Prvním je ohřátí plynu na vysokou teplotu, která musí dosahovat řádu tisíců kelvinů, aby se dosáhlo termické ionizace. Druhým způsobem je využití k ionizaci plynu elektrického výboje. V praxi se tedy běžně využívá právě druhého způsobu generování plazmatu, avšak takto vzniklé plazma není v termodynamické rovnováze (na rozdíl od plazmatu vzniklého termickou ionizací) a hovoříme o nerovnovážném výbojovém plazmatu. Toto plazma pak lze popsat rozdělovací funkcí pro rychlosti nabitých částic v elektrickém poli získané řešením kinetické rovnice. [2] Základní samo-udržovací ionizační mechanismus výboje popisuje tzv. Townsendova teorie samostatného výboje.

1.4.1 Townsendova teorie samostatného výboje

Uvažujme, že máme dvě paralelní kovové desky, na které je přiložené napětí U , umístěné od sebe na vzdálenost d a mezi nimiž je dostatečné množství plynu. Mezi těmito deskami se vytvoří homogenní elektrické pole s orientací od kladné desky (anoda) k záporné desce (katoda). Objeví-li se mezi nimi volný elektron (např. díky kosmickému záření), viz obrázek č. 1, bude se pohybovat v důsledku působení elektrického pole mezi deskami se zrychlením směrem ke kladné desce.



Obrázek č. 1: Elektron mezi kovovými deskami. Převzato z [6].

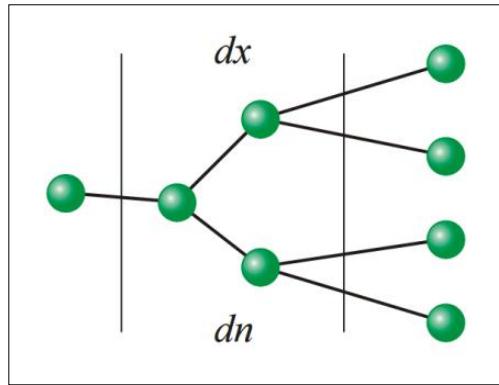
Mezi deskami se však pohybují i neutrální částice plynu a díky této skutečnosti je zde vysoká pravděpodobnost, že se elektron při cestě k anodě s těmito částicemi srazí. V tomto případě pak rozlišujeme mezi dvěma druhy srážek a to pružnými či nepružnými. Při pružné srážce platí zákony zachování hybnosti i energie a dochází pouze ke změně směru pohybu částic. Při nepružné srážce již neplatí zákon zachování energie, jelikož dojde k předání části kinetické energie elektronu neutrální částici, a proto při této srážce, v závislosti na konkrétních podmínkách, může dojít k excitaci či ionizaci neutrální částice plynu. K tomu aby mohla nastat ionizace neutrální částice, získaná kinetická energie elektronu mezi dvěma srážkami musí splňovat následující nerovnost:

$$E_k = \frac{1}{2} m_e v^2 \geq A_i \left(1 + \frac{m_e}{m_n} \right) \quad (24)$$

Kde A_i je ionizační energie a m_e a m_n jsou hmotnosti elektronu a neutrální částice. Hodnota výstupní práce je vyjádřena následujícím vztahem s ionizačním potenciálem φ_i :

$$A_i = e \cdot \varphi_i \quad (25)$$

Předpokládejme, že při srážce volného elektronu s neutrální částicí plynu dojde k ionizaci a tedy ke vzniku páru elektron – ion. Tento vyražený elektron je také urychlován směrem k anodě a cestou opět podstupuje srážky, které mohou generovat další elektron – iontové páry. Tato úvaha generování volných elektronů je znázorněna na obrázku č. 2.



Obrázek č. 2: Schéma ionizace při elektrickém výboji. Převzato z [5].

Vezmeme-li vrstvu o šířce dx , dostaneme zde ionizačním procesem dn vyražených elektronů. Vzájemný vztah dx a dn lze zapsat jako

$$dn = \alpha \cdot ndx , \quad (26)$$

kde α je koeficient objemové ionizace nazývaný také jako první Townsendův koeficient. Po integraci tohoto vztahu dostaneme

$$n = n_0 e^{\alpha x} , \quad (27)$$

kde x má význam vzdálenosti desek d , viz obrázek č. 1, proto tedy lze psát

$$n = n_0 e^{\alpha d} . \quad (28)$$

Tento vztah nám udává počet nových elektronů n , které jsou uvolněny počátečními volnými elektrony n_0 cestou k anodě, a tedy vyjadřuje celkový počet nových elektronů, které také na anodu dopadnou. Jelikož se při ionizačních srážkách vytvoří vždy elektron – iontový pár, stejný počet iontů poté dopadá na katodu, odkud s určitou účinností vyráží elektrony. Ty jsou nazývány jako tzv. sekundární elektrony. [5] Účinnost, s jakou jsou generovány tyto elektrony, se označuje γ a jedná se o tzv. druhý Townsendův koeficient. Počet elektronů vygenerovaných dopadem iontů na katodu je pak daný vztahem

$$n = n_0 (e^{\alpha d} - 1) \gamma . \quad (29)$$

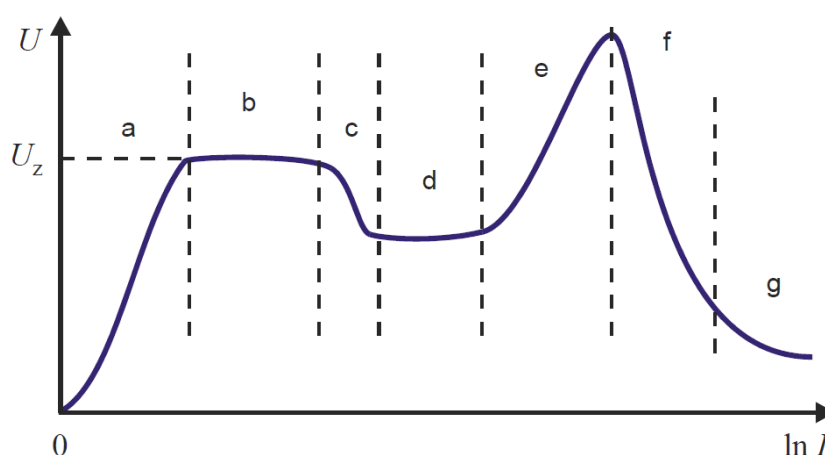
Abychom dosáhli samostatného výboje, je zapotřebí, aby byla splněna podmínka zapsaná následující nerovností

$$(e^{\alpha d} - 1)\gamma \geq 1, \quad (30)$$

kteřá vyjadřuje potřebu dostatečného množství generujících se elektronů k udržení samostatného výboje.

1.5 Nízkoteplotní technologické plazma

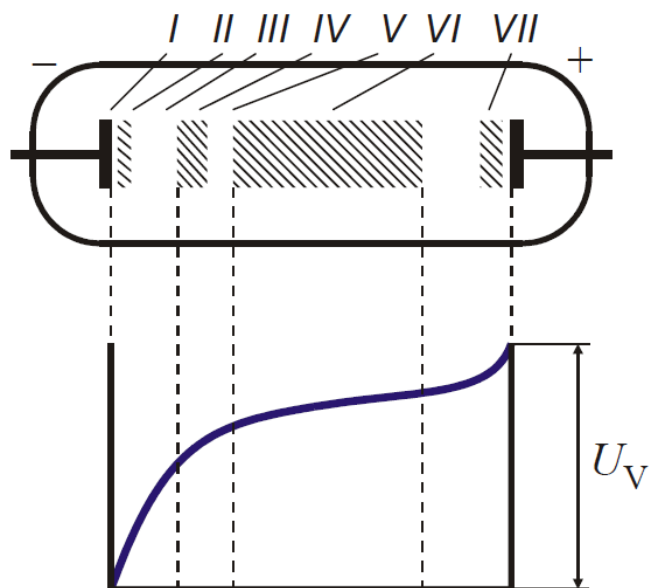
Pojmem nízkoteplotní plazma se rozumí takové plazma, kde teplota elektronů výrazně převyšuje teplotu iontů a neutrálních částic. Takovéto plazma je pak možné generovat určitými druhy výbojů v plynu při nízkém tlaku. Každý z výbojů má své charakteristiky, a proto se druh výboje musí zvolit takovým způsobem, aby co nejvíce vyhovoval danému účelu použití. [3] Přehled druhů výbojů je uveden na obrázku č. 3.



Obrázek č. 3: Základní druhy elektrických výbojů: a – nesamostatný výboj, b – temný Townsendův výboj, c – korónový výboj, d – normální doutnavý výboj, e – anomální elektrický výboj; U_z – zápalné napětí. Převzato z [5].

1.5.1 Doutnavý výboj

Doutnavý výboj je využíván při aplikacích plazmatu pro deponování tenkých vrstev. Při tomto výboji je hustota proudu relativně nízká, což je také znázorněno v obrázku č. 3 v oblasti d, a katoda i plyn zůstávají poměrně chladné. [5] Tento druh výboje se realizuje obvykle při tlacích ~ 10 Pa, avšak dle [2] hoří tento výboj při tlacích 1 – 10 000 Pa a proudové hustotě 0,1 – 100 mA/cm². Zápalné napětí pak bývá v řádu několika stovek voltů. Ve skleněné výbojce je pak možné pozorovat charakteristické části tohoto druhu výboje, které jsou spolu s průběhem potenciálu mezi katodami výbojky zobrazeny na obrázku č. 4.



Obrázek č. 4: Hlavní části a průběh potenciálu doutnavého výboje. Převzato z [5].

Nalezneme zde sedm hlavních částí označených římskými číslicemi, které lze popsat následovně:

- I. Katodový temný prostor; zde jsou elektrony urychlovány směrem k anodě a ionty směrem ke katodě.
- II. Oblast katodového (záporného) světla; oblast, kde probíhá ionizace a dochází k záření iontů.
- III. Crookesův tmavý katodový prostor; zde dochází k urychlování elektronů.
- IV. Prostor doutnavého katodového světla; zde jsou četné ionizační a excitační srážky, díky kterým elektrony ztrácejí část své energie.
- V. Faradayův temný prostor; oblast, ve které elektrony a ionty rekombinují.
- VI. Kladný světelný sloupec; v tomto prostoru nabitě částice difundují ke stěnám, kde rekombinují. Svítí zde převážně neutrální atomy a molekuly a koncentrace iontů a elektronů jsou přibližně stejné.
- VII. Anodové doutnavé světlo;

Největší význam má oblast kladného světelného sloupce, jelikož je zde splněna podmínka kvazineutality, viz vztah (1), a jeho délku lze nastavit změnou vzdálenosti anody a katody. Ostatní části jsou na rozměrech výbojky nezávislé (pokud tedy v daném výboji existuje kladný světelný sloupec) a mění se pouze se změnami tlaku a druhu přítomného plynu. V doutnavém výboji dochází k výrazné termodynamické nerovnováze, jelikož elektrony

dosahují teplot 1,5 – 7 eV, což odpovídá přibližně 17000 – 81000 K, na rozdíl od iontů a neutrálních částic, jejichž teplota zůstává pokojová (~ 300 K).

1.6 Diagnostika plazmatu

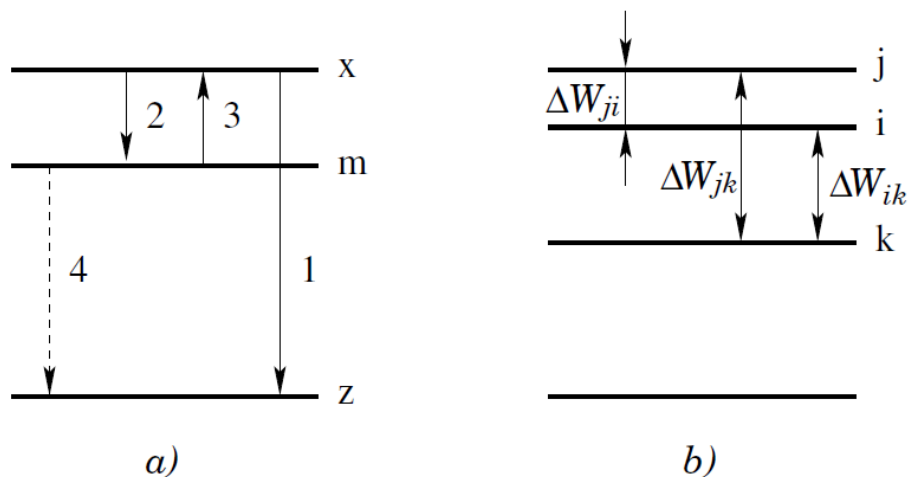
Diagnostika plazmatu je dnes již samostatným odvětvím fyziky plazmatu z důvodu velkého množství diagnostických metod a k nim příslušných teorií. Jejím úkolem je zjišťovat parametry plazmatu, aby bylo možné dané experimenty opakovat při stejných podmínkách a popsat děje, ke kterým při nich v plazmatu dochází. Diagnostika plazmatu zasahuje do různých odvětví fyziky např. optiky a jejími nejpoužívanějšími metodami jsou:

- Elektrostatické sondy
- Optická spektroskopie
- Hmotnostní spektrometrie
- Mikrovlnné metody

Tyto diagnostické metody lze rozdělit na metody kontaktní a bezkontaktní, neboli metody aktivní a pasivní. Při použití kontaktních (aktivních) metod, na rozdíl od bezkontaktních (pasivních), dochází k narušování plazmatu. Tento fakt je nežádoucí, a proto se usiluje o co nejmenší možné ovlivnění měření.

1.6.1 Optická emisní spektroskopie

Mezi nejrozšířenější metody pro diagnostiku plazmatu patří optická emisní spektroskopie. Jedná se o optickou bezkontaktní metodu, kde je využíváno záření plazmatu do viditelné části spektra, případně i do infračervené a UV oblasti [2]. V této metodě je detekováno záření atomů a iontů vzniklé přechody z excitovaných stavů do stavů s nižší energií, jak je ilustrováno na obrázku č. 5. V případě, že při záření plazmatu převládá čárové spektrum, lze díky této diagnostice získat hodnoty relativních koncentrací excitovaných stavů jednotlivých atomů a iontů přítomných v plazmatu.



Obrázek č. 5: Energetické hladiny atomu: a) přechody mezi hladinami: z – základní stav, x – excitovaný stav s krátkou dobou života, m – metastabilní stav; b) energetické rozdíly mezi hladinami. Převzato z [2].

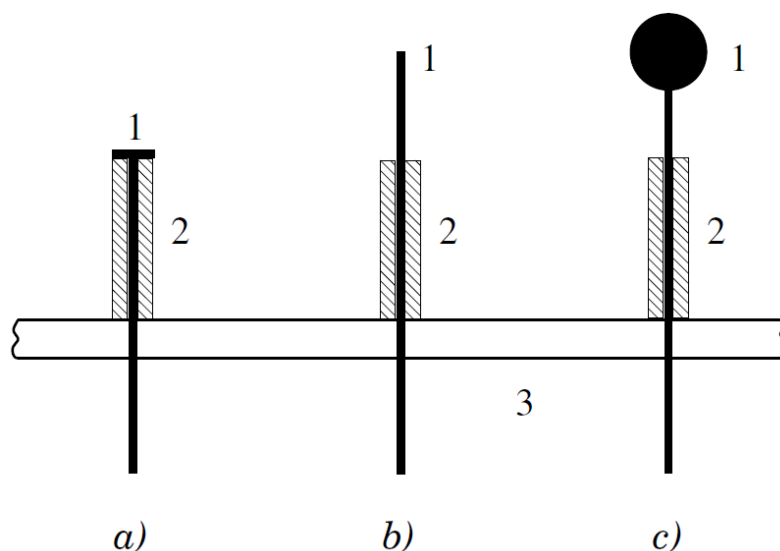
Ze získaných spektrálních čar lze následně z jejich intenzity, šířky a tvaru získat parametry popisující plazma jako jsou koncentrace elektronů a teplota atomů v plazmatu.

1.6.2 Sondová diagnostika

Metoda elektrostatické sondy nebo tzv. Langmuirovy sondy patří mezi nejstarší metodu pro diagnostiku plazmatu a je používána již přes 70 let. Její největší výhodou je, že jde o jednoduché zařízení, avšak jedná se o metodu kontaktní, a tedy dochází při ní k ovlivňování okolního plazmatu. Tuto nevýhodu se snaží minimalizovat různé teorie pro zjišťování výsledných parametrů plazmatu z měření zahrnující děje probíhající v plazmatu v blízkosti sondy, které budou popsány v následujících podkapitolách. Při použití metody elektrostatické sondy mohou být zjišťovány tyto parametry plazmatu:

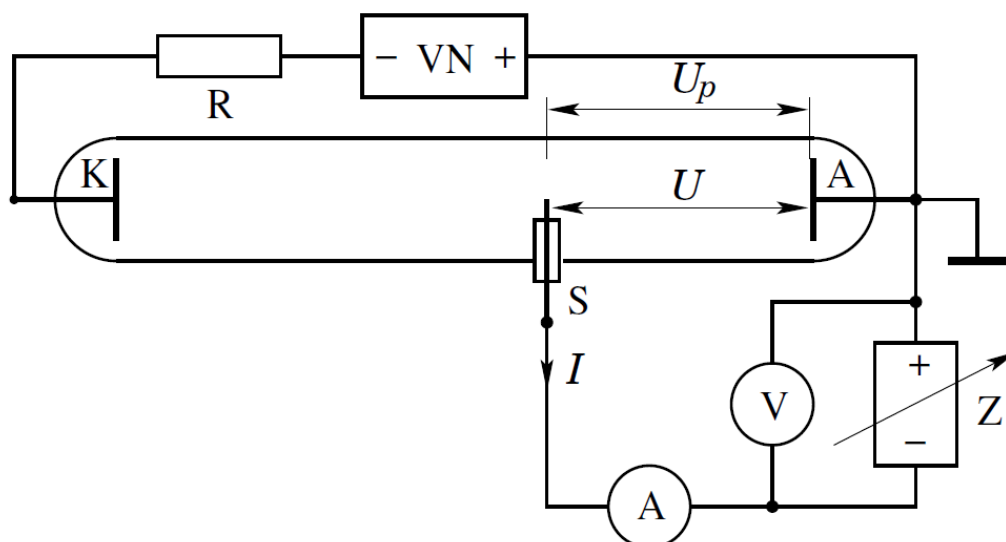
- Teplota (střední kinetická energie částic)
- Potenciál plazmatu
- Plovoucí potenciál
- Hustota nabitých částic
- Distribuční funkce energie elektronů

Měření Langmuirovou sondou se provádí vložením kovové elektrody do plazmatu, na které měníme potenciál díky zapojení do elektrického obvodu. Tato sonda může být zkonstruována třemi způsoby a to jako sonda rovinná, válcová (cylindrická) či kulová, viz obrázek č. 6.



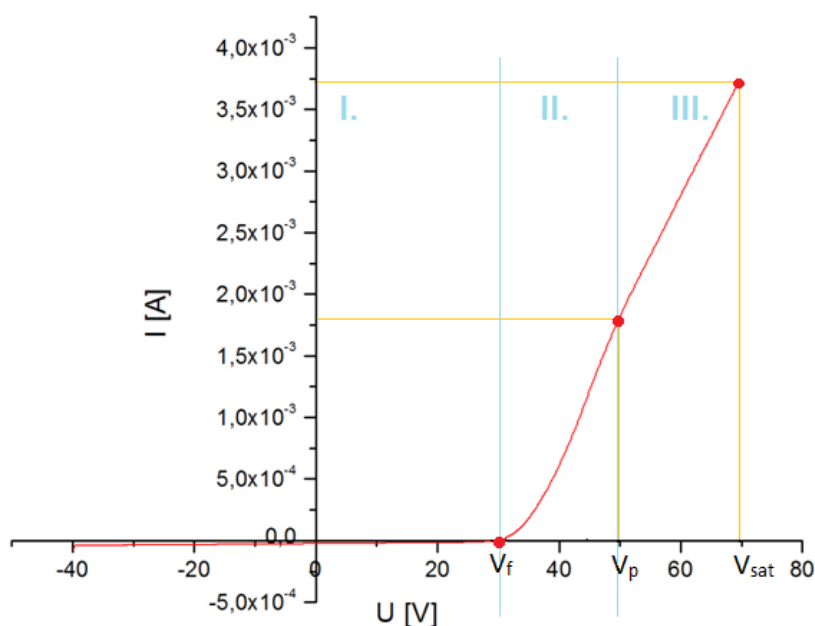
Obrázek č. 6: Konstrukce elektrostatische sondy: a) rovinná sonda; b) válcová sonda; c) kulová sonda. 1 – sonda, 2 – izolátor, 3 – stěna výbojky ze skla. Převzato z [2].

Nejběžněji je používána sonda válcová, jelikož je její konstrukce nejsnazší. Na její výrobu je využíváno tenkého drátku z wolframu, molybdenu, či platiny o průměru 0,05 – 1 mm. Hlavními důvody, proč je využíváno právě těchto materiálů, jsou jejich vysoká teplota tání a chemická odolnost. Pro zapojení sondy do elektrického obvodu, abychom mohli měnit její potenciál V_s , je zapotřebí přítomnosti druhé elektrody, označované jako referenční. Obvykle se jako referenční elektrody využívá přímo stěny kovové vakuové komory, která je uzemněná nebo to může být např. uzemněná anoda výboje v případě, že stěny vakuové komory jsou vyrobené z dielektrického materiálu – viz obrázek č. 7. Toto uspořádání (kdy je do plazmatu vložena jen jedna sonda) se nazývá metoda jedné sondy. V případě, že je do blízkosti sondy vložena ještě druhá referenční sonda stejné velikosti, jde o uspořádání metody dvojité sondy. V této práci se budeme zabývat pouze metodou jedné sondy. Základní schéma zapojení sondy v elektrickém obvodu při měření v plazmatu generovaném doutnavým výbojem je uvedeno na obrázku č. 7.



Obrázek č. 7: Zapojení na sondové měření v doutnavém výboji (anoda A je referenční elektrodou): S – sonda, VN – zdroj vysokého napětí na buzení výboje, R – sériový odpor na stabilizaci výbojového proudu, Z – zdroj proměnného napětí, V a A – voltmetr a ampérmetr, I – sondový proud, U – napětí mezi sondou a anodou, U_p – potenciál neporušeného plazmatu v místě sondy vůči anodě (potenciál plazmatu). Převzato z [2].

Princip sondového měření spočívá v měření proudu I procházejícím sondou v závislosti na změně napětí U na sondě. Získaná závislost se nazývá (volt-ampérová) charakteristika sondy, jejíž typický průběh je znázorněn na obrázku č. 8.



Obrázek č. 8: Příklad změřené sondové charakteristiky.

Na tomto grafu je škála napětí na sondě rozdělena na tři oblasti hodnotami sondového napětí označenými jako V_f a V_p . V_f značí plovoucí potenciál, při kterém je výsledný proud na sondu nulový, jinými slovy, když je tok záporných a kladných částic na sondu vyrovnaný. Druhým bodem je potenciál plazmatu V_p , což znamená, že napětí sondy je právě rovno potenciálu v daném místě v plazmatu vzhledem k referenční elektrodě (ať už se jedná o uzemněnou vakuovou komoru či anodu výboje). V grafu je navíc vyznačena ještě hodnota V_{sat} vyznačující oblast nasyceného elektronového proudu. V oblastech I. – III. dochází k následujícím jevům v závislosti na přiloženém napětí na sondě V_s :

- I. $V_s < V_f$: Přiložené napětí na sondě je záporné a na sondu jsou proto přitahovány kladně nabitě částice. Převažuje tedy tok iontů nad tokem elektronů.
- II. $V_f \leq V_s \leq V_p$: Jedná se o tzv. přechodovou oblast.
 - a. $V_f = V_s$: Celkový proud na sondu je nulový z důvodu vyrovnání toků iontů a elektronů.
 - b. $V_f < V_s < V_p$: Na sondu jsou přitahovány kladně nabitě částice, ale elektrony s dostatečnou energií jsou schopny překonat brzdný potenciál elektrického pole. Nicméně vzhledem k rychlosti elektronů v plazmatu zde již převládá tok elektronů nad tokem iontů. Tato oblast je významná pro možnost určení rozdělovací funkce pro energii elektronů.
 - c. $V_s = V_p$: Sonda nenarušuje plazma a dochází k zániku prostorového náboje okolo sondy. Získaný proud je pouze důsledek tepelného pohybu částic.
- III. $V_p < V_s$: Jedná se o oblast nasyceného elektronového proudu. Elektrony jsou přitahovány k sondě a kladné ionty odpuzovány.

Pro zjištění výsledných hodnot hledaných parametrů plazmatu je třeba zvolit vhodnou teorii pro vyhodnocení naměřených dat.

1.6.3 OML teorie

Teorie OML (Orbital Motion Limited Current Theory) je nejjednodušší teorií pro vyhodnocení sondových měření. Tato teorie předpokládá bezesrážkový pohyb ve vrstvě prostorového náboje okolo sondy díky předpokladu, že tato vrstva prostorového náboje je mnohem větší nežli je poloměr sondy, a tedy platí následující nerovnost:

$$\lambda \gg \lambda_D \gg r_s, \quad (31)$$

kde λ je střední volná dráha nabitých částic, λ_D je Debyeova délka a r_s je poloměr sondy. Za předpokladu, že elektrické pole sondy je nenulové pouze ve vrstvě prostorového náboje v jejím okolí, lze pro nasycený proud nabitých částic na sondu použít tento vztah:

$$I_{s\nu} = q_\nu \frac{n_\nu}{4} \bar{w}_\nu A_s \left(1 - \frac{q_\nu V_s}{k_B T_\nu}\right)^{\frac{1}{2}}, \quad (32)$$

kde q_ν , n_ν a T_ν jsou náboj, koncentrace a teplota nabitých částic ν -tého druhu, A_s je plocha sondy, V_s je napětí na sondě, k_B je Boltzmannova konstanta a \bar{w}_ν je střední rychlost částic za předpokladu Maxwellova rozdělení rychlostí částic v plazmatu, kterou lze vyjádřit následovně:

$$\bar{w}_\nu = \left(\frac{8k_B T_\nu}{\pi m_\nu}\right)^{\frac{1}{2}}, \quad (33)$$

Vztah (32) platí pro měření s válcovou sondou a lze z něj určit koncentraci částic ze změřeného nasyceného elektronového proudu sondou. V případě, že tento vztah použijeme pro výpočet koncentrace iontů, bývá výsledná hodnota zatížena poměrně velkou chybou. Toto je nejspíše způsobeno faktem, že dochází k urychlování iontů směrem k sondě díky slabému elektrickému poli, které je přítomno i za hranicí vrstvy prostorového náboje okolo sondy. Tato oblast je v literatuře označována jako tzv. presheath a díky její přítomnosti je vhodné použít pro výpočet iontového proudu na sondu jiné teorie, které již tento efekt zahrnují do úvahy. Často užívanou teorií je pak ABR teorie.

1.6.4 ABR teorie

Teorie ABR (Allen, Boyd and Reynolds) byla původně navržena pouze pro kulové sondy, avšak později byla upravena i pro sondy válcové. Důležitým předpokladem v této teorii je stanovení teploty iontů $T_i = 0$. Tato teorie tedy nebere do úvahy tok iontů způsobený tepelným pohybem, ale předpokládá, že jsou ionty přitahovány k sondě radiálně. Pro vyjádření iontového proudu na sondu se vychází z řešení Poissonovy rovnice pro potenciál v libovolné vzdálenosti r od povrchu sondy až do $r = \infty$. Tato rovnice při použití cylindrického souřadného systému nabývá tvaru:

$$\frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r} \left(r \frac{\partial V}{\partial r} \right) = \frac{e}{\varepsilon_0} (n_e - n_i) , \quad (34)$$

kde V značí potenciál, n_e je hustota elektronů daná vztahem (6) a n_i je hustota iontů, kterou lze vyjádřit pomocí celkového iontového toku I_i na jednotku délky, který dopadá na sondu, následovně:

$$n_i = \frac{I_i}{2\pi r} \left(\frac{-2eV}{m_i} \right)^{-\frac{1}{2}} , \quad (35)$$

kde m_i označuje hmotnost iontu. Tato teorie předpokládá, že elektrony opět podléhají Maxwellovu rozdělení rychlostí. Sonda se nachází v místě $r = 0$ a ionty se k ní přibližují ze vzdálenosti $r = \infty$, kde je potenciál V roven nule. Po dosazení vztahů pro hustotu elektronů (6) a hustotu iontů (35) do rovnice (34) dostaneme

$$\frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r} \left(r \frac{\partial V}{\partial r} \right) = \frac{e}{\varepsilon_0} \left[n_0 \cdot e^{\frac{eV}{k_B T_e}} - \frac{I_i}{2\pi r} \left(\frac{-2eV}{m_i} \right)^{-\frac{1}{2}} \right] , \quad (36)$$

A čtenými úpravami pak z této rovnice získáme člen definovaný jako normalizovaný sondový proud J :

$$J \equiv \frac{e I_i}{2\pi k_B T_e} \left(\frac{m_i}{2\varepsilon_0 n_0} \right)^{\frac{1}{2}} \quad (37)$$

a výsledná Poissonova rovnice po úpravách pro cylindrickou sondu, pak dostává následující tvar:

$$\frac{\partial}{\partial \xi} \left(\xi \frac{\partial \eta}{\partial \xi} \right) = J \eta^{-\frac{1}{2}} - \xi e^{-\eta} , \quad (38)$$

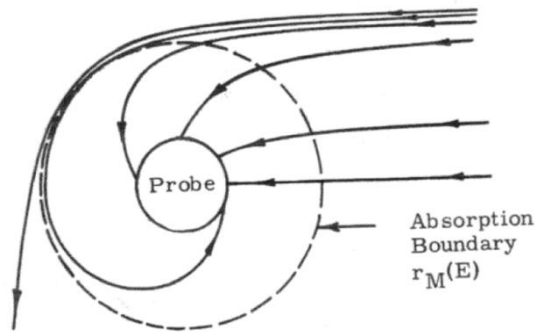
kde členy ξ a η jsou definovány následovně:

$$\xi \equiv \frac{r}{\lambda_D} , \quad \eta \equiv -\frac{eV}{k_B T_e} \quad (39)$$

Rovnice (38) je využívána k získání hodnot potenciálu η v jakékoli vzdálenosti ξ od sondy a pro každý zjištěný proud J jsou tyto hodnoty odlišné. Pro zjišťování jiných parametrů plazmatu je užíváno dalšího počítačového zpracování naměřeného iontového proudu I_i .

1.6.5 BRL teorie

Teorie BRL (Bernstein, Rabinovitz, and Laframboise) je ještě komplikovanější nežli teorie ABR, jelikož je zde uvažována navíc i závislost poloměru sondy na toku iontů na sondu. Zavádí se zde pojem tzv. absorpčního poloměru, viz obrázek č. 9, který určuje hranici, za kterou již všechny ionty dopadnou na sondu. [4]



Obrázek č. 9: Definice absorpčního poloměru. Převzato z [4]

Tato teorie popisuje získávání parametrů plazmatu sondovým měřením opět pomocí diferenciálních rovnic, jejichž řešení se hledá numerickými metodami. Pro cylindrickou sondu se vychází z řešení těchto rovností:

$$\frac{1}{\xi} \frac{d}{d\xi} \left(\xi \frac{\partial V}{\partial \xi} \right) = 1 - \frac{1}{\pi} \sin^{-1} \left(\frac{\frac{\iota}{\xi^2}}{1 + \frac{\eta}{\beta}} \right)^{\frac{1}{2}} \quad \text{pro } \xi > \xi_0, \quad (40)$$

$$\frac{1}{\xi} \frac{d}{d\xi} \left(\xi \frac{\partial V}{\partial \xi} \right) = \frac{1}{\pi} \sin^{-1} \left(\frac{\frac{\iota}{\xi^2}}{1 + \frac{\eta}{\beta}} \right)^{\frac{1}{2}} \quad \text{pro } \xi < \xi_0, \quad (41)$$

kde ξ_0 označuje absorpční poloměr, β je energie iontů, ι je bezrozměrný sondový proud na jednotku délky a zbylé členy jsou stejného významu jako v předchozí kapitole.

III. CÍLE PRÁCE

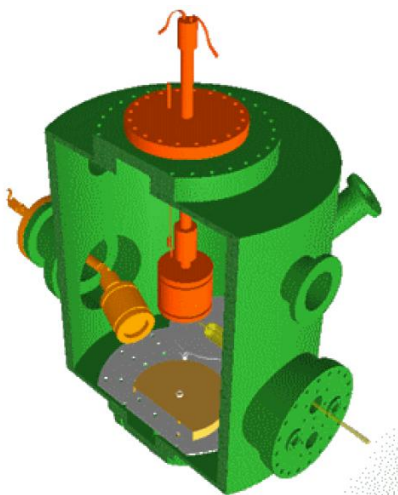
- Cílem předkládané diplomové práce je seznámení se s problematikou sondových měření a rešerše literatury.
- Dalším je konstrukce vlastní Langmuirovy sondy a implementace této sondy do vakuového systému.
- Následným úkolem je instalace a uvedení do provozu sondové řídicí jednotky ALP Impedans.
- Hlavním cílem je diagnostika plazmatu ve stanoveném rozsahu experimentálních podmínek
 - měření elektronové hustoty, teploty elektronů, potenciálu plazmatu a energetické rozdělovací funkce
 - měření závislosti vnitřních parametrů plazmatu na vstupních podmínkách
- Cílem práce je poté získaná data zpracovat a vyhodnotit naměřené parametry.

IV. PRAKTICKÁ ČÁST

Vlastní měření pro sondovou diagnostiku plazmatu probíhalo v laboratoři nízkoteplotního plazmatu na Ústavu fyziky na Přírodovědecké fakultě Jihočeské univerzity v Českých Budějovicích.

2 MĚŘICÍ APARATURA

Měřicí sonda byla umístěna do vakuového systému, ve kterém probíhala depozice tenkých vrstev ITO. Tento systém se skládá z vakuové komory, dvou vývěv, vakuového ventilu, tlakových měrek a hmotnostních kontrolérů průtoku. Vakuová komora je válcového tvaru vyrobená z nerezové oceli a k ní je připojeno dvoustupňové čerpání, které zprostředkovávají dvě vakuové pumpy. Pro sekundární čerpání je zde umístěna turbomolekulární vývěva TC400 od firmy Pfeiffer Vacuum s čerpací rychlostí 670 l/s a pro primární čerpání je zde vývěva typu scroll XDS35i s čerpací rychlostí 35 m³/hod. Mezi vývěvami a vakuovou komorou je umístěn deskový ventil od firmy VAT Valves se světlostí 160 mm, kterým lze upravovat rychlost čerpání systému. V systému jsou umístěny dvě vakuové měrky, kde jedna pracující v oblasti vyšších tlaků je Baratron od firmy MKS Instruments a druhá pro měření nižších tlaků je typu Pirani PCR260. Obě jsou připojeny k řídicím jednotkám, ze kterých lze odečítat hodnoty tlaku v systému. Průtok pracovních plynů do komory je řízen díky přítomnosti hmotnostních kontrolérů průtoku pro každý plyn od firmy MKS Instruments. Tyto kontroléry jsou ovládány digitálně prostřednictvím řídicí jednotky, kde lze nastavovat průtoky používaných plynů v jednotkách sccm. Do vakuové komory byly umístěny dva magnetrony o stejném průměru 3“ viz obrázek č. 10, do kterých byly vloženy terče ITO.

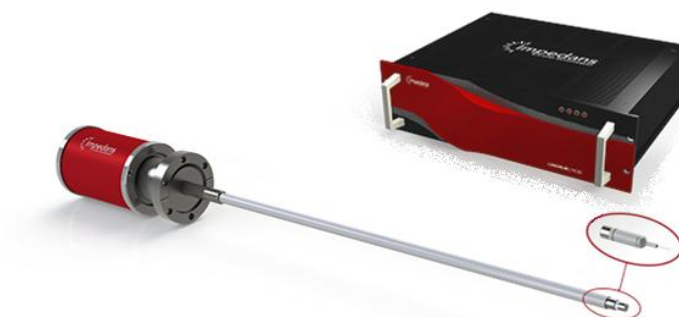


Obrázek č. 10: Schéma umístění magnetronů ve vakuové komoře. Převzato z [11].

Boční magnetron byl připojen k jednotce HiPIMS, která je napájena DC zdrojem od firmy Heinzinger typ PNC a parametry pulzů jsou nastavovány signálovým generátorem pulzů Quantum Composers 9518+. Horní magnetron byl napájen RF zdrojem od firmy COMET typu Cito 1310-ACNA-P37A-FF. Pro zobrazení průběhu napětí, proudu a budícího signálu pro sondu byl použit osciloskop od firmy Tektronix typ MDO3034. Vlastní sonda pak byla připojena k jednotce ALP System™ Langmuir Probe od společnosti Impedans.

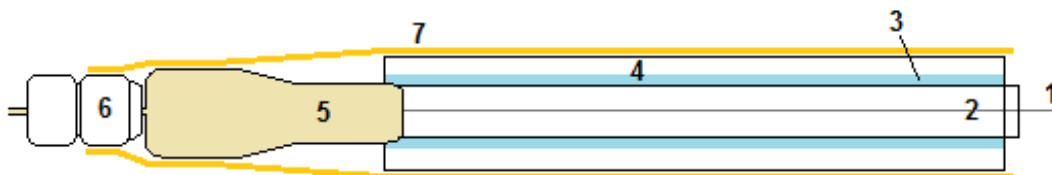
2.1 Langmuirova sonda

Do výše popsané měřicí aparatury byla následně umístěna měřicí sonda. Bylo zapotřebí vyrobit sondu o takových rozměrech, které se co nejvíce přibližují teorii sondových měření, tedy bylo žádoucí dosáhnout co nejmenšího povrchu sondy tak, aby bylo stále možné s takovou sondou měřit v reálných podmínkách při probíhající depozici. Z tohoto důvodu bylo upuštěno od použití komerční sondy dodané k systému ALP, viz obrázek č. 11, jelikož její povrch byl příliš velký.



Obrázek č. 11: Langmuirova sonda jako součást ALP System™. Převzato a upraveno z [8]

Na konstrukci zkušební Langmuirovy sondy byl nejdříve použit chromelový drát o průměru 0,25 mm, který byl později nahrazen wolframovým drátem o průměru 0,11 mm a rozměr měřicí části (kolektoru) sondy byl 1,7 mm. Pro izolaci neměřicí části wolframového drátku byly použity dvě skleněné trubičky vložené do sebe s vrstvou teflonové pásky mezi nimi. Poté byl wolframový drát vodivě spojen s měděným vývodním drátem a tato část byla izolována kaptonovou páskou. Pro izolaci koncové části měděného drátu, sloužícího pro vyvedení signálu získaného sondou z vakuové komory, byly použity keramické korálky umožňující jeho ohyb pro nastavení zvolené polohy sondy. Schéma a fotografii zkonstruované sondy lze vidět na obrázcích č. 12 a 13.



Obrázek č. 12: Schéma konstrukce sondy: 1 - měřicí hrot sondy, 2 - skleněná izolace, 3 - teflonová páska, 4 - skleněná izolace, 5 - měděný vodič, 6 - keramický korálek, 7 - kaptonová páska



Obrázek č. 13: Fotografie vyrobené sondy

Při probíhající měření, kde dochází k poprášení sondy vodivou vrstvou, je důležité, aby nedošlo k vodivému spojení kolektoru a izolační trubičky, jelikož by nastalo obrovské zvětšení rozměrů měřicí plochy sondy a výsledné hodnoty parametrů plazmatu by byly zkreslené. Implementace sondy do vakuové komory byla uskutečněna pomocí přírub typu KF a k výstupu z komory byl připojen navíc RF filtr, jako součást ALP System™ umožňující sondová měření v RF výboji. V komoře byla sonda umístěna mezi magnetrony pomocí ocelového stojánu ve vzdálenostech přibližně odpovídajících pozici substrátu při depozici vrstvy ITO.

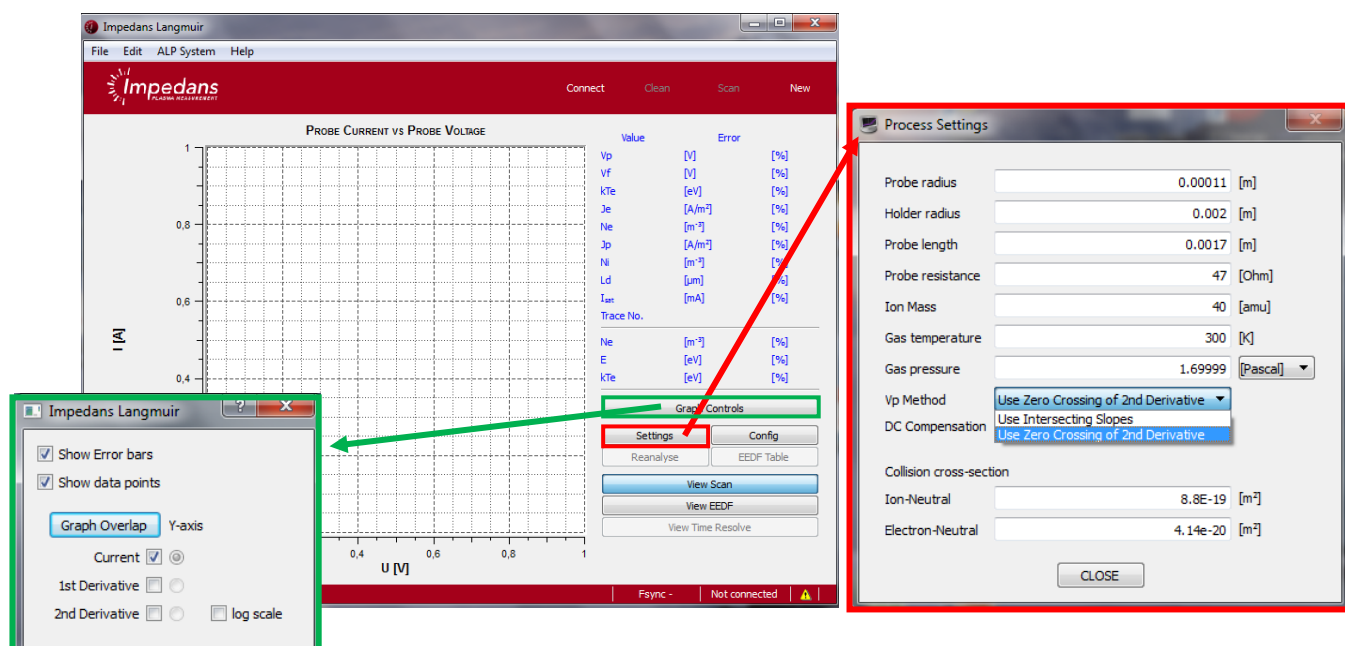
2.2 ALP System™

ALP System™ od společnosti Impedans je systémem poskytujícím diagnostiku pro měření hlavních parametrů plazmatu ve výbojích při nízkém a středním tlaku. Hlavní částí tohoto systému je řídicí jednotka zajišťující sběr dat, řízení a počáteční kontrolu Langmuirovy sondy. Tato jednotka je zobrazena na obrázku č. 14 v konkrétním umístění v laboratoři nízkoteplotního plazmatu.

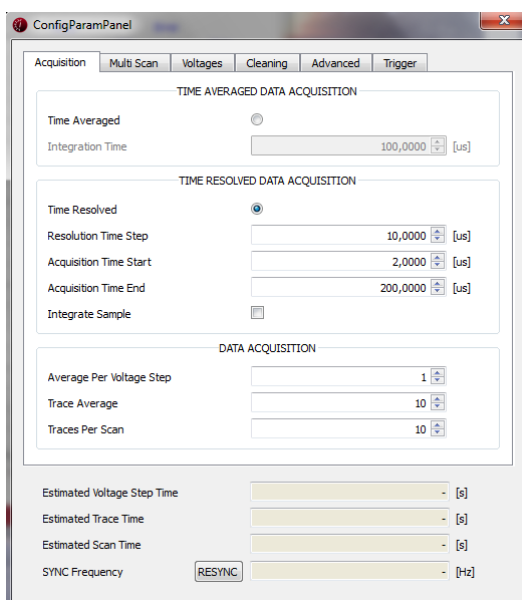


Obrázek č. 14: Řídicí jednotka ALP System™

Řídicí jednotka je následně připojena k počítači pomocí USB portu a v tomto počítači musí být nainstalován ALP System™ Software. Poté tento software slouží pro nastavení a inicializaci sběru dat a jejich následnou analýzu. Jeho uživatelské rozhraní umožňuje nastavit a provést standardní měření Langmuirovou sondou a po jeho provedení ihned zobrazí získaná data. Základní okno tohoto programu je zobrazeno na obrázku č. 15. Uprostřed tohoto okna je umístěna souřadná síť pro vykreslení změřené voltampérové charakteristiky sondy. V pravé části se pak vypíší konkrétní hodnoty hledaných parametrů s příslušnou chybou měření. Na obrázku č. 15 lze vidět možnosti nastavení grafu charakteristiky a základních údajů o procesu, včetně výběru metody ke stanovení potenciálu plazmatu. Detailní nastavení měření se poté provádí v okně ConfigParamPanel jež je zobrazeno na obrázku č. 16.



Obrázek č. 15: Hlavní okno ALP System™ Software



Obrázek č. 16: Okno ConfigParamPanel ALP System™ Software

Jak je z obrázku č. 16 patrné, ALP Systém umožňuje provádět měření i v časově rozlišeném módu. Při zvolení tohoto nastavení je zapotřebí zadat konkrétní hodnoty počátečního a konečného času, aby definovaly dobu, po kterou bude sběr dat probíhat. Dále je nutné nastavit časový krok rozlišení, který může být zvolen z rozmezí od 12,5 ns do 3 ms. V možnostech nastavení samotného získávání dat (DATA ACQUISITION) je při časově rozlišeném měření možné zvolit počet hodnot, které mají být změřeny v jednom napěťovém kroku a ze kterých se následným zprůměrováním získá jedna hodnota V-A charakteristiky. TRACE AVERAGE určuje počet měření V-A charakteristik, z kterých se pak

zprůměrováním získá výsledná charakteristika. TRACES PER SCAN, jež je v manuálu [9] označeno jako SCANS TO RUN, umožňuje uživateli nastavit počet měření jednotlivých V-A charakteristik provedených v rámci jedné relace měření. Při nastavení počtu na 0, dojde k nastavení kontinuálního skenování, které musí uživatel zastavit zmáčknutím tlačítka SCAN, jež jinak slouží pro zahájení měření. Dále v tomto menu v záložce Multi Scan je v případě potřeby možné nastavit prostorově rozlišené měření, kde je nutné zadat počáteční a konečné hodnoty posunutí a délku jednoho kroku v mm. V následující záložce Voltages uživatel nastaví rozsah napětí a velikost napěťového kroku v rámci jednoho měření V-A charakteristiky sondy. V záložce Cleaning si navíc uživatel může nastavit parametry pro čištění sondy, které má spálit vzniklou vrstvu na sondě v důsledku probíhající depozice. To by mělo dle [10] zabránit tvorbě hysterezních efektů. Avšak i přes možnost nastavení automatického čištění výrobce doporučuje optickou kontrolu po provedení tohoto čištění. Dále ALP System™ umožňuje připojení a nastavení externího signálu pro spouštění měření v záložce Trigger. Zde lze nastavit start měření náběžnou či sestupnou hranou signálu a jeho zpoždění. V dolní části okna ConfigParamPanel nezávisle na zvolené záložce se nachází odhady časů trvání jednoho napěťového kroku, jedné V-A charakteristiky a celého měření. Tyto odhady se mění v závislosti na změnách nastavení ve všech záložkách a tak si uživatel může zvolit takové nastavení, aby systém setrval v daném kroku pouze po odhadovaný čas jemu vyhovující.

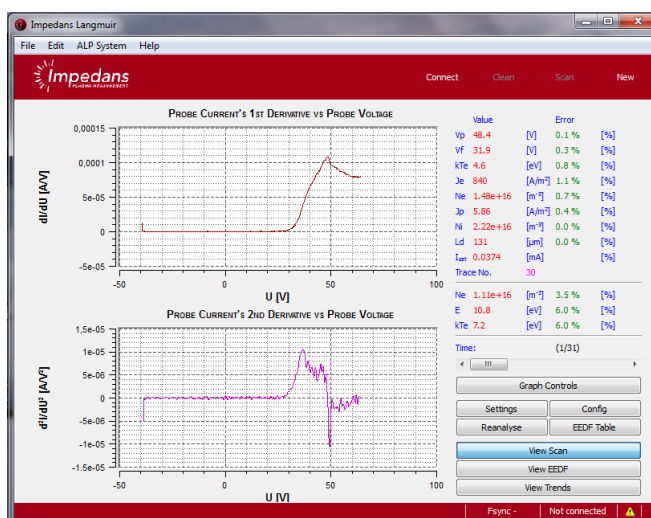
Použitím ALP System™ Software získáme ihned vypočtené hodnoty hledaných parametrů plazmatu, kterými jsou:

- V_p – potenciál plazmatu
- V_f – plovoucí potenciál
- kT_e – teplota elektronů
- J_e – elektronový proud
- N_e – elektronová hustota
- J_p – iontový proud
- N_i – hustota iontů

2.2.1 Potenciál plazmatu

Pro výpočet potenciálu plazmatu V_p lze v tomto programu zvolit ze dvou metod pro jeho získání. První metodou je určení maxima první derivace naměřené V-A charakteristiky,

jehož hodnota se nalezne pomocí bodu, v kterém druhá derivace této charakteristiky prochází nulou. Po provedení měření je možné nechat vykreslit grafy první a druhé derivace přímo v hlavním okně programu, jak je zobrazeno na obrázku číslo 17.



Obrázek č. 17: Zobrazení první a druhé derivace charakteristiky v ALP System™ Software

Druhou metodou je metoda protínajících se směrnic, ve které se vychází z převedení změřené charakteristiky do semi-logaritmické škály a následně se touto křivkou proloží dvě přímky. První přímka je vložena do oblasti mezi hodnotou plovoucího potenciálu V_f a maxima první derivace charakteristiky V_{max} a její směrnice je rovna převrácené hodnotě teploty elektronů kT_e . Druhá přímka prokládá oblast elektronového saturačního proudu, který je po převedení do semi-logaritmické škály přibližně lineární. Bod, ve kterém se tyto dvě přímky protínají, určuje hledanou hodnotu V_p . Pro výpočet potenciálu plazmatu touto metodou program využívá následujícího vztahu:

$$V_p = \frac{-b + \ln(I(V_{max})) - \frac{V_{max}}{kT_e}}{a - \frac{1}{kT_e}} \quad (42)$$

Kde koeficienty a a b jsou směrnice a posunutí v ose y ze směrnicového tvaru rovnice přímky prokládající oblast saturace elektronů a $I(V_{max})$ je proud na sondě při hodnotě napětí V_{max} .

2.2.2 Teplota elektronů

Pro výpočet teploty elektronů program nevyužívá metodu prokládání oblasti mezi V_f a V_p přímkou ale následujícího vztahu:

$$\frac{1}{kT_e} = \frac{I(V_p)}{\int_{V_f}^{V_p} I_e(V) dv} \quad (43)$$

Kde je proud na sondu při napětí V_p dělen integrálem charakteristiky v intervalu od V_f do V_p .

2.2.3 Hustota elektronů

K získání hodnoty elektronové hustoty program využívá vztahu, kde opět vystupuje proud na sondu při napětí V_p . Je zde zapotřebí znát plochu sondy A_p a vyjádření tohoto vztahu je následující:

$$n_e = \frac{I(V_p)}{A_p} \sqrt{\frac{2\pi m_e}{e^2 kT_e}} \quad (44)$$

2.2.4 Elektronový proud

Zde se jedná o náhodný tok elektronů na povrch sondy v momentě, kdy je potenciál na sondě roven hodnotě potenciálu plazmatu, a tedy okolo sondy není oblast prostorového náboje. Tento vztah je jednoduše vyjádřen následovně:

$$J_e = \frac{I(V_p)}{A_p} \quad (45)$$

2.2.5 Iontový proud

Iontový proud J_p zde představuje tok iontů na hranici prostorového náboje okolo sondy s využitím Bohmova kritéria pro oblast prostorového náboje. Základní vztah je analogií výpočtu elektronového proudu

$$J_p = \frac{I_0}{A_p}, \quad (46)$$

avšak zde je I_0 proud iontů na hranici prostorového náboje okolo sondy. Tento proud je využíván v tomto vztahu z důvodu závislosti počtu srážek iontů při průchodu prostorovým nábojem okolo sondy na celkovém počtu zachycených iontů sondou. Analytické vyjádření vztahu pro výpočet tohoto proudu, kterého program užívá je

$$I_0 = \frac{I(-80\text{v})}{a_{\text{cyl}}(-X)^{b_{\text{cyl}}} \left(1 + \frac{r_p}{\lambda_D} \cdot \frac{a_{\text{sph}}}{a_{\text{cyl}}} (-X)^{\Delta b} \right) \gamma_1 \gamma_2}, \quad (47)$$

kde $I(-80\text{v})$ je proud na sondu při napětí -80 V, což je výchozí nastavení programu, které však může být uživatelem upraveno. Ve vztahu vystupují koeficienty popisující prostorový náboj a a b , které jsou závislé na poloměru sondy r_p a Debyeovo stínící vzdálenosti λ_D . Tyto koeficienty jsou zde použity jak pro válcovou sondu tak i polokulovou sondu z důvodu příspěvku k celkovému iontovému proudu i z čelní plochy sondy. Jejich analytická vyjádření dle [9] jsou:

$$\begin{aligned} a_{\text{cyl}} &= 1,18 - 0,00080 \left(\frac{r_p}{\lambda_D} \right)^{135}; & b_{\text{cyl}} &= 0,0684 + \left(0,722 + 0,928 \frac{r_p}{\lambda_D} \right)^{-0,729} \\ a_{\text{sph}} &= 1,98 + 4,49 \left(\frac{r_p}{\lambda_D} \right)^{1,31}; & b_{\text{sph}} &= -2,95 + 3,61 \left(\frac{r_p}{\lambda_D} \right)^{-0,0394} \end{aligned} \quad (48)$$

Zbývajících členy ze vztahu (47) jsou bezrozměrný potenciál sondy X určený jako

$$X = \frac{V - V_p}{kT_e} \quad (49)$$

a γ_1 a γ_2 , což jsou koeficienty závislé na počtu srážek v oblasti prostorového náboje vycházející z teorie ABR.

2.2.6 Hustota iontů

Při výpočtu iontové hustoty program opět využívá získaného proudu iontů na hranici prostorového náboje okolo sondy I_0 a analogicky k výpočtu elektronové hustoty používá vztah:

$$n_i = \frac{I_0}{A_p} \sqrt{\frac{2\pi m_i}{e^2 kT_e}}, \quad (50)$$

kde m_i je hmotnost iontu s největším zastoupením.

2.2.7 EEDF (Electron Energy Distribution Function)

Výsledné hodnoty pro elektronovou hustotu a elektronovou teplotu je možné v programu ALP System™ Software získat i z určení distribuční funkce energie elektronů. Tuto funkci program určuje z druhé derivace změřené V-A charakteristiky po odečtení iontového proudu s použitím Druyvesteynova vzorce:

$$F(\epsilon) = \frac{4}{e^2 A_p} \sqrt{\frac{mV}{2e}} \frac{d^2 I}{dV^2}, \quad (51)$$

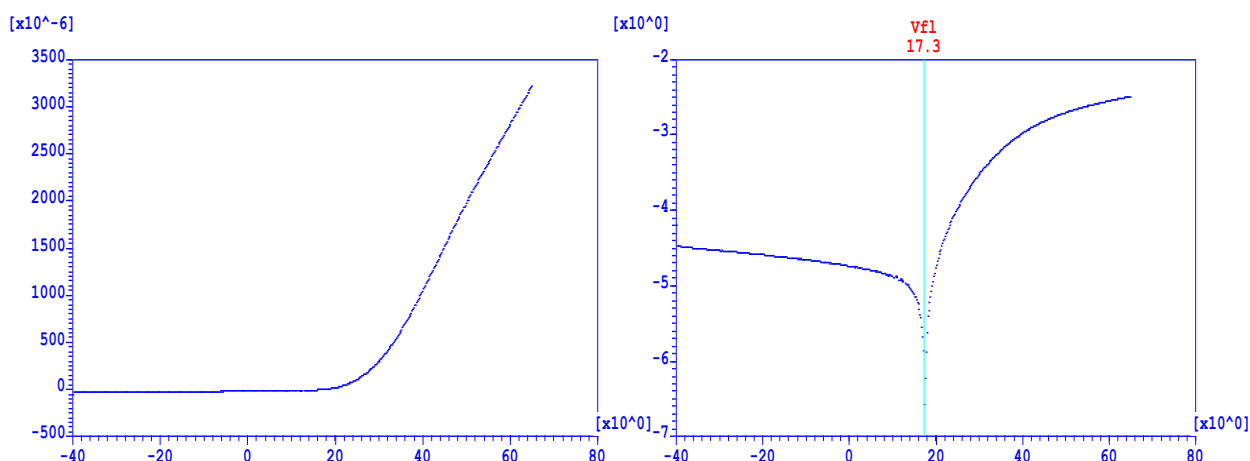
kde $V' = V_p - V$. Jelikož v druhé derivaci charakteristiky může být přítomno velké množství šumu, mění tento program při výpočtu EEDF délku jednotlivých energetických kroků a jejich rozlišení. Toto výchozí nastavení s délkami a rozlišením jednotlivých kroků je uvedeno v tabulce č. 1, která také může být upravena uživatelem.

Energy [eV]	Resolution [eV]
0,5	0,4
1	0,5
1,5	0,5
2	0,5
3	1
4	1
5	1
6	1
7	1
8	1
9	1
10	2
12	2
14	2
16	2
18	2
20	3
23	3
26	3
29	3

Tabulka č. 1: výchozí tabulka ALP System™ pro výpočet EEDF z druhé derivace změřené charakteristiky

2.3 Program START

Tento program slouží k vyhodnocování naměřených V-A charakteristik z cylindrické Langmuirovy sondy a vytvořil ho doc. Mgr. Pavel Kudrna, Dr. z Katedry fyziky povrchů a plazmatu na Matematicko-fyzikální fakultě Univerzity Karlovy v Praze. Výhodou tohoto programu je možnost zásahu uživatele do průběhu výpočtu parametrů plazmatu, proto byl částečně využit i v této práci. Do tohoto programu jsou hodnoty změřené charakteristiky načteny z textového souboru a rozměry sondy s podmínkami depozice jsou zadávány uživatelem v záložce hlavního okna označenou jako Parameters. Na obrázku číslo 18 je zobrazena vložená charakteristika a následné určení plovoucího potenciálu po převedení křivky do semilogaritmické škály.



Obrázek č. 18: Vykreslení vložené charakteristiky a určení plovoucího potenciálu

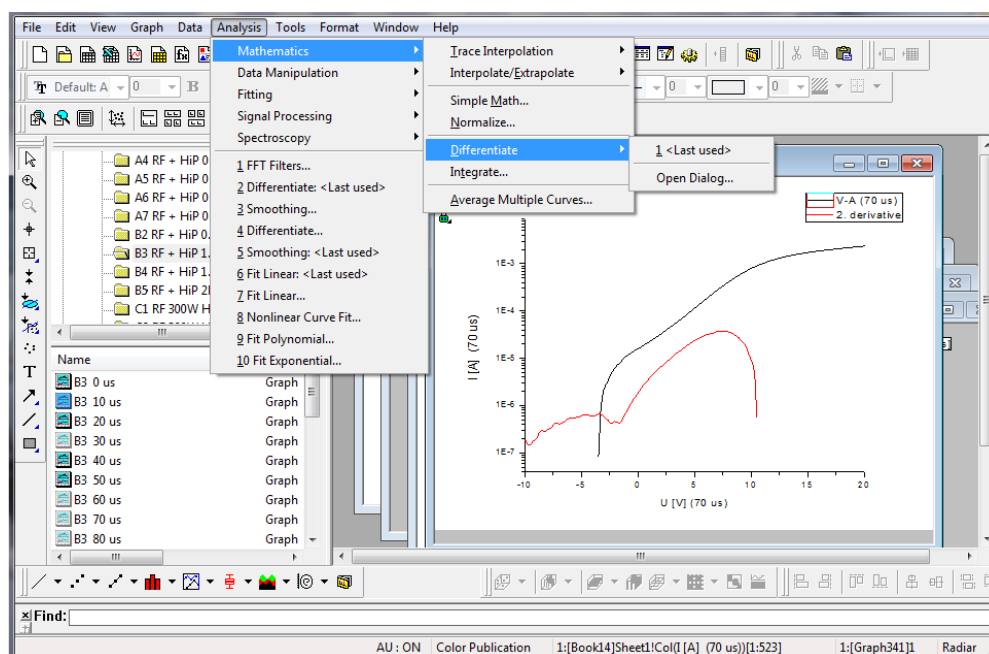
v programu START

Dalšími kroky program START vypočte druhou derivaci charakteristiky, ze které nalezením bodu, kde křivka prochází nulou za plovoucím potenciálem, určí potenciál plazmatu. Poté následuje výpočet teploty elektronů, kterou program určuje ze směrnice přímky, která prokládá lineární část křivky druhé derivace mezi plovoucím potenciálem a potenciálem plazmatu, kde interval, který se má fitovat nastavuje uživatel sám. Elektronovou hustotu poté program dopočte z určené elektronové teploty a hodnoty proudu na sondu při potenciálu plazmatu.

2.4 Program Origin

Program Origin je proprietárním softwarem umožňující analýzu dat a tvoření interaktivních grafů. Jeho funkce umožňují i vyhodnocení naměřených V-A charakteristik z Langmuirovy sondy. Postupovat lze stejně jako v případě programu START, avšak každý krok musí

uživatel zadávat výběrem sloupců dat a volením správné funkce. Jedná se tedy o časově nejnáročnější možnost pro vyhodnocování hledaných parametrů plazmatu. Na obrázku číslo 19 je zobrazena ukázka práce v programu Origin při určování derivace vložené charakteristiky.



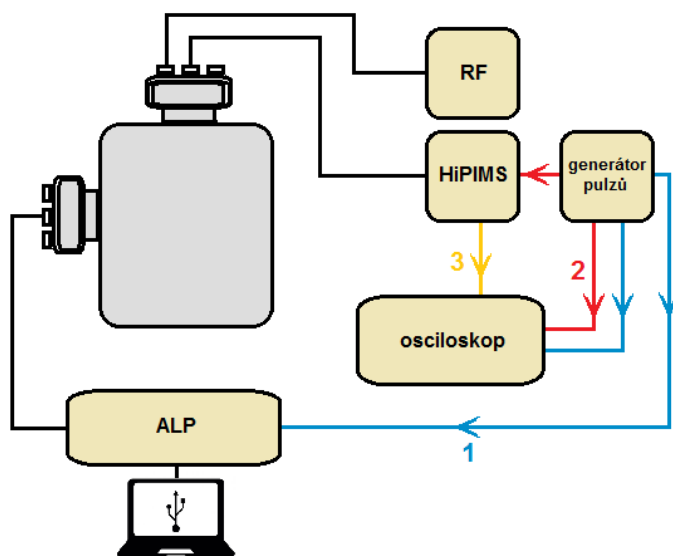
Obrázek č. 19: Ukázka práce v programu Origin

V tomto programu lze získat i výše zmiňovanou pravděpodobnostní funkci energie elektronů (EEPF) a to z druhé derivace sondové charakteristiky, která je převedena do absolutní hodnoty a posunuta do bodu 0 odečtením zjištěného potenciálu plazmatu. Následně křivku převedeme do semilogaritmické škály a obdržíme EEPF. Problémem zde je výskyt velkého šumu při získávání derivací charakteristiky, a proto bylo v mnoha případech nutné použít funkci pro vyhlazení křivky pomocí průměrování přilehlých bodů.

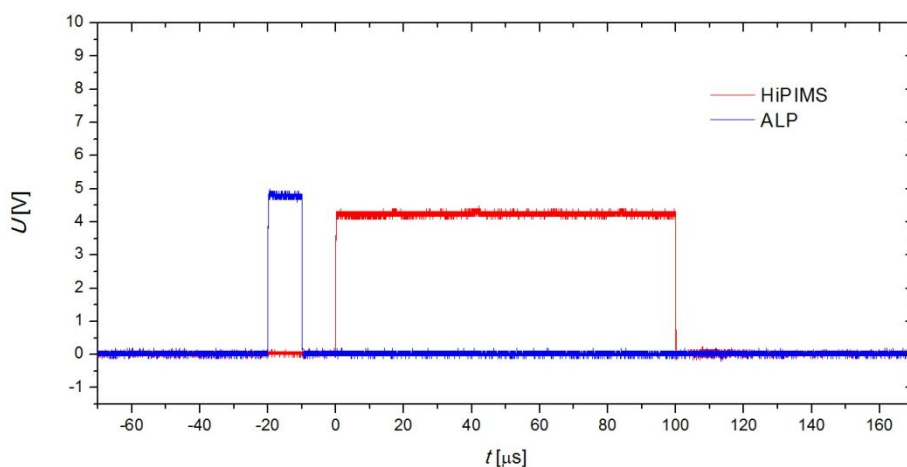
3 ČASOVĚ ROZLIŠENÁ MĚŘENÍ

Měření za použití ALP System™, jak již bylo zmíněno v kapitole 2.2, poskytuje nastavení časově rozlišeného měření, které umožňuje sledovat změny v parametrech plazmatu v časových krocích o délkách z rozmezí od 12,5 ns do 3 ms. Jelikož bylo při vlastním sondovém měření pro tuto práci používáno kromě RF i zdroje HiPIMS, bylo možné sledovat vývoj systému v konkrétních časech jeho vysokovýkonných pulzů. Důležité bylo nastavení externího spouštěcího signálu tak, aby měření započalo ve zvolený čas před samotným

začátkem pulzu. Proto byl využit signálový generátor Quantum Composers 9518+, ze kterého kromě řízení jednotky HiPIMS byl vyveden další signál TTL pro spuštění sondového měření, který byl přiveden do řídicí jednotky ALP a zároveň do osciloskopu, pro možnost vizuální kontroly nastavení. Blokové schéma tohoto zapojení je znázorněno na obrázku č. 20 a průběhy řídicích signálů pro HiPIMS a ALP jednotku získané z osciloskopu jsou zobrazeny na obrázku číslo 21. V této práci bylo použito nastavení délky HiPIMS pulsu na 100 μs (při frekvenci 1 kHz) a signál pro spuštění měření byl posunut o 20 μs před tento puls z důvodu kontroly průběhu měření.

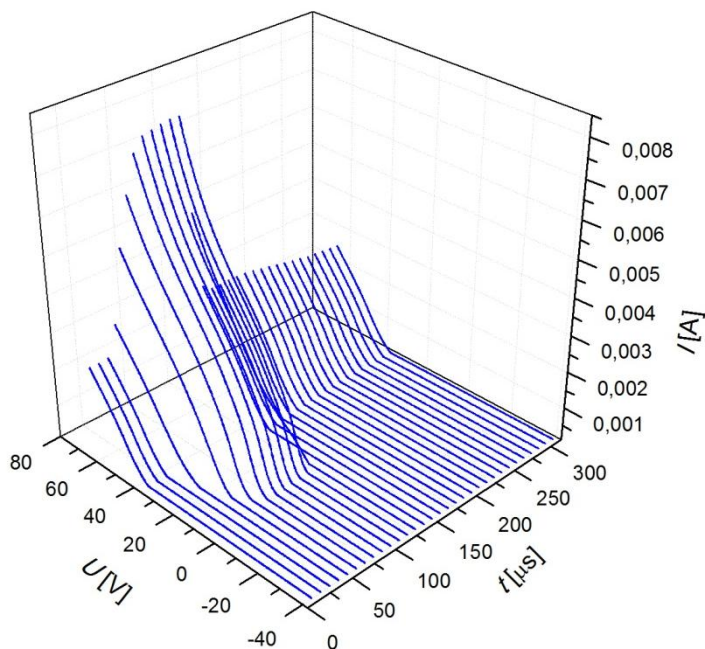


Obrázek č. 20: Blokové schéma zapojení s vyznačenými řídicími signály: 1) řídicí signál pro jednotku ALP o délce 10 μs a frekvenci 1kHz; 2) řídicí signál pro zdroj HiPIMS o délce 100 μs a frekvenci 1 kHz; 3) kontrola výbojového proudu zdroje HiPIMS



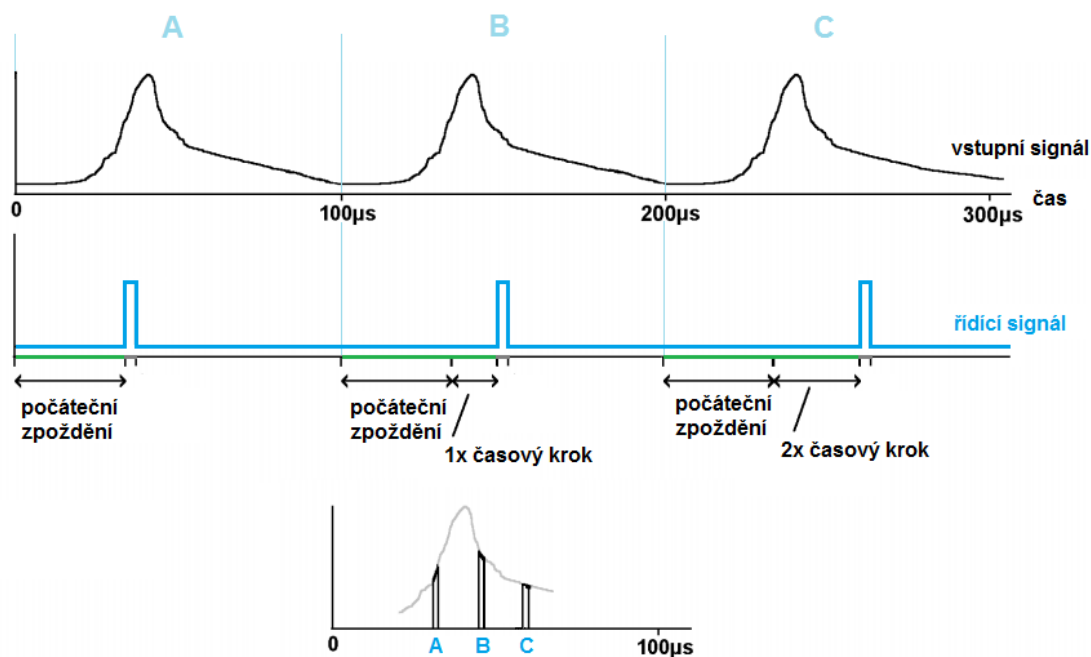
Obrázek č. 21: Zobrazení nastavení řídicích signálů pro HiPIMS a ALP System™

Na obrázku č. 22 je znázorněna ukázka změřených charakteristik s časovým rozlišením 10 μs . Díky této délce časového kroku bylo ze samotného průběhu pulsu získáno vždy 10 charakteristik a zbylé charakteristiky již byly změřeny pouze za přítomnosti RF zdroje.



Obrázek č. 22: Ukázka časově rozlišeného měření V-A charakteristik sondy zobrazených v programu Origin

Výsledná časově rozlišená data v systému ALP jsou získávána metodou boxcar, při které dochází k průměrování dat z určitého časového intervalu za účelem softwarového snížení přítomného šumu. Výhodou této metody je možnost použití v reálném čase a to pro děje až v řádu pikosekund (při použití pro měření v plazmatu se běžně užívá řádu stovek nanosekund až mikrosekundy), nevýhodou je naopak ztráta detailů signálu díky průměrování. Schématický princip této metody při nastavení spouštění měření v různých časech měřeného periodického signálu je zobrazen na obrázku číslo 23. Výpočet zobrazených bodů A, B a C v grafu v dolní části obrázku se provádí průměrováním n vzorků získaných několikanásobným měřením v nastavení zobrazeného jako oblast A poté B a C v horní části obrázku.



Obrázek č. 23: Princip časově rozlišeného měření metodou boxcar.

4 POPIS REÁLNÉHO SYSTÉMU

Tato kapitola je věnována popisu konkrétních nastavení jednotlivých komponent měřicí aparatury, která byla použita pro sondové měření uskutečněné v této práci. Cílem měření bylo stanovit parametry plazmatu a pozorovat jejich vývoj v čase a závislost na změnách depozičních podmínek. Jak již bylo zmíněno v kapitole 2, byly použity dva druhy zdrojů pro generování plazmatu. Prvním byl RF zdroj o frekvenci 13,56 MHz, jehož výkon byl udržován na konstantní hodnotě 300 W, a druhým byl HiPIMS s frekvencí 1kHz, délkou pulzu 100 μs a střední hodnotou proudu $I_m = 780 \text{ mA}$. Pracovním plynem byl argon s konstantním průtokem 15 sccm a v závislosti na nastavených podmínkách depozice se měnilo přítomné množství dusíku pro reaktivní deponování. Samotné měření bylo cíleno na pozorování změn změřených parametrů plazmatu při depozici tenké vrstvy ITO v následujících třech závislostech:

- A. Závislost parametrů plazmatu na tlaku
- B. Vliv přítomnosti dusíku na parametry plazmatu
- C. Závislost parametrů plazmatu na hodnotě středního proudu HiPIMS zdroje

4.1 Nastavení systému pro měření závislosti parametrů plazmatu na tlaku

RF zdroj	výkon	$P = 300 \text{ W}$
HiPIMS zdroj	frekvence	$f = 1 \text{ kHz}$
	střední proud	$I_m = 780 \text{ mA}$
	střída	$D = 10 \%$
Ag	tok	15 sccm
N₂	tok	0,2 sccm

Tabulka č. 2: Tabulka nastavení měření závislosti parametrů plazmatu na tlaku

V tomto systému bylo provedeno 5 měření a měnící se veličinou zde byla hodnota nastavení tlaku na následující hodnoty:

- 1) $p = 0,5 \text{ Pa}$
- 2) $p = 0,9 \text{ Pa}$
- 3) $p = 1,3 \text{ Pa}$
- 4) $p = 1,7 \text{ Pa}$
- 5) $p = 2 \text{ Pa}$

4.2 Nastavení systému pro měření vlivu přítomnosti dusíku na parametry plazmatu

RF zdroj	výkon	$P = 300 \text{ W}$
HiPIMS zdroj	frekvence	$f = 1 \text{ kHz}$
	střední proud	$I_m = 780 \text{ mA}$
	střída	$D = 10 \%$
Ag	tok	15 sccm
p	tlak	0,5 Pa

Tabulka č. 3: Tabulka nastavení měření vlivu přítomnosti dusíku na parametry plazmatu

V tomto systému bylo provedeno 5 měření a měnící se veličinou zde byla hodnota nastavení průtoku N₂ na následující hodnoty:

- 1) $N_2 = 0 \text{ sccm}$
- 2) $N_2 = 0,1 \text{ sccm}$
- 3) $N_2 = 0,2 \text{ sccm}$
- 4) $N_2 = 0,4 \text{ sccm}$

5) $N_2 = 0,8$ sccm

4.3 Nastavení systému pro měření závislosti parametrů plazmatu na hodnotě středního proudu HiPIMS zdroje

RF zdroj	výkon	$P = 300$ W
HiPIMS zdroj	frekvence	$f = 1$ kHz
	střída	$D = 10$ %
Ag	tok	15 sccm
N_2	tok	1 sccm
p	tlak	0,5 Pa

Tabulka č. 4: Tabulka nastavení měření závislosti parametrů plazmatu na hodnotě středního proudu HiPIMS zdroje

V tomto systému bylo provedeno 5 měření a měnící se veličinou zde byla hodnota nastavení středního proudu HiPIMS zdroje na následující hodnoty:

- 1) $I_m = 780$ mA, bez přítomnosti RF zdroje
- 2) $I_m = 780$ mA
- 3) $I_m = 390$ mA
- 4) $I_m = 195$ mA
- 5) samotný RF zdroj

4.4 Nastavení ALP System™ Software pro všechna měření

Jak bylo popsáno v kapitole 2.2, zde jsou uvedeny konkrétní použité hodnoty pro časově rozlišená měření pomocí ALP System™, viz tabulka č. 5. Tyto hodnoty byly takto zvoleny na základě předchozích zkušebních experimentů, při nichž bylo cílem nalézt vhodné nastavení takovým způsobem, aby doba průběhu měření a jeho výsledná nejistota byly přijatelně optimalizovány.

TIME RESOLVED DATA ACQUISITION

Resolution Time Step	10 μ s
Acquisition Time Start	0 μ s
Acquisition Time End	300 μ s

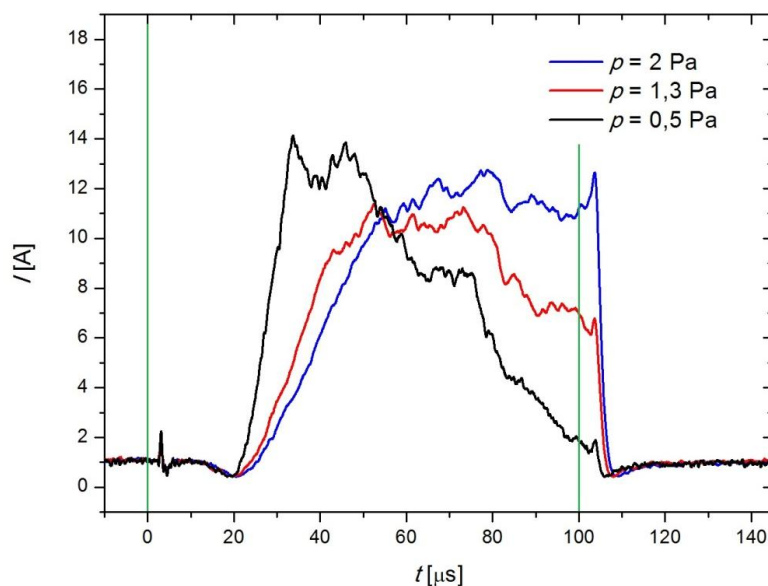
DATA ACQUISITION	
Average Per Voltage Step	6
Trace Average	5
Traces Per Scan	30

SCAN VOLTAGES	
Start Voltage	- 40 V
Step Voltage	0,2 V
End Voltage	65 V

Tabulka č. 5: Tabulka nastavení měření v ALP System™ Software

4.5 Vlastnosti výboje při provádění sondové diagnostiky

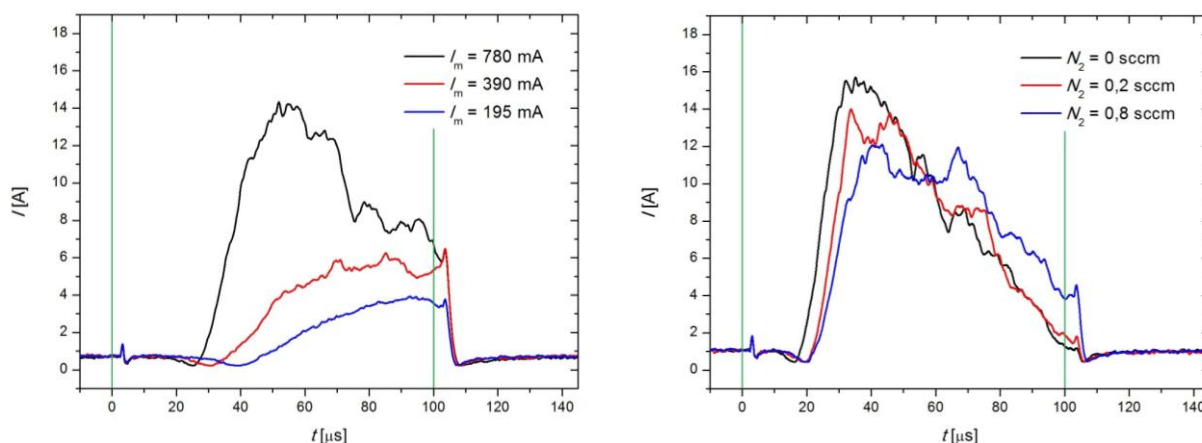
Při provádění měření bylo pro depozici ITO využíváno RF výboje a vysokovýkonného pulsního výboje HiPIMS, viz kapitola Popis reálného systému. Byly pozorovány změny vlastností HiPIMS výboje při různých nastavení systému pro měření výše uvedených závislostí. Transformace průběhu výbojového proudu v čase jednoho pulzu HiPIMS vlivem změny nastavení tlaku zaznamenané osciloskopem jsou zobrazeny v grafu č. 1.



Graf č. 1: Průběh výbojového proudu pulsu HiPIMS při změnách v nastavení tlaku s vyznačeným počátkem a koncem řídicího signálu

Při měření za těchto podmínek byl střední výbojový proud pro všechna zobrazená měření 780 mA. V grafu č. 1 je viditelné zpoždění způsobené elektronickými systémy, které představuje počáteční 3 μ s do prvního nízkého lokálního maxima proudu. Poté v oblasti do

20 μs ještě není pozorován nárůst proudu, jelikož se jedná o čas, během kterého je na katodě již vysoké napětí, ale množství nabitých částic pro vytvoření samostatného výboje ještě není dostačující. Graf č. 1 ukazuje rozdíly v průběhu výbojového proudu při změnách v nastavení tlaku. Z tohoto grafu je patrné, že při nízkém tlaku 0,5 Pa je nárůst proudu nejrychlejší, dosahuje nejvyššího maxima, avšak pozvolna klesá již od poloviny pulzu. Tento efekt je typický pro HiPIMS výboj a je vysvětlován přítomností tzv. efektu ředění plynu, při kterém dochází k poklesu hustoty částic plynu před katodou (terčem). [10] V opačném případě, při tlaku 2 Pa dochází k pozvolnému nárůstu proudu s větším zpožděním náběhu maxima výbojového proudu. Na konci pulzu je pak hodnota proudu několikanásobně větší oproti nižším tlakům. Možné vysvětlení tohoto chování může spočívat ve faktu, že díky většímu tlaku vzrůstá počet iontů v plazmatu a tím pádem i množství rozprášených částic z terče. Rozprášené částice terče jsou následně ionizovány v oblasti hustého plazmatu nad terčem a s velkou pravděpodobností se mohou tyto ionty dostat zpátky na terč a přispívat tak k výbojovému proudu. Koncové zpoždění po čase 100 μs je u všech změřených závislostí opět způsobeno elektronickými systémy.



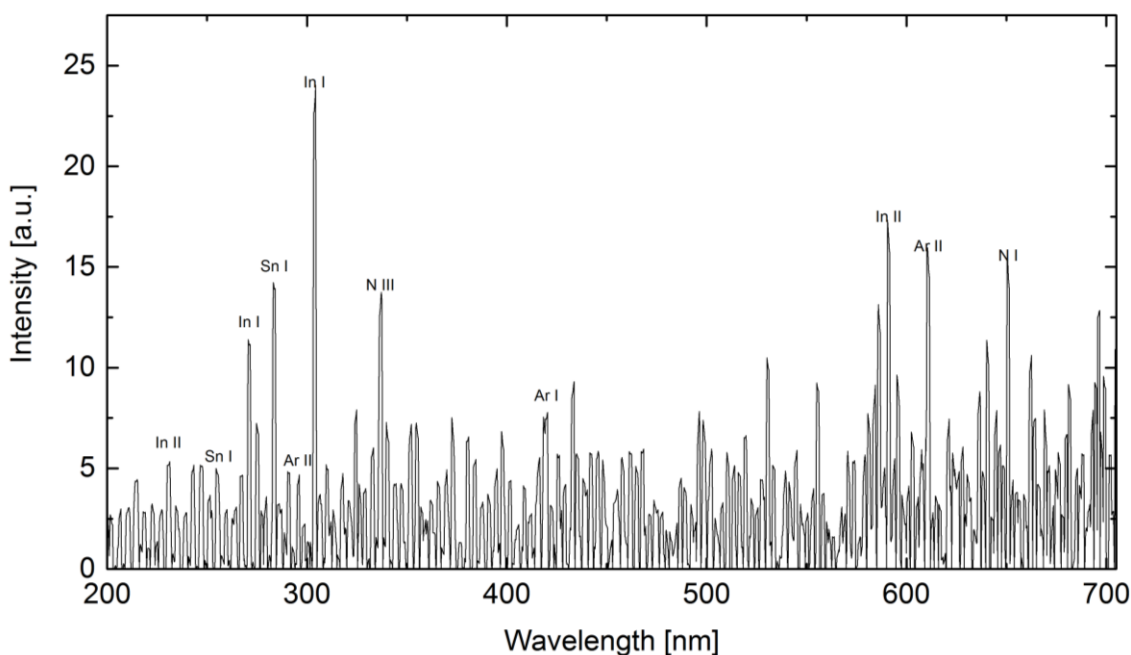
Graf č. 2 a 3: Průběhy výbojového proudu pulsu HiPIMS při změnách nastavení středního proudu I_m (vlevo) a HiPIMS při změnách v nastavení průtoku N_2 (vpravo) s vyznačenými počátky a konci řídicího signálu

Při nastavení podmínek se změnami výchozích hodnot středního výbojového proudu HiPIMS je z grafu č. 2 patrné, že nastavený pokles se očekávaně projevil bez žádných doprovodných efektů ovlivňujících průběh proudu a maxima získaných křivek odpovídají výchozímu nastavení. Dále je z tohoto grafu viditelné, že efekt zředění plynu před terčem je nejvíce patrný pro nejvyšší nastavený střední proud HiPIMS. Pro nízké střední proudy je proud pulzem HiPIMS natolik nízký, že množství rozprášených částic nemůže již naředit

argonový plyn před terčem v takové míře, aby byl pozorován typický pokles výbojového proudu v průběhu HiPIMS pulzu. Na grafu č. 3 je pak zobrazena změna průběhu výbojového proudu při různém nastavení průtoku N_2 , která se projevuje pouze poklesem maximálních hodnot proudu nepřímo úměrných velikosti toku N_2 . Příčinou tohoto poklesu maxim může být z části snížení počtu nabitých částic jako důsledek vyššího počtu nepružných srážek neutrálních molekul dusíku s elektrony, při kterých dojde pouze k excitaci, a tedy nevzniká nabitá částice, na rozdíl od srážek ionizačních. Dalším aspektem může být vznik nitridů na povrchu terče, který způsobuje snížení napětí na katodě, a tím může ovlivnit výbojový proud. Tento jev je znám jako tzv. otravování terče při reaktivním deponování tenkých vrstev.

4.6 Optická emisní spektroskopie

Ve spolupráci s Mgr. Petrem Sezemským bylo provedeno měření optické emisní spektroskopie pro bližší analýzu chemického složení užívaných výbojů. Získáno bylo přehledové spektrum z oblasti blízké substrátu, jež je zobrazeno na obrázku č. 24.



Obrázek č. 24: Přehledové spektrum z provedené optické emisní spektroskopie

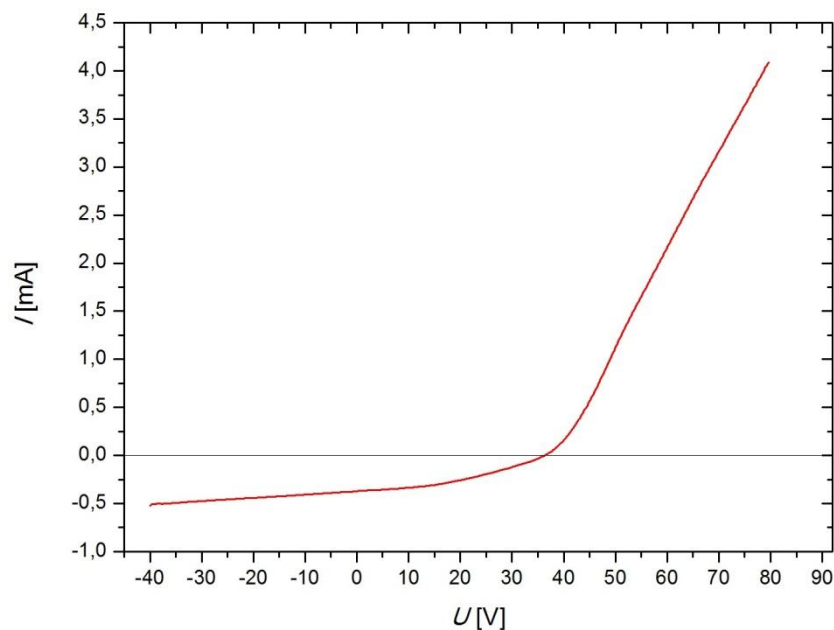
Jelikož se jednalo o depoziční proces nanášení tenké vrstvy ITO (In_2O_3/SnO_2) jsou v tomto spektru vyznačeny spektrální čáry prvků, které nejvíce ovlivňovali průběh depozice a tvorbu tenké vrstvy.

5 VÝSLEDKY SONDOVÉ DIAGNOSTIKY A DISKUZE

V této kapitole budou popsány rozdíly v sondové diagnostice plazmatu v závislosti na zvoleném způsobu jeho generování (RF a HiPIMS) a následně uvedeny výsledky vlastní sondové diagnostiky plazmatu při depozičním procesu vrstev ITO a jejich diskuze.

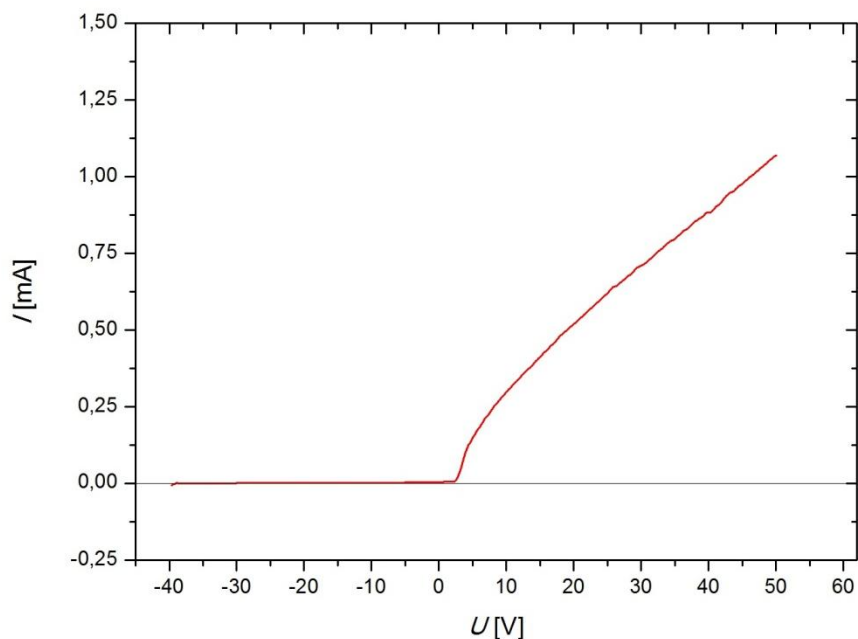
5.1 Sondová charakteristika při použití RF a HiPIMS zdrojů výboje

Změřené hodnoty V-A charakteristiky za přítomnosti samotného RF zdroje vykazují chudou oblast elektronové saturace a slabý ohyb oproti ideálnímu zakřivení sondové charakteristiky, což je pro diagnostiku plazmatu generovaného RF výbojem typické [4]. Charakteristika získaná z měření při depozici ITO je vykreslena na grafu číslo 4. Pro její správné vyhodnocení je důležité, aby její ohyb byl dostatečně hladký pro získání nezašuměné křivky druhé derivace. Poté je možné získat hledané parametry popisující toto RF plazma.



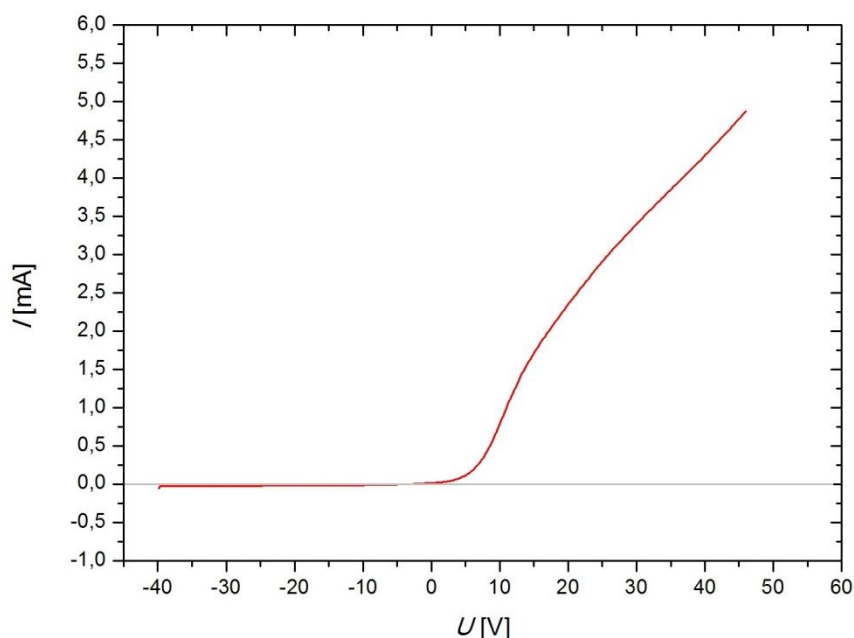
Graf č. 4: Změřená sondová charakteristika s průběhem typickým pro RF plazma

Sondová charakteristika získaná za přítomnosti samotného HiPIMS zdroje, která je zobrazena v grafu č. 5, vykazuje nízké hodnoty proudu ve srovnání s charakteristikou z RF výboje a ostrý ohyb v blízkosti nulové hodnoty přiloženého napětí na sondě. Inflexní bod této charakteristiky se nachází typicky v intervalu 0 – 10 V, z čehož vyplývá nižší hodnota pro potenciál plazmatu V_p oproti plazmatu generovaném RF zdrojem.



Graf č. 5: Změřená sondová charakteristika s průběhem typickým při užití zdroje HiPIMS

Při zjišťování parametrů plazmatu při depozici vrstev ITO bylo téměř výhradně užíváno zdrojů HiPIMS i RF současně. Průběh těchto sondových charakteristik získaných v časech pulsu HiPIMS je ilustrován na grafu č. 6, na kterém se jedná o charakteristiku získanou v čase 70 μ s od náběžné hrany řídicího signálu pro jednotku HiPIMS.

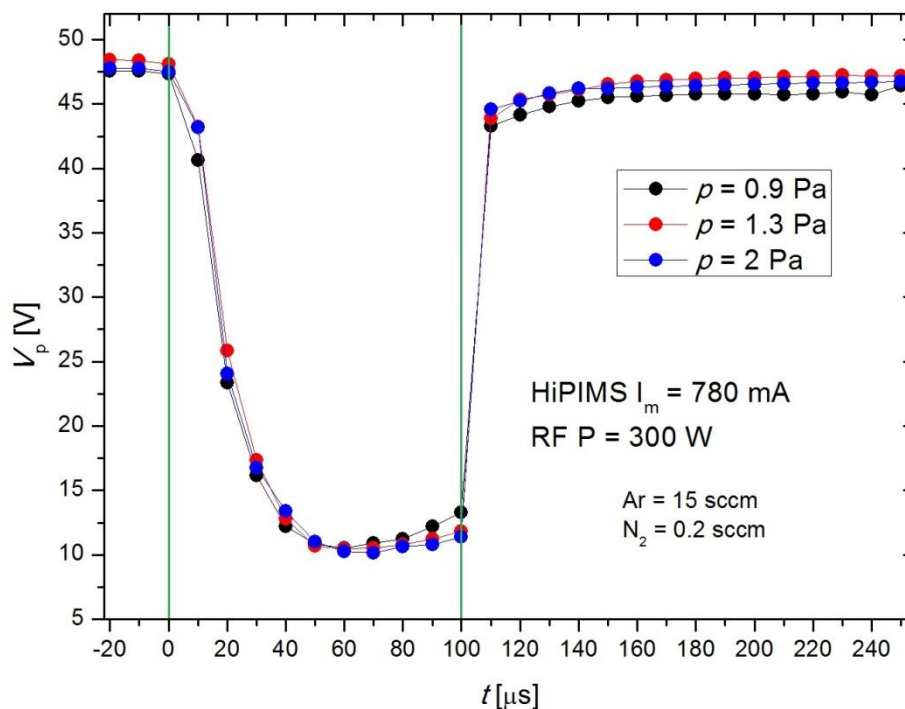


Graf č. 6: Změřená sondová charakteristika s průběhem při současném užití zdrojů RF a HiPIMS

Na první pohled je z této charakteristiky patrné složení z křivek z grafů č. 4 a 5. Její ohyb zůstává v oblasti typické pro HiPIMS avšak inflexní bod je posunut vlivem RF zdroje do vyšších hodnot napětí. Oproti oběma předchozím grafům jsou v této charakteristice získávány vyšší hodnoty proudu, což je zřejmě způsobeno superpozicí obou zdrojů plazmatu, jelikož byla tato charakteristika získána v čase 70 μ s pulzu HiPIMS.

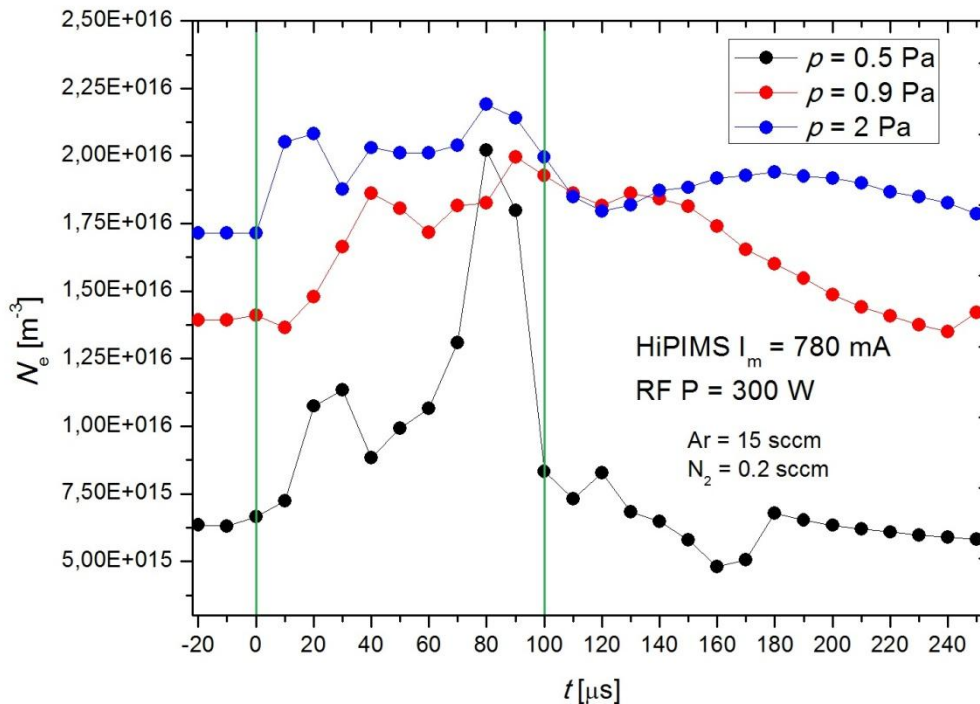
5.2 Závislost parametrů plazmatu na tlaku

Nastavení podmínek depozice a proměnné hodnoty tlaku jsou uvedeny v kapitole 4.1. Při tomto měření byly získány časové vývoje potenciálu plazmatu, hustota elektronů, elektronová teplota a pravděpodobnostní funkce energie elektronů. Výsledné hodnoty potenciálu plazmatu, koncentrace elektronů a elektronové teploty byly zjištěny přímo pomocí ALP System™ Software v nastavení dle kapitoly 4.4 a pravděpodobnostní funkce energie elektronů pak byla získána zpracováním naměřených V-A charakteristik v programu Origin. Na grafu č. 7 je zobrazen časový vývoj zjištěných hodnot potenciálu plazmatu V_p . Jak lze z grafu pozorovat, v časových úsecích mimo puls HiPIMS se jeho hodnota blíží 50 V, což je typické pro plazma generované RF výbojem. Po dobu trvání HiPIMS pulzu dochází k jeho významnému poklesu, až dosáhne minima 10 V v polovičním čase pulzu a poté se pozvolna začíná zvyšovat až do doby vypnutí HiPIMS, po kterém následuje skokové zvýšení zpět na potenciál při samotném RF. Z tohoto grafu je patrné, že změny tlaku v měřeném rozsahu nemají na časový průběh potenciálu plazmatu téměř žádný vliv. Z těchto naměřených časových průběhů potenciálu plazmatu můžeme usuzovat na skutečnost, že vlastnosti plazmatu v místě substrátu během HiPIMS pulzu jsou významně ovlivněny plazmatem, které je generováno na magnetronu připojeném k HiPIMS zdroji. Tento jev je pochopitelný, pokud si uvědomíme, že okamžitý výkon na magnetronu připojeném k HiPIMS generátoru je zhruba o řád vyšší než výkon dodávaný kontinuálně do magnetronu připojeného na RF zdroj napětí. Naopak velký vliv nastavení tlaku, byl pozorován při zjišťování koncentrace elektronů.



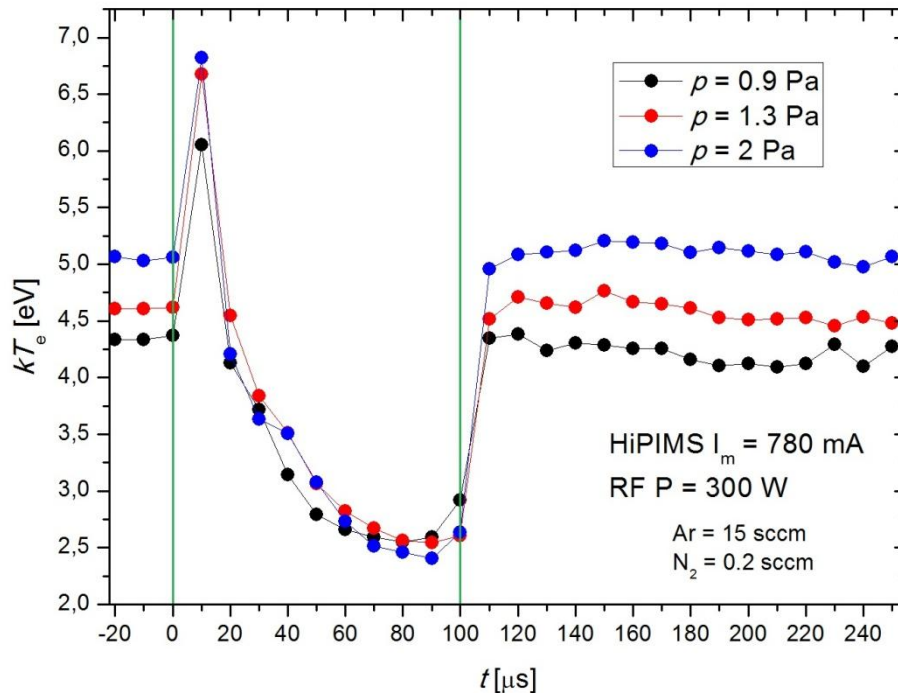
Graf č.7: Časový vývoj potenciálu plazmatu při různém nastavení tlaku s vyznačenou dobou trvání pulzu HiPIMS

Tento vliv je pozorovatelný v grafu č. 8, kde při nízkém tlaku mimo čas pulzu HiPIMS je i hodnota hustoty elektronů nejnižší a se zvyšováním tlaku s ním úměrně roste. Tento nárůst je způsoben větším množstvím přítomných částic plynu, které zvyšuje pravděpodobnost srážek, při kterých dojde k ionizaci neutrální částice plynu a uvolnění elektronu. Mimo dobu pulzu HiPIMS změřené hodnoty koncentrace vykazují konstantní trend, avšak v čase pulzu dochází k největšímu nárůstu při nejnižším tlaku 0,5 Pa, při kterém obdržená maximální hodnota dokonce přesahuje maximum získané při měření za tlaku 0,9 Pa. Nejnižší nárůst hustoty byl pak pozorován za nejvyššího tlaku 2 Pa, kde se od konstantní hodnoty při samotném RF výboji hustota elektronů zvýšila pouze o $4,8 \cdot 10^{15} \text{ m}^{-3}$. Získané výsledky tedy jasně prokazují, že tlak v pracovní komoře významně ovlivňuje časový průběh hustoty plazmatu. Jinými slovy se zvyšujícím se tlakem dochází ke stírání rozdílů mezi hustotou plazmatu během HiPIMS pulzu a hustotou plazmatu, když hoří jen kontinuální RF výboj. Tato skutečnost může hrát klíčovou roli při optimalizaci depozičního procesu, kdy tlak v komoře může ovlivnit poměr iontů deponovaných částic vůči iontům pracovního plynu. Lze tedy očekávat, že tento poměr bude nejvyšší pro spíše nižší pracovní tlaky ve vakuové komoře.



Graf č. 8: Časový vývoj hustoty elektronů při různém nastavení tlaku s vyznačenou dobou trvání pulzu HiPIMS

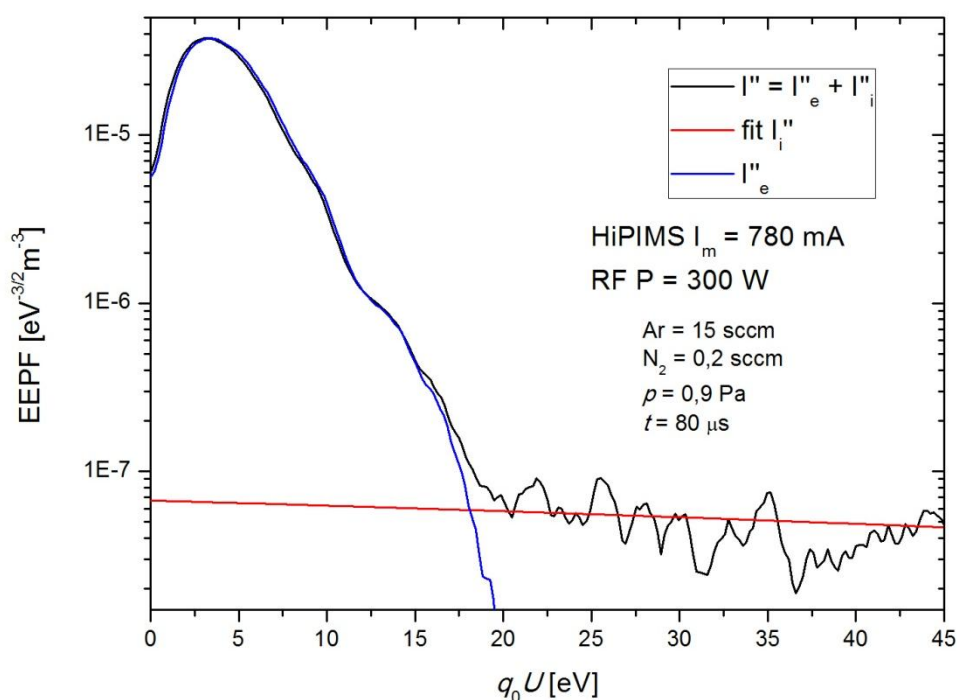
Na grafu č. 9 je zobrazen časový vývoj teploty elektronů. Z tohoto grafu je na první pohled pozorovatelný vliv změny v nastavení tlaku, díky kterému při zvýšení tlaku vzrůstá i teplota elektronů po dobu mimo pulz HiPIMS. Dalším pozorovaným jevem je zde významný nárůst teploty na začátku tohoto pulzu o konstantní hodnotu $\approx 1,8$ eV nezávislou na hodnotě nastaveného tlaku. Po tomto maximu dochází k výraznému poklesu, jehož minimum nastává v čase 10 μ s před koncem pulzu HiPIMS. Tento pokles je způsoben vysokým počtem ionizačních srážek elektronů s odprášenými částicemi terče, jelikož během pulzu HiPIMS dochází k intenzivnímu odprašování částic terče a jejich koncentrace v plazmatu tak výrazně vzroste. Díky nižšímu ionizačnímu potenciálu odprášených kovových částic (4-5 eV) oproti atomům argonu (15,8 eV) jsou i elektrony s nižší energií schopny ionizovat tyto kovové částice a následné ztráty energie při těchto srážkách pak způsobí efektivní snížení teploty elektronů. Z grafu č. 9 je dále pozorovatelné, že tento efekt v průběhu pulzu HiPIMS potlačuje vliv rozdílného nastavení tlaku, který je jinak při samotném RF zdroji velmi výrazný. Po vypnutí HiPIMS opět dochází ke skokovému nárůstu teploty zpět do původních hodnot při samotném RF výboji.



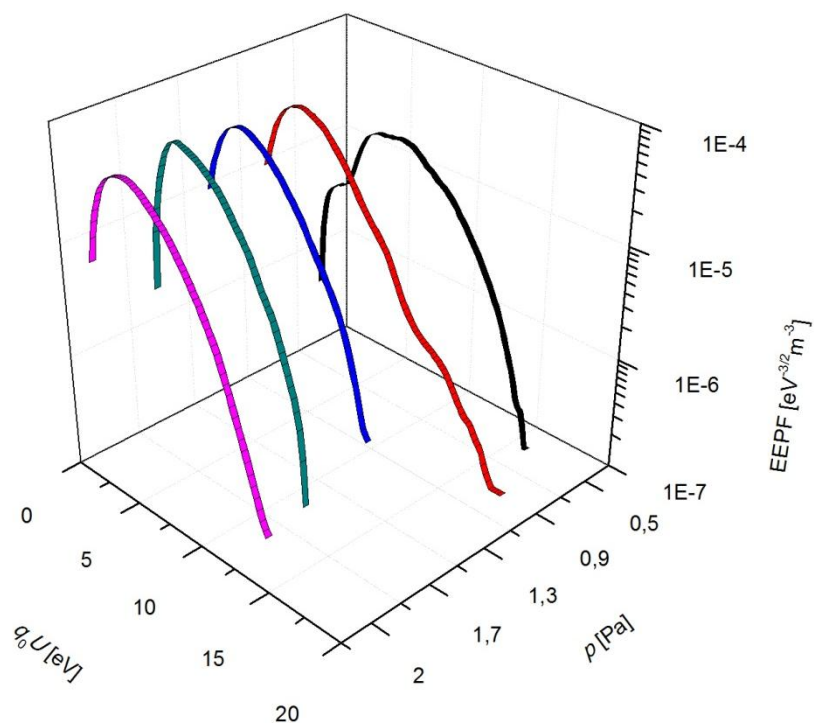
Graf č. 9: Časový vývoj teploty elektronů při různém nastavení tlaku s vyznačenou dobou trvání pulzu HiPIMS

Na grafech č. 11 a 12 jsou zobrazené vývoje získaných pravděpodobnostních funkcí energie elektronů pro různá nastavení tlaku. Tyto funkce byly získány v průběhu pulzu HiPIMS v čase 80 a 200 μs pomocí programu Origin z druhé derivace sondové charakteristiky po odečtení iontového proudu, jak je zobrazeno na grafu č. 10. Jak lze z grafu č. 11 pozorovat, maximální hodnoty těchto funkcí získaných v čase 80 μs se pohybují okolo hodnoty $4 \cdot 10^{-5} \text{ eV}^{-3/2} \text{ m}^{-3}$ s výjimkou nastavení tlaku na 0,5 Pa, kdy maximum této funkce dosahuje hodnoty pouze $2 \cdot 10^{-5} \text{ eV}^{-3/2} \text{ m}^{-3}$. Průběhy pravděpodobnostních funkcí energie elektronů jasně ukazují, že s rostoucím tlakem v komoře klesá počet vysoko-energetických elektronů, jelikož mizí chvosty pravděpodobnostních funkcí. Toto se však nemusí významně projevit na elektronové teplotě, viz graf č. 9. Menší počet vysoko-energetických elektronů při vyšším tlaku lze vysvětlit větší pravděpodobností nepružných srážek s částicemi pracovního plynu, jehož vysoká hodnota ionizační energie bude mít za následek pokles počtu elektronů s energií vyšší jak cca 15 eV a tedy s tím související nepřítomnost vysoko-energetické části pravděpodobnostní funkce energie elektronů. Na grafu č. 12 jsou tedy zobrazeny pravděpodobnostní funkce získané v čase 200 μs a v tomto okamžiku je již napětí na zdroji HiPIMS nulové. Maximum těchto funkcí se nachází blízko hodnoty $1 \cdot 10^{-5} \text{ eV}^{-3/2} \text{ m}^{-3}$, což značí významný pokles oproti pravděpodobnostním funkcím z grafu č. 11. Naopak nejpravděpodobnější energie elektronů, která se v čase pulzu HiPIMS pohybuje v okolí

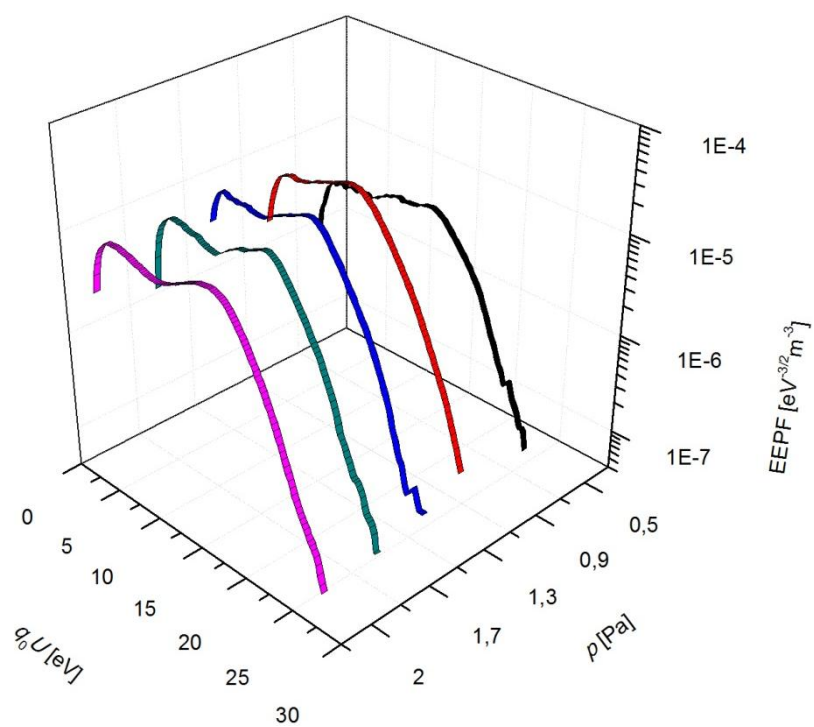
hodnoty 4 eV, se v čase 200 μs zvýšila na 14 eV. Dále ve srovnání s pravděpodobnostními funkcemi změřenými během pulzu HiPIMS výboje, viz graf č. 11, můžeme v grafu č. 12 pozorovat, že tvar pravděpodobnostní funkce prakticky vůbec nezávisí na tlaku ve vakuové komoře. Můžeme se tedy domnívat, že procesy vedoucí k rychlejšímu ubývání nízkoenergetických elektronů a tedy ke zvyšování efektivní teploty elektronového plynu nebudou záviset na tlaku v reaktoru. Vysvětlení tohoto jevu nicméně není v současnosti známé a bude vyžadovat další pečlivé měření a zkoumání hybridního RF + HiPIMS zdroje plazmatu.



Graf č. 10: Pravděpodobnostní funkce energie elektronů získaná v čase 80 μs při nastaveném tlaku 0,9 Pa s vyznačeným odečtením iontového proudu



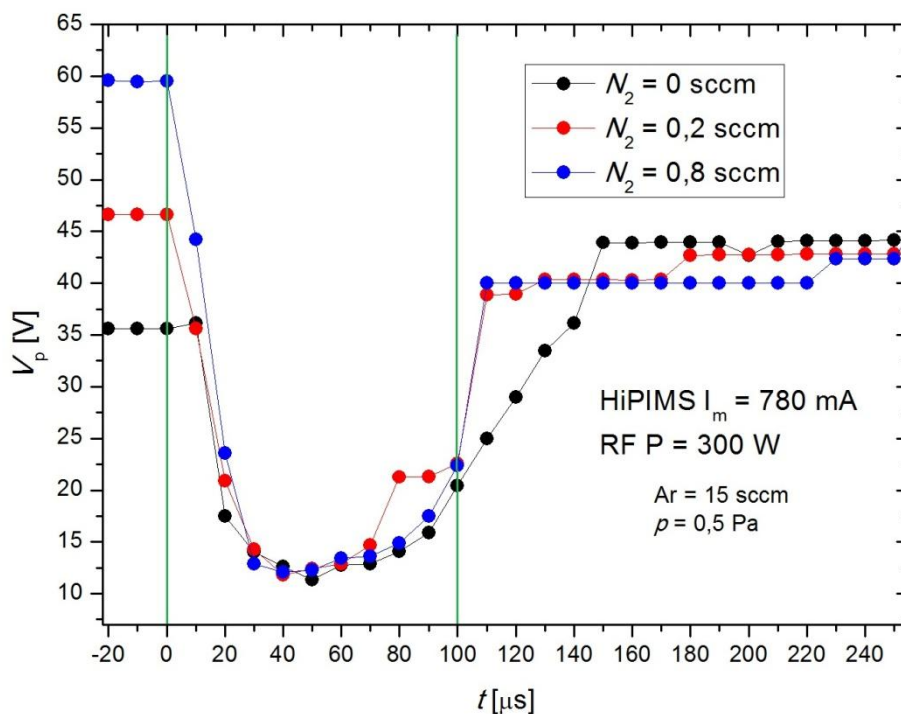
Graf č. 11: Pravděpodobnostní funkce energie elektronů získané v čase 80 μs při různém nastavení tlaku



Graf č. 12: Pravděpodobnostní funkce energie elektronů získané v čase 200 μs při různém nastavení tlaku

5.3 Závislost parametrů plazmatu na přítomnosti dusíku

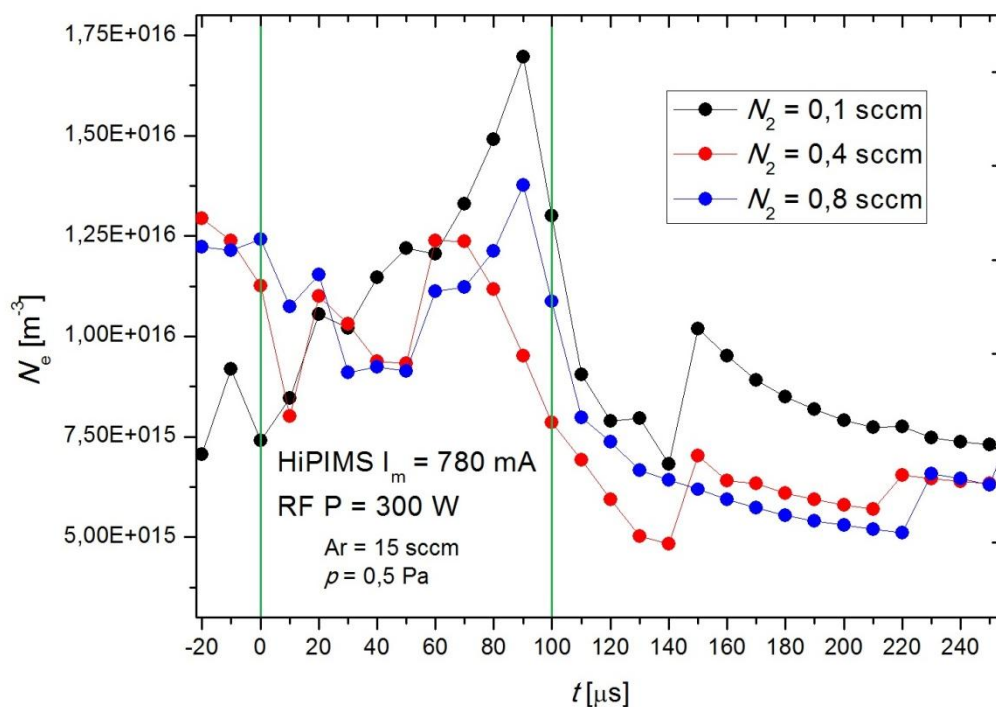
Nastavení podmínek depozice a průtoku N_2 jsou uvedeny v kapitole 4.2. Způsob získávání výsledných hodnot pro dané parametry plazmatu je pak identický jako při zjišťování závislosti na tlaku. Na grafu č. 13 je zobrazen výsledný časový vývoj potenciálu plazmatu, kde před začátkem pulzu HiPIMS je pozorovatelný velký rozdíl mezi hodnotami pro jednotlivé nastavení průtoku N_2 . Tento rozdíl ukazuje, že potenciál plazmatu by mohl být přímo úměrný nastavené hodnotě průtoku N_2 . Podíváme-li se však na dobu po skončení pulzu HiPIMS, potenciál plazmatu zůstává v intervalu hodnot nezávislém na množství přítomného dusíku. V tomto čase pozorujeme pouze pozvolné zvyšování hodnoty potenciálu plazmatu směřující k původní hodnotě před začátkem pulzu a zřejmě se tedy jedná o přechodový jev. V čase pulzu HiPIMS dochází opět k propadu až k hodnotám 10 V, kde minima je dosaženo v čase 50 μs .



Graf č. 13: Časový vývoj potenciálu plazmatu při různém nastavení průtoku N_2 s vyznačenou dobou trvání pulzu HiPIMS

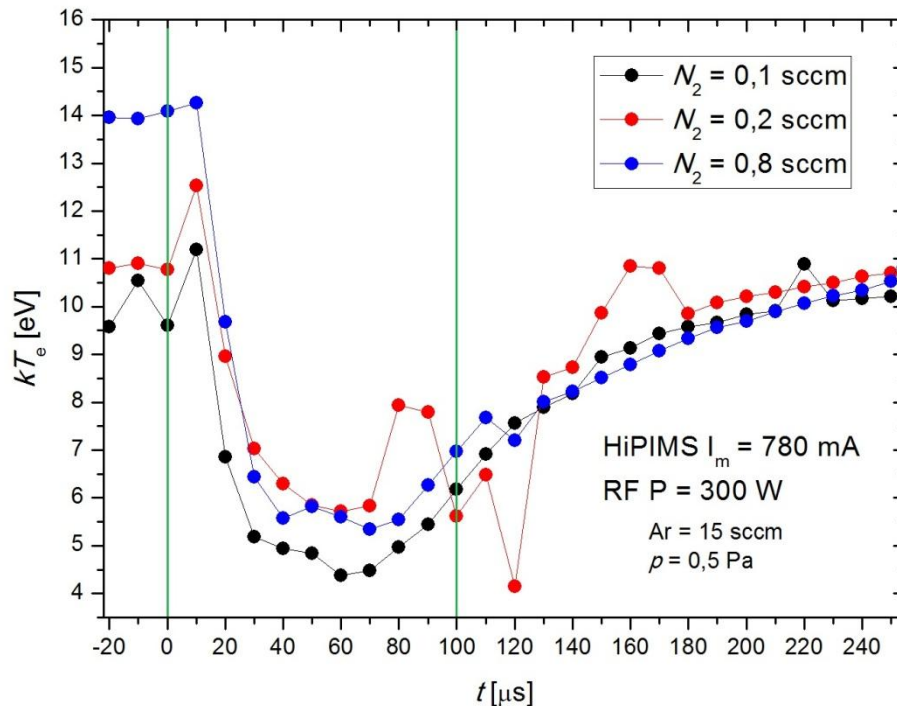
Na grafu č. 14 je zobrazen vývoj hustoty elektronů, kde z času pulzu HiPIMS nelze usuzovat o významné závislosti na průtoku dusíku. Výrazné je zde pouze maximum při nejnižším nastavení průtoku v čase 90 μs . V časech po skončení pulzu lze pozorovat postupné ustalování, kde v nejvyšších hodnotách elektronové hustoty zůstává nastavená hodnota průtoku dusíku 0,1 sccm a tato hustota poté postupně klesá až k hodnotě $7,5 \cdot 10^{15} \text{ m}^{-3}$. Opět

je tedy pozorována nezávislost hustoty elektronů na průtoku dusíku během pulzu HiPIMS obdobně jako u potenciálu plazmatu.



Graf č. 14: Časový vývoj hustoty elektronů při různém nastavení průtoku N_2 s vyznačenou dobou trvání pulzu HiPIMS

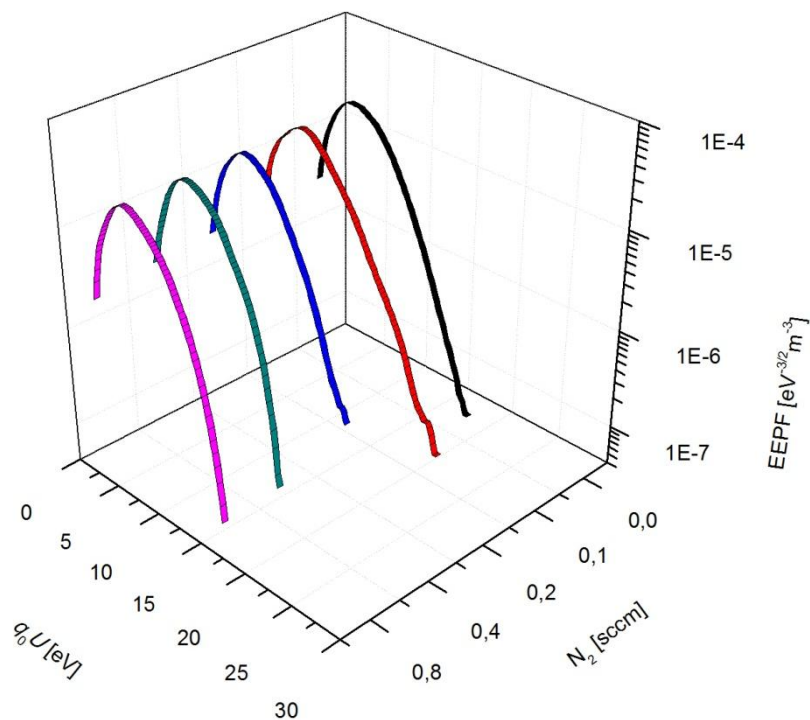
S časovým průběhem elektronové teploty při různých průtocích dusíku je pozorován podobný trend jako při průběhu potenciálu plazmatu. Na grafu č. 15 lze pozorovat, že hodnoty elektronové teploty jsou opět před začátkem HiPIMS pulzu úměrné množství přítomného dusíku, což je zřejmě způsobeno opět efektem otravování terče, kdy s vyšším průtokem dusíku klesne počet odprášených částic z terče. Během doby pulzu dochází k výraznému poklesu teploty elektronů až k hodnotě 4,4 eV, avšak míra tohoto poklesu není závislá na průtoku N_2 z důvodu vyšší intenzity odprašování terče. Po skončení HiPIMS pulzu jsou hodnoty elektronové teploty při všech nastaveních průtoku vyrovnané a postupně opět vzrůstají.



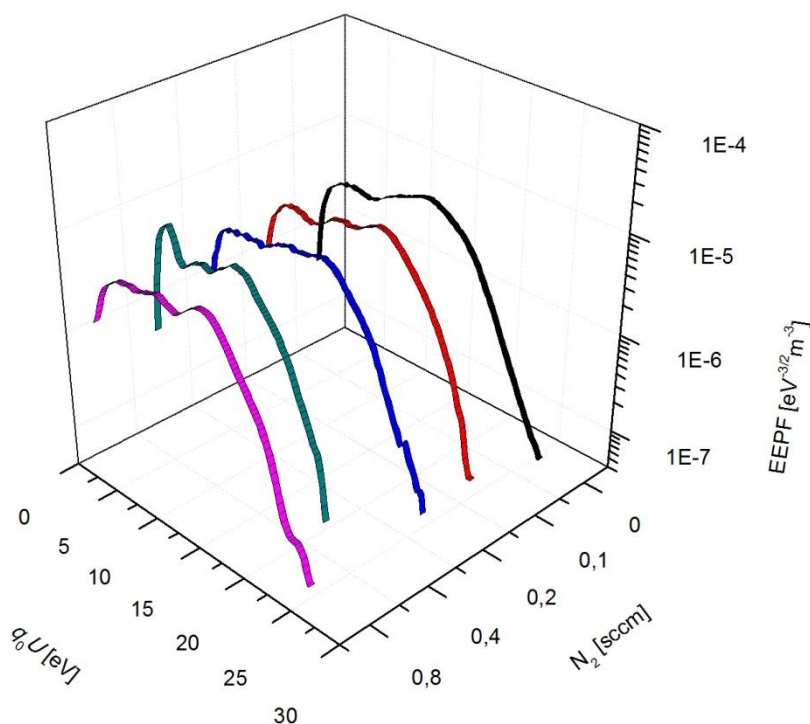
Graf č. 15: Časový vývoj elektronové teploty při různém nastavení průtoku N_2 s vyznačenou dobou trvání pulzu HiPIMS

Na grafech č. 16 a 17 jsou zobrazeny pravděpodobnostní funkce energie elektronů získané v čase pulzu HiPIMS v 80 μs a v čase 200 μs při samotném RF zdroji při různém nastavení průtoku N_2 . Z grafu č. 16 lze pozorovat, že s přibývajícím množstvím přítomného dusíku se maxima těchto funkcí mírně snižují, avšak nejpravděpodobnější hodnota energie elektronu pro všechny nastavení dusíku zůstává v blízkosti 4,5 eV bez výrazných změn. Nejvyšší energie elektronů je pozorovatelná při průtoku 0,1 sccm, avšak při zohlednění chyby měření při stanovování EEPF $\pm 20\%$ [12] neznačí tento výkyv žádný extrémní nárůst. Pozorovaná tendence ochuzování chvostu těchto funkcí je zřejmě opět způsobena tím, že větší množství molekulárního plynu přítomného v komoře vede k většímu počtu nepružných srážek elektronů s molekulami dusíku a tedy k poklesu počtu vysoko-energetických elektronů. Na rozdíl od grafu č. 16 na zobrazených funkcích v grafu č. 17 nedochází k žádnému poklesu maxim. Opět však dochází k posunu nejpravděpodobnější hodnoty energie elektronu oproti předchozímu grafu z 4,5 eV na 13,5 eV a v hodnotách pro vysoko-energetické elektrony dochází ke zvýšení až o 14 eV. Vidíme zde podobný trend jako v případě vlivu tlaku ve vakuové komoře na tvar pravděpodobnostních funkcí. Ted vliv množství dusíku v pracovní atmosféře nemá prakticky žádný dopad na tvar pravděpodobnostní funkce v době, kdy je HiPIMS pulz napětí již vypnutý. Lze opět pouze spekulovat nad příčinami, které k tomuto chování mohou vést a bude zapotřebí dalšího důkladného výzkumu k detailnímu vysvětlení

vývoje pravděpodobnostní funkce elektronů během dohasínání HiPIMS plazmatu na pozadí RF výboje.



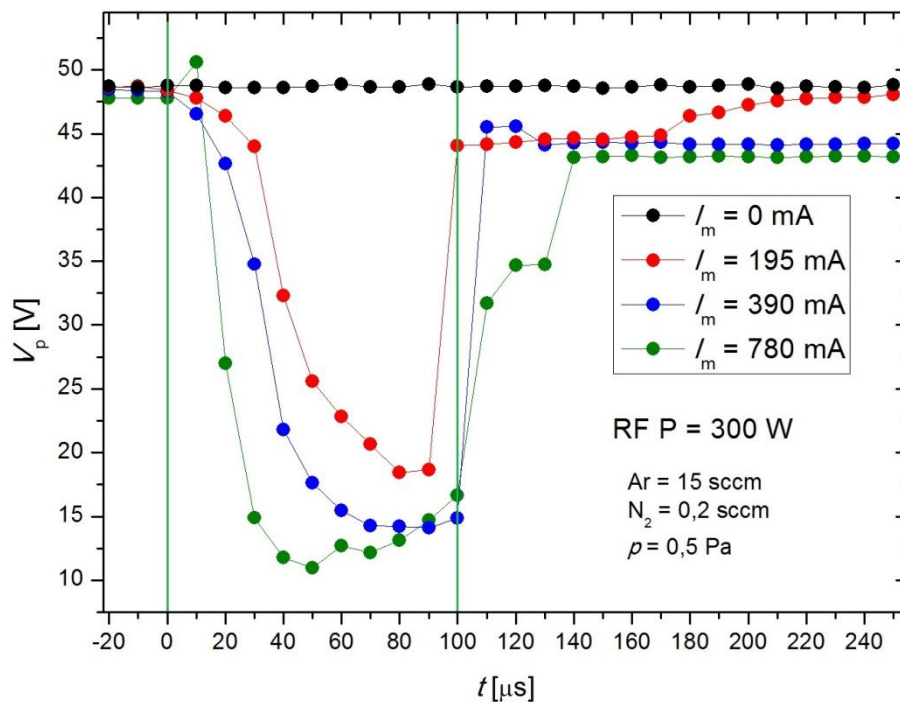
Graf č. 16: Pravděpodobnostní funkce energie elektronů získané v čase $80 \mu\text{s}$ při různém nastavení průtoku N_2



Graf č. 17: Pravděpodobnostní funkce energie elektronů získané v čase $200 \mu\text{s}$ při různém nastavení průtoku N_2

5.4 Závislost parametrů plazmatu na středním proudu zdroje HiPIMS

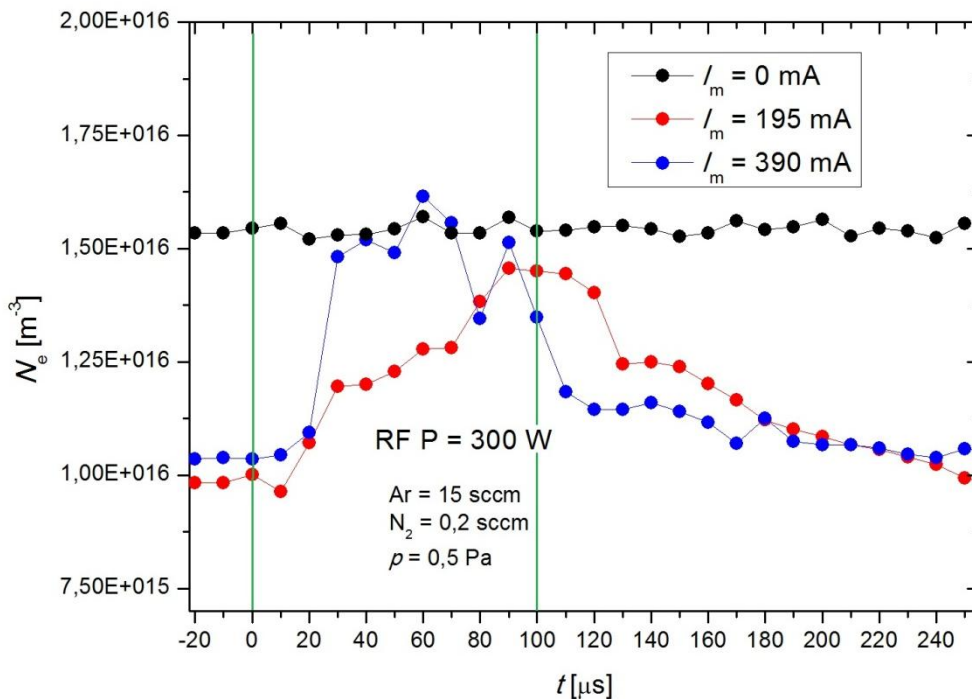
Pro zjišťování závislosti parametrů plazmatu na hodnotě středního proudu zdroje HiPIMS bylo použito nastavení podmínek uvedených v kapitole 4.3. Způsob měření a získávání výsledných hodnot hledaných parametrů byl opět identický jako v předešlých kapitolách 5.2 a 5.3. Pro lepší ilustraci vlivu nastavení středního proudu HiPIMS zdroje bylo v každém časovém vývoji jednotlivých parametrů provedeno jedno měření bez použití tohoto zdroje, pouze tedy plazmatu generovém RF zdrojem (v grafech znázorněno černou barvou). V grafu časového vývoje potenciálu plazmatu č. 18 lze pozorovat závislost na středním proudu v čase pulzu HiPIMS i určitý čas po jeho konci. Během pulzu je pozorován typický pokles potenciálu, jehož minima jsou přímo úměrná nastavenému střednímu proudu. Se zvyšujícím se středním proudem HiPIMS dochází k dosažení minima v kratším čase pulzu, což při hodnotě $I_m = 780 \text{ mA}$ činí $50 \text{ }\mu\text{s}$ a pro hodnotu $I_m = 195 \text{ mA}$ je tato doba delší o $30 \text{ }\mu\text{s}$. To je způsobeno rychlejším průběhem generace nabitých částic pro vznik plazmatu (viz kapitola 1.4.1) díky vyššímu katodovému napětí.



Graf č. 18: Časový vývoj potenciálu plazmatu při různém nastavení středního proudu zdroje HiPIMS

Na grafu č. 19 je znázorněn časový vývoj hustoty elektronů, ze kterého lze pozorovat, že při vypnutém HiPIMS zdroji je hladina hustoty elektronů téměř konstantní a její hodnota se drží mírně nad $1,5 \cdot 10^{16} \text{ m}^{-3}$. V případě zapojení obou zdrojů je v čase pulzu HiPIMS dosaženo

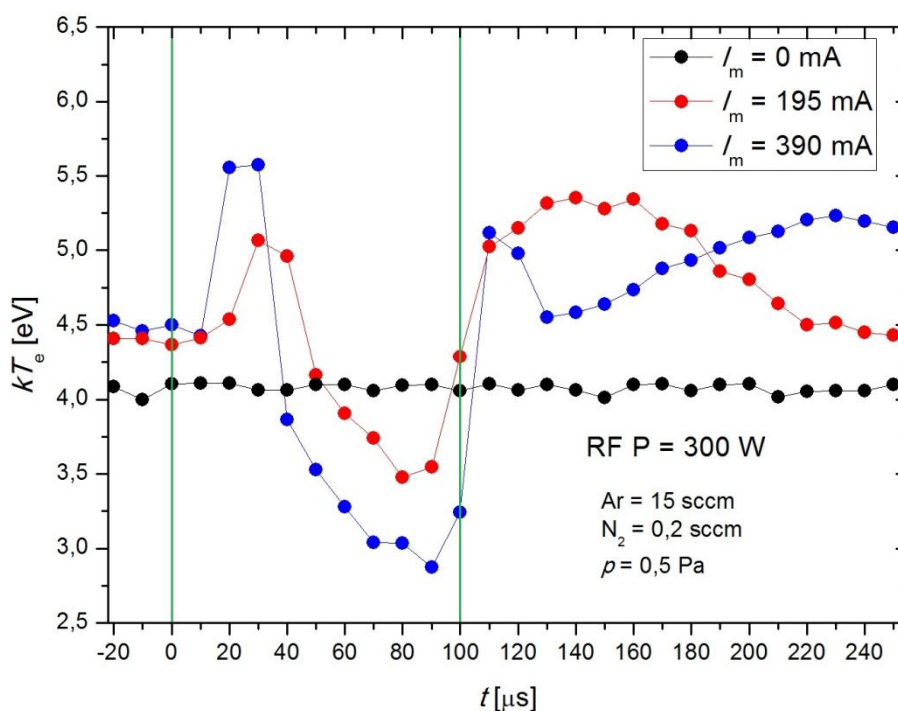
této hodnoty pouze v maximu, a to při nastavení středního proudu $I_m = 390$ mA. V čase mimo pulz jsou hodnoty hustoty elektronů rovny přibližně $1 \cdot 10^{16} \text{ m}^{-3}$, což je významně nižší hodnota, než-li při měření při samotném RF zdroji. Tento jev lze pravděpodobně pochopit na základě úvahy, že oba typy výbojů (HiPIMS a RF) spolu v oblasti, kde dochází ke zkoumání parametrů plazmatu, jistým způsobem interagují. Tedy přítomnost HiPIMS výboje má vliv na hustotu plazmatu v okolí umístěného vzorku i v čase, kdy je pulz výboje vypnutý. Vysvětlení tohoto jevu není zatím příliš zřejmé, ale můžeme se domnívat, že zapojením HiPIMS výboje do systému dojde k rozladění impedančního přizpůsobení RF zdroje a s tím souvisejícímu nižšímu absorbovanému RF výkonu do plazmatu, což zákonitě musí vést k nižším hustotám plazmatu.



Graf č. 19: Časový vývoj hustoty elektronů při různém nastavení středního proudu zdroje HiPIMS

Na grafu časového vývoje č. 20 lze vidět opačný jev v naměřených hodnotách v případě použití samotného RF zdroje. Tentokrát se zjištěná teplota elektronů drží na hodnotě 4 eV a v případě použití obou zdrojů mimo čas pulzu HiPIMS dochází k jejímu zvýšení přibližně o 0,5 eV. Získaná data o teplotě elektronů jasně demonstrují, že zapojení HiPIMS zdroje do systému vede k celkovému nárůstu teploty elektronů i v době, kdy je HiPIMS pulz výboje vypnutý. Nicméně výsledky ukazují, že výkon v HiPIMS pulzu nemá zásadní vliv na velikost výše uvedeného přírůstku elektronové teploty. Také je zde zjištěna časová prodleva pro její opětovné ustálení po skončení pulzu. Během začátku pulzu HiPIMS dochází

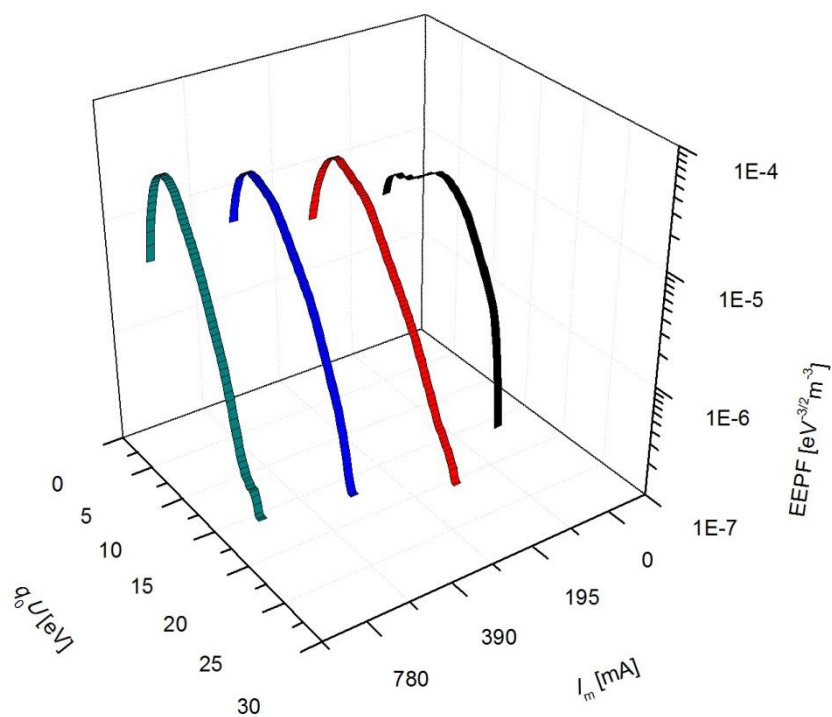
k výraznému nárůstu elektronové teploty, po kterém v krátkém čase ($\sim 40 \mu\text{s}$) následuje prudký pokles do jejího minima, které je nepřímo úměrné nastavení středního proudu zdroje HiPIMS. Hodnota této nejnižší naměřené teploty elektronů při středním proudu $I_m = 390 \text{ mA}$ činí $2,87 \text{ eV}$. Tyto nízké hodnoty jsou zapříčiněny skutečností, že při vyšším nastaveném středním proudu HiPIMS dochází k intenzivnějšímu bombardování terče ionty, což vede k vyššímu počtu odprášených částic a tedy i ke snížení elektronové teploty, jak již bylo popsáno v kapitole 5.2.



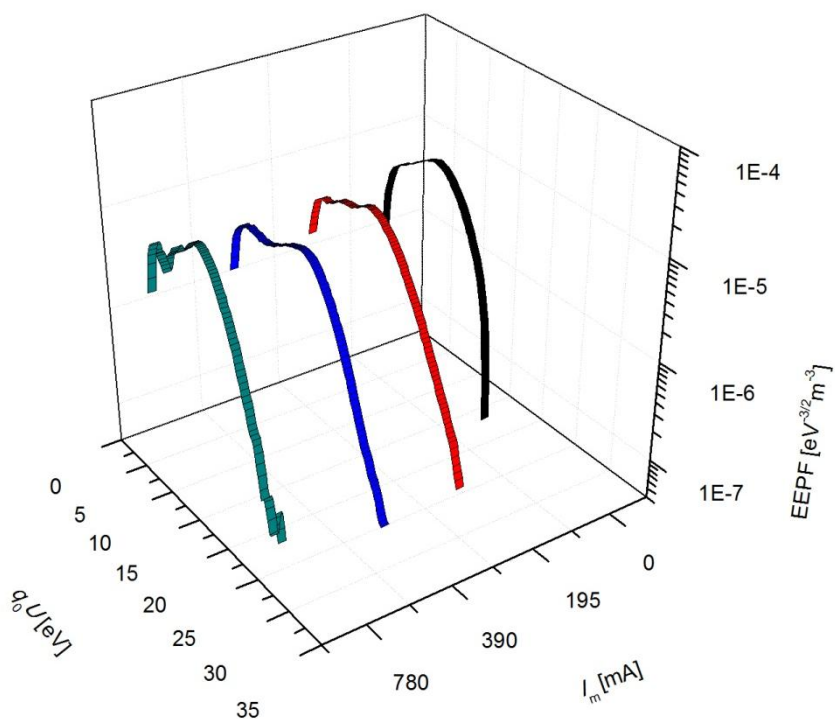
Graf č. 20: Časový vývoj teploty elektronů při různém nastavení středního proudu zdroje HiPIMS

Na grafu č. 21 jsou zobrazeny pravděpodobnostní funkce energie elektronů získané při různém nastavení středního proudu zdroje HiPIMS a zaznamenané v čase $80 \mu\text{s}$ od začátku HiPIMS pulzu. Z tohoto grafu je zřejmé, že maxima získaných funkcí přímo úměrně rostou s hodnotou středního proudu. Rozdíl těchto maxim při nastavení 0 a 780 mA činí $1,7 \cdot 10^{-5} \text{ eV}^{-3/2} \text{ m}^{-3}$. Nejvyšší hodnoty energie, kterých elektrony mohou dosahovat, jsou mírně nad 15 eV . Naměřené pravděpodobnostní funkce jasně prokazují, že se zvyšujícím se středním proudem HiPIMS výbojem klesá množství vysoko-energetických elektronů v distribuci, což bude opět spjaté se zvyšujícím se množstvím odprášených částic terče, které jsou následně ionizovány a tak efektivně může docházet ke snižování teploty elektronového plynu. Je třeba také zmínit, že distribuční funkce elektronů při zapojení HiPIMS výboje do systému lze

aproximovat přibližně Maxwelllovskou distribucí, zatímco samotný RF výboj je charakterizován elektronovou distribucí značně odlišnou od Maxwelllovské distribuce. V grafu č. 22 jsou vyneseny pravděpodobnostní funkce opět pro různé nastavení hodnot středního proudu, ale oproti grafu č. 21 jsou získány v čase 200 μ s od začátku HiPIMS pulzu tedy v době, kdy dochází k dohasínání plazmatu generovaného HiPIMS výbojem a k převládání plazmatu buzeného druhým magnetronem s RF výbojem. Jak je možné očekávat, pravděpodobnostní funkce pro střední proud v HiPIMS pulzu rovný 0 mA je prakticky identická s pravděpodobnostní funkcí pro stejný proud měřená v čase 80 μ s od začátku HiPIMS pulzu. To potvrzuje fakt, že RF výboj zapálený samostatně bez HiPIMS pulzů je v čase velmi stabilní s neměnnou pravděpodobnostní distribucí. Na druhou stranu pokud začneme zvyšovat proud v HiPIMS pulzu výboje, tak i v době, kdy je pulz napětí na magnetronu připojeném k HiPIMS zdroji již vypnutý, je naměřená pravděpodobnostní distribuce značně odlišná od té odpovídající samostatnému RF výboji. Pro střední proud HiPIMS pulzem 196 mA a 390 mA dosahuje chvost vysoko-energetických elektronů až 25 eV a pro střední proud 780 mA je poněkud menší dosahující přibližně 20 eV. Ve srovnání s naměřenými pravděpodobnostními funkcemi v čase 80 μ s od začátku HiPIMS pulzu, viz graf č. 21, lze u pravděpodobnostních funkcí naměřených v době dohasínání HiPIMS plazmatu pozorovat úbytek nízko-energetických elektronů z naměřené distribuce, což je charakterizováno zploštěním nízko-energetické části pravděpodobnostní distribuce, viz graf č. 22. Pravděpodobné vysvětlení pozorovaného jevu může spočívat ve faktu, že s větší pravděpodobností nízko-energetické elektrony ztrácí svou kinetickou energii nepružnými srážkami s neutrálními částicemi nebo rekombinací s ionty, případně na stěnách komory. Pro vysoko-energetické elektrony může být pravděpodobnost neelastických srážek menší, a tak jejich úbytek v čase není tak výrazný. Poněvadž napětí na katodě magnetronu buzeného HiPIMS zdrojem je již nulové v čase 200 μ s od začátku HiPIMS pulzu výboje, tak již nemůže existovat elektrické pole, které by mohlo urychlovat elektrony a zvyšovat tak jejich energii, a proto tedy musí docházet k ochlazování převážně nízko-energetických elektronů. Z výše uvedeného je zřejmé, že nastavením vhodných technologických podmínek během HiPIMS pulzu výboje lze docílit i jiných vlastností plazmatu v době, kdy je HiPIMS pulz již neaktivní, a tak například ovlivnit vlastnosti deponované tenké vrstvy.



Graf č. 21: Pravděpodobnostní funkce energie elektronů získané v čase 80 μs při různém nastavení středního proudu zdroje HiPIMS



Graf č. 22: Pravděpodobnostní funkce energie elektronů získané v čase 200 μs při různém nastavení středního proudu zdroje HiPIMS

V. ZÁVĚR

V této práci jsem se seznámila s využitím nízkoteplotního plazmatu pro vytváření tenkých vrstev, jeho fyzikálním popisem a s problematikou jeho diagnostiky. V rámci této práce jsem zkonstruovala vlastní Langmuirovu sondu, kterou jsem připojila ke komerčnímu systému ALP od společnosti Impedans. Po úspěšném uvedení této jednotky ALP System™ do provozu jsem provedla měření parametrů popisujících plazma v časově rozlišeném módu a zjišťovala jejich závislost na vstupních podmínkách, které byly nastaveny při deponování tenké vrstvy ITO. Nově vyvinutý depoziční systém založený na současném využívání jak RF buzení magnetronu tak HiPIMS pulzního napájení magnetronu připojených na dva na sebe kolmé planární magnetrony osazené terčem z ITO materiálu byl zkoumán Langmuirovou sondou v místech, kde je umístěn držák podložek, na které probíhá depozice tenké vrstvy. Tato konfigurace tedy umožnila přímé zkoumání vlivu parametrů plazmatu na připravovanou tenkou vrstvu. Naměřený časový vývoj parametrů plazmatu jako jsou elektronová hustota, teplota elektronů nebo potenciál plazmatu pro různé střední hodnoty proudu v HiPIMS výboji odhalil netriviální chování plazmatu obzvláště v době, kdy je HiPIMS pulz již vypnutý, ale na druhém magnetronu je neustále přítomen RF výboj. Měření jasně prokázala, že s rostoucím tlakem roste hustota plazmatu a tento jev je méně výrazný během HiPIMS pulzu výboje. Na druhou stranu změna tlaku ve vakuové komoře nemá prakticky žádný vliv na potenciál plazmatu v okolí podložky, což může mít dopad na vlastnosti vrstev ovlivněné energií dopadajících iontů. S tím také souvisí, že teplota elektronů se prakticky nemění v závislosti na tlaku během HiPIMS pulzu výboje, ale její změnu můžeme se změnou tlaku pozorovat, když je přítomen RF výboj. Dále se ukazuje, že vliv množství dusíku v pracovní atmosféře nemá prakticky žádný dopad na hustotu elektronů jak během HiPIMS pulzu výboje, tak i v případě samostatného RF plazmatu. Případné odchylky jsou v rámci předpokládaných chyb měření. Nicméně teplota elektronů jednoznačně roste s ubývajícím množstvím dusíku díky menším ztrátám energie elektronů zapříčiněných nepružnými srážkami s molekulárním plynem. Studovaný vliv velikosti středního výbojového proudu HiPIMS pulzu výboje ukazuje výrazně rychlejší nástup parametrů plazmatu na jejich maximální hodnoty v rámci HiPIMS pulzu plazmatu, což musí souviset s větším množstvím energie dodané do výboje během stejného času trvání HiPIMS pulzu, což zákonitě přináší rychlejší nárůst hustoty elektronů, rozprášených částic, ale také rychlejší nástup zředění pracovního plynu v blízkosti terče mající za následek rychlejší zchlazení elektronového plynu díky přítomnosti velkého množství rozprášených částic ve

výboji. Naměřené elektronové energetické pravděpodobnostní funkce ukazují značný rozdíl v jejich tvaru v případě přítomnosti samotného RF výboje, kdy tyto funkce mají své maximum situované k vyšším energiím na rozdíl od pravděpodobnostních funkcí měřených během pulzu HiPIMS výboje, kdy pozorujeme spíše Maxwelllovský tvar pravděpodobnostní funkce s maximem v okolí přibližně 4 eV. Pravděpodobnostní funkce měřené v době 100 μ s po skončení HiPIMS pulzu vykazují systematický pokles nízko-energetických iontů. Vysvětlení tohoto jevu není v současné době zcela zřejmé, ale pravděpodobně se bude jednat o ztráty energie nízko-energetických elektronů v důsledku nepružných srážek a rekombinace, které probíhají s větší pravděpodobností než pro vysoko-energetické elektrony. Na druhou stranu neustále přítomné RF pole generované druhým magnetronem bude ohřívat elektronový plyn na vyšší teplotu a měřená pravděpodobnostní funkce se bude více podobat pravděpodobnostní funkci měřené v samotném RF výboji.

Závěrem lze tedy konstatovat, že cíle práce byly splněny, tak jak byly definovány v zadání diplomové práce. V rámci experimentálních prací prováděných na unikátním depozičním systému a následnou analýzou naměřených sondových charakteristik bylo prokázáno, že hybridní RF + HiPIMS plazmatický depoziční systém s dvěma planárními magnetrony má potenciál pro přípravu tenkých vrstev materiálů jako je např. ITO. Charakterizace plazmatu jasně prokázala vliv depozičních podmínek (jako je pracovní tlak v reaktoru, množství reaktivního plynu napouštěného do systému nebo velikost proudu v HiPIMS pulzu výboje) na parametry plazmatu v místě deponované tenké vrstvy a díky znalosti vývoje těchto parametrů plazmatu je možné ladit nastavení depozičního procesu tak, aby byly připraveny tenké vrstvy požadovaných vlastností.

VI. SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY

- [1] CHEN, Francis F. *Úvod do fyziky plazmatu*. 3. vyd. Praha: Academia, 1984.
- [2] MARTIŠOVITŠ, Viktor. *Základy fyziky plazmy: učebný text pre magisterské štúdium*. Bratislava: Univerzita Komenského, 2006. ISBN 80-223-1983-X.
- [3] KONUMA, Mitsuharu. *Film deposition by plasma techniques*. New York: Springer-Verlag, 1992. ISBN 3-540-540-57-1.
- [4] CHEN, Francis. *Lecture Notes on Langmuir Probe Diagnostics*. Los Angeles: University of California, 2003.
- [5] KUBEŠ, Pavel. *Impulsní silnoproudové výboje a jejich diagnostika, studijní text pro doktorské studium*. Praha: FEL ČVUT, 2004.
- [6] Nízkoteplotná plazma II. *Aldebaran Bulletin* [online]. 2012 [cit. 2017-03-08]. Dostupné z: http://www.aldebaran.cz/bulletin/2012_24_pla.php
- [7] TONKS, L. a I. LANGMUIR. Oscillations in Ionized Gases. *Physical Review*. 1929, (33) 195. DOI: <https://doi.org/10.1103/PhysRev.33.195>.
- [8] *ALP System™ Langmuir Probe: Installation and User Guide*. Dublin: Impedans Ltd., 2012.
- [9] HASSOUBA, M. A., A. R. GALALY a U. M. RASHED. Analysis of Cylindrical Langmuir Probe Using Experiment and Different Theories. *Plasma Physics Reports* [online]. 2013, **39**(3), 8 [cit. 2017-09-12]. ISSN 1063-780X. Dostupné z: <https://link.springer.com/article/10.1134/S1063780X13030033>
- [10] AIEMPANAKIT, M., A. AIJAZ, D. LUNDIN, U. HELMERSSON a T. KUBART. Understanding the discharge current behavior in reactive high power impulse magnetron sputtering of oxides. *Journal of Applied Physics*. 2013, (113) 133302. DOI: <http://dx.doi.org/10.1063/1.4799199>.
- [11] SEZEMSKÝ, Petr. *Deposition of functional thin films by plasma processes*. České Budějovice, 2016. Diplomová práce. Jihočeská univerzita v Českých Budějovicích.
- [12] RYABYI, V. A. a V. A. OBUKHOV. On the reliability of probe diagnostics in RF plasma. *Plasma Physics Reports* [online]. 2013, **39**(13), 1130-1135 [cit. 2017-10-19]. DOI: 10.1134/S1063780X13050164. ISSN 1063-780x. Dostupné z: <http://link.springer.com/10.1134/S1063780X13050164>