

České vysoké učení technické v Praze
Fakulta jaderná a fyzikálně inženýrská

Katedra fyziky

Studijní program: Fyzikální inženýrství

Specializace: Fyzika plazmatu a termojaderné fúze



Studium interakce nízkoteplotního plazmatu s tenkou vrstvou cínu

A study of the interaction of low-temperature plasma with thin film of tin

BAKALÁŘSKÁ PRÁCE

Vypracoval: Tomáš Mašek

Vedoucí práce: prof. RNDr. Milan Tichý, DrSc.

Rok: 2023

ZADÁNÍ BAKALÁŘSKÉ PRÁCE

Akademický rok: 2022/2023



Student: Tomáš Mašek

Studijní program: Fyzikální inženýrství

Specializace: Fyzika plazmatu a termojaderné fúze

Název práce: Studium interakce nízkoteplotního plazmatu s tenkou vrstvou cínu
(česky)

Název práce: A study of the interaction of low-temperature plasma with thin film
(anglicky) of tin

Jazyk práce: Čeština

Pokyny pro vypracování:

- 1) Seznámení se s potřebnými metodami přípravy Sn vzorků a jejich povrchové analýzy a s potřebnými metodami diagnostiky plazmatu.
- 2) Příprava Sn vzorků, studium povrchu vzorků dostupnými metodami (SEM).
- 3) Změření parametrů Ar výbojového plazmatu metodou Langmuirovy sondy bez přítomnosti a s přítomností Sn vzorku při různých experimentálních podmínkách.
- 4) Studium povrchu Sn vzorků po interakci s plazmatem, vypracování písemné zprávy.

Doporučená literatura:

- [1] K. Mašek, P. Bábor, Metody povrchové a tenkovrstvové analýzy prvkového složení (xps, aes, sims), difrakce fotoelektronů, Materials Structure, vol. 18, no. 4 (2011), 251, pdf dostupné od vedoucího práce.
- [2] M. Tichý, Plasma diagnostics by probes, pdf dostupné od vedoucího práce.
- [3] J. Čečrdle, Simulation of behavior of liquid metal divertor heat shield on tokamak COMPASS Upgrade, Czech Technical University, Master thesis 2021.
- [4] J. Horacek et al. Phys. Scr. 96 (2021) 124013.

Jméno a pracoviště vedoucího bakalářské práce:

prof. RNDr. Milan Tichý, DrSc.

Univerzita Karlova, Matematicko-fyzikální fakulta, katedra fyziky povrchů a plazmatu

Jméno a pracoviště konzultantů:

Mgr. Zdeněk Hubička, Ph.D., Mgr. Martin Čada, Ph.D., Fyzikální ústav AV ČR, v.v.i.

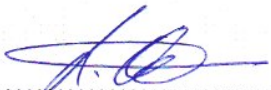
doc. Mgr. Pavel Kudrna, Dr., RNDr. Peter Kúš, Ph.D., Matematicko-fyzikální fakulta UK

Ing. Vojtěch Svoboda, CSc., Katedra fyziky, Fakulta jaderná a fyzikálně inženýrská ČVUT v Praze


Datum zadání bakalářské práce: 20.10.2022

Termín odevzdání bakalářské práce: 02.08.2023

Doba platnosti zadání je dva roky od data zadání.


.....
garant studijního programu




.....
vedoucí katedry


.....
děkan

V Praze dne 20.10.2022



PROHLÁŠENÍ

Já, níže podepsaný

Jméno a příjmení studenta: Tomáš Mašek

Osobní číslo: 502644

Název studijního programu (oboru): Fyzikální inženýrství - Fyzika plazmatu a termojaderné fúze

prohlašuji, že jsem bakalářskou práci s názvem:

Studium interakce nízkoteplotního plazmatu s tenkou vrstvou cínu

vypracoval samostatně a uvedl veškeré použité informační zdroje v souladu s Metodickým pokynem o dodržování etických principů při přípravě vysokoškolských závěrečných prací.

V Praze dne 28.7.2023

podpis

Poděkování

Tímto bych chtěl poděkovat vedoucímu této práce prof. RNDr. Milanu Tichému, DrSc. za jeho ochotu, věnovaný čas a hlavně věcné rady během experimentů, ale i mimo ně. Dále bych chtěl poděkovat Mgr. Martinu Čadovi, Ph.D. a Mgr. Zdeňku Hubičkovi, Ph.D. za jejich pomoc při přípravě cínových vrstev, bez kterých by se tato práce těžko obešla. Další mé poděkování patří RNDr. Peteru Kúšovi, Ph.D, který mě provedl měřením na elektronovém mikroskopu a při jakýchkoliv problémech s technikou mě zachránil. Na závěr patří velké díky mé rodině, která se mnou měla trpělivost, ale i přátelům, kteří mi dodávali sílu a udržovali mě v dobré náladě.

Tomáš Mašek

Název práce:

Studium interakce nízkoteplotního plazmatu s tenkou vrstvou cínu

Autor: Tomáš Mašek

Studijní program: Fyzikální inženýrství

Obor:

Druh práce: Bakalářská práce

Vedoucí práce: prof. RNDr. Milan Tichý, DrSc.
Univerzita Karlova, Matematicko-fyzikální fakulta

Konzultanti: Ing. Vojtěch Svoboda, CSc.
Fakulta jaderná a fyzikálně inženýrská, Katedra fyziky
Mgr. Martin Čada, Ph.D.
Fyzikální ústav AV ČR, v.v.i.
Mgr. Zdeněk Hubička, Ph.D.
Fyzikální ústav AV ČR, v.v.i.
doc. Mgr. Pavel Kudrna, Dr.
Univerzita Karlova, Matematicko-fyzikální fakulta
RNDr. Peter Kúš, Ph.D.
Univerzita Karlova, Matematicko-fyzikální fakulta

Abstrakt: Tato práce se věnuje interakci nízkoteplotního plazmatu s tenkou vrstvou cínu. První část se zabývá základním teoretickým popisem generovaného plazmatu, přípravou tenkých vrstev pomocí magnetronového naprašování, technologiemi analýzy povrchu a přehledem procesů při kontaktu plazmatu s pevnou látkou. Ve druhé části je popis experimentu, kde je popsána příprava tenkých vrstev a samotné zapojení obvodů při experimentu. V poslední části jsou diskutovány výsledky interakce za pomoci SEM snímků, EDS spekter a výsledků z Langmuirovy sondy. Dále je zde diskutován rozdíl vlivu samotné interakce s plazmatem a vypařování a další parametry ovlivňující interakci jako je průtok pracovního plynu a doba trvání interakce.

Klíčová slova: nízkoteplotní plazma, Sn, tenké vrstvy, odstranění, redepozice

Title:

A study of the interaction of low-temperature plasma with thin film of tin

Author: Tomáš Mašek

Abstract: The thesis focuses on the interaction of low-temperature plasma with thin film of tin. The first part is concerned with the basics of used plasma discharge, preparation of thin film using magnetron sputtering, surface analysis technologies and short overview of plasma-solid interaction. The second part is description of the experiment itself, mainly preparation of the thin tin films and used circuitry. In the last part, the interaction results are discussed using SEM images, EDS spectra and the results from Langmuir probe. Furthermore, the difference between the effects of plasma-solid interaction and evaporation is discussed, as well as other parameters affecting the interaction such as the flow of gas and interaction time.

Key words: low-temperature plasma, Sn, thin films, removal, redeposition

Obsah

Úvod	1
1 Teoretická část	2
1.1 Plazma	2
1.1.1 Výboj pomocí žhavené katody	4
1.1.2 Diagnostika plazmatu	5
1.2 Příprava tenkých vrstev	7
1.2.1 Naprašování	7
1.3 Analýza povrchu	10
1.4 Procesy na povrchu materiálu při kontaktu s plazmatem	10
2 Experiment	12
2.1 Příprava vzorků	12
2.2 Vakuová aparatura	13
2.3 Žhavicí a výbojový obvod	16
2.4 Měření a vyhodnocování dat	17
3 Výsledky	19
3.1 Základní parametry plazmatu	19
3.2 Interakce plazmatu s povrchem	20
3.2.1 Vliv interakce a vypařování	30
3.2.2 Ostatní parametry ovlivňující interakci	30
Závěr	33
Bibliografie	34

Úvod

Ve fúzních zařízeních typu tokamak je potřeba zahřát plazma na vysoké teploty, přibližně o řád vyšší, než je v jádru Slunce, čímž dostáváme velké množství energie v samotném objemu plazmatu. To vystavuje vnitřní stěnu reaktoru vysokému toku tepla a energetických částic, ovšem i ty nejlepší materiály, které máme k dispozici nedokážou vydržet tento nápor bez jakýchkoliv poruch mřížky. Proto se uvažuje nad použitím tekutých kovů, u kterých tyto poruchy nemohou nastat. Základní vlastnost těchto kovů je jejich nízká teplota tání, mezi nejdiskutovanější patří lithium, které by mohlo být i využito pro výrobu tritia během provozu reaktoru. Mezi další navržený prvek je cín, který má oproti lithiu velmi nízkou rychlost odpařování i při vysokých teplotách. Tyto materiály by se navázaly na porézní systém z kovu s vyšší teplotou tání, než je samotný tekutý kov, který by byl v případě velkého zahřátí ochráněn před jeho zničením odpařováním tekutého kovu. Tato technologie by mohla být použita v místě největšího toku tepla, které se nachází v oblasti divertoru.

Jedním z problémů této technologie divertoru s tekutým kovem je ovšem redepozice uvolněného kovu na okolní stěny nádoby, kde by mohly být jakékoliv diagnostiky. Proto je velice důležité nalézt metody odstraňování těchto tenkých vrstev. U lithia se dá použít vodní pára k odstranění těchto vrstev, ovšem u cínu nejsou známy žádné účinné techniky odstraňování.

Cílem této práce je připravit tenké cínové vrstvy a prozkoumat jejich interakci s proudícím nízkoteplotním argonovým plazmatem a provést analýzu případných změn povrchu vrstev a parametrů plazmatu.

Kapitola 1

Teoretická část

1.1 Plazma

Jako první pracovali s plazmatem Langmuir a Tonks, kteří ve dvacátých letech 19. století chtěli vyvinout trubice, které při nízkém tlaku mohly vést velké proudy, tedy musely být naplněny ionizovaným plynem, jejich výzkum je zavedl k slabě ionizovanému doutnavému výboji. [1]

Ovšem abychom každý ionizovaný plyn nenazývali plazmatem, zavedla se velmi známá definice, že *plazma je kvazineutrální plyn nabitých částic, který vykazuje kolektivní chování*. [1]

Jak tedy vidíme, dostali jsme dvě podmínky na klasifikaci ionizovaného plynu jako plazmatu. První z nich je *kvazineutralita*, což znamená, že z makroskopického hlediska se plazma musí chovat jako neutrální plyn, tedy nevytváří silné elektrické pole, i když obsahuje kladně i záporně nabitě částice, které kolem sebe vytvářejí lokální elektrické pole. Pokud uvažujeme plazma složené jen z elektronů a jednonásobně nabitých kladných iontů, dostáváme z podmínky kvazineutrality, že se koncentrace elektronů n_e a koncentrace iontů n_i musí přibližně rovnat. [1]

$$n_e \cong n_i \quad (1.1)$$

Dalším důležitým parametrem je Debyeova délka λ_D , která vyjadřuje rovnováhu tepelné a elektrostatické energie. Tato hodnota nám udává vzdálenost, na které je potenciál od statického náboje odstíněn na $1/e$ své vakuové hodnoty, vyjadřujeme ji jako

$$\lambda_D = \sqrt{\frac{\epsilon_0 k_B T_e}{n_e e^2}}, \quad (1.2)$$

kde ϵ_0 je permitivita vakua, k_B je Boltzmannova konstanta, T_e je elektronová teplota a e je elementární náboj. Vztah (1.2) platí jen v případě tzv. chladných iontů, kdy $T_i \ll T_e$. Jestliže zdefinujeme *rozměr systému* L , tak můžeme přepsat podmínku kvazineutrality jako

$$L \gg \lambda_D, \quad (1.3)$$

tedy dostáváme, že pokud kdykoliv vznikne lokální koncentrace náboje nebo je do systému zaveden vnější potenciál, jsou odstíněny ve vzdálenosti krátké ve srovnání s rozměrem systému a ponechají převážnou část plazmatu bez velkých elektrických potenciálů či polí. [1]

Máme i další dvě podmínky pro existenci plazmatu, které vycházejí z kvazineutrality. Naše první podmínka kvazineutrality bude tehdy, je-li v oblaku dostatek

částic. Proto zavádíme počet částic v Debyeově sféře N_D , pro který musí platit $N_D \gg 1$, aby platila první podmínka.

Z definice plazmatu dostáváme podmínku na kolektivní chování, což označuje vzájemné působení částic pomocí makroskopických elektromagnetických polí na rozdíl od mikroskopických polí, kterými na sebe působí částice při binární srážce. Stínění způsobuje, že binární působení v ideálním plazmatu je účinné jen do vzdálenosti Debyeovy délky a k působení nabitých částic na větší vzdálenosti dochází jen v důsledku makroskopických elektromagnetických polí vytvářených makroskopickými kolektivními náboji a proudy. Pokud má fluktuační větší vlnovou délku, než je Debyeova délka, je většinou kolektivního charakteru, kdežto krátkovlnné fluktuační jsou dominantně binární interakce. Proto zavádíme rychlost změny systému v důsledku binárních srážek pomocí srážkové frekvence ν_c . V plazmatu máme řadu kolektivních pohybů, ale nejrychlejší je pohyb oblaku elektronů vůči iontům v důsledku jejich vzájemného přitahování. Zde zavádíme elektronovou plazmovou frekvenci ω_{pe} jako

$$\omega_{pe} = \sqrt{\frac{n_e e^2}{\epsilon_0 m_e}}, \quad (1.4)$$

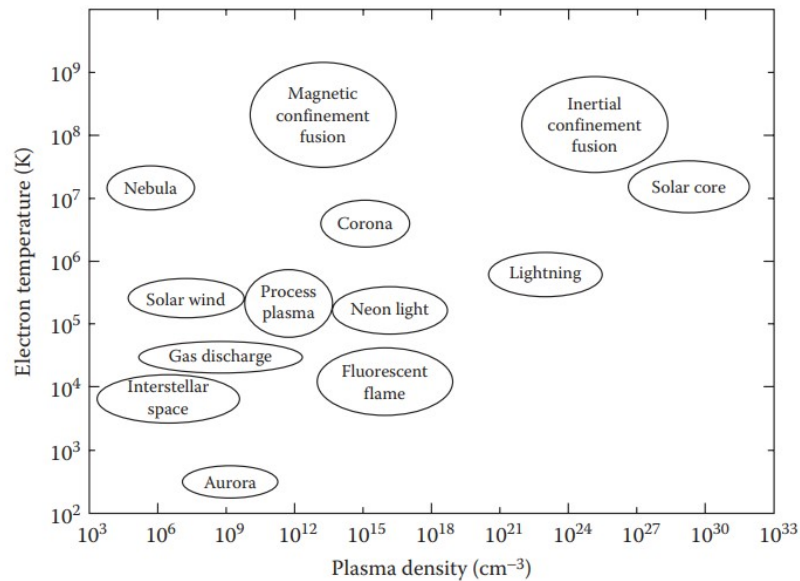
kde m_e je hmotnost elektronu. Elektronová plazmová frekvence charakterizuje sílu kolektivního působení. Odsud dostáváme poslední podmínku pro existenci plazmatu, která nám udává, že musí převažovat kolektivní chování nad binárními srážkami, tedy

$$\omega_{pe} > \nu_c. \quad (1.5)$$

V této práci nás bude zajímat nízkoteplotní plazma, tedy plazma, jehož elektronová teplota je v jednotkách eV a teplota kladných iontů zhruba rovná teplotě místnosti. Stupeň ionizace $\alpha_i = n_i/(n_i + n_n)$, kde n_n je hustota neutrálních částic, bude v rozmezí

$$10^{-6} < \alpha_i < 10^{-1} \quad (1.6)$$

a pojmenujeme ho slabě ionizované plazma. [2] Můžeme si zde ukázat graf různých typů výboje v závislosti na teplotě elektronů a hustotě nabitých částic, viz Obr. 1.1, v naší práci nás zajímá oblast *Glow discharge*, nebo-li doutnavý výboj.



Obrázek 1.1: Typické parametry různých typů plazmat. Převzato z [2]

1.1.1 Výboj pomocí žhavené katody

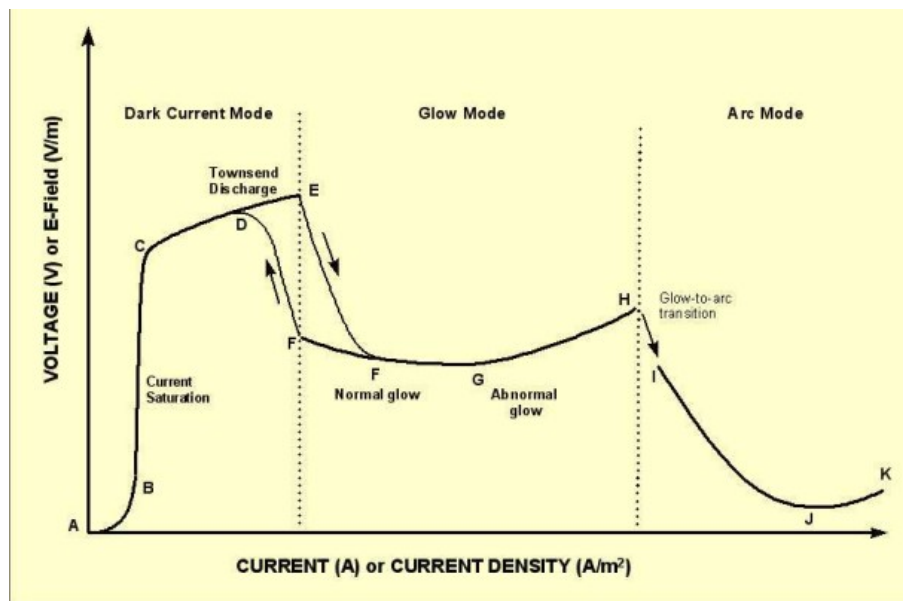
Jev při kterém vystupují elektricky nabitě částice z pevné látky se nazývá emise. Tohoto jevu můžeme docílit několika způsoby, jako je emise elektrickým polem, fotoemise, emise dopadem částic, ale nás zajímá případ, kdy se katoda zahřívá. V tomto případě už není potřeba k uvolnění elektronu dopad kladně nabitých iontů, ale dochází k tzv. tepelné emisi, kdy se elektrony mohou samovolně uvolňovat do vakua. Tento typ emise do vakua začíná být důležitý až při teplotách nad 730 °C. [3]

Vystupující proudovou hustotu elektronů opouštějící povrch kovu do vakua lze vypočítat pomocí Richardsonovy-Dushmanovy rovnice [4]

$$j_s = AT_k^2 \exp\left(-\frac{W}{k_b T_k}\right), \quad (1.7)$$

kde A je Richardsonova konstanta, která je specifická pro každý materiál, T_k je teplota kovu a W je minimální energie potřebná k odstranění elektronu z pevné látky do vakua, tzv. výstupní práce, která je také specifická pro různé kovy. Hodnoty těchto konstant lze nalézt v [5, 6].

Samotný výboj poté můžeme popsat voltampérovou charakteristikou na Obr. 1.2, která popisuje přechody mezi typy výbojů, nás nejvíce zajímá oblast doutnavého výboje (Glow Mode).



Obrázek 1.2: Voltampérová charakteristika výboje v plynu. Převzato z [7]

Doutnavý výboj při nízkém tlaku se vyznačuje neizotermním rozdělením teploty částic, kde teplota elektronů se pohybuje v jednotkách eV, kdežto ionty a neutrály mají pokojovou teplotu. Tento stav nazýváme neizotermní plazma.

Při zahřátí katody, například wolframového drátu, nám tedy bude pomocí termoemise katoda emitovat elektrony a po aplikaci záporného stejnosměrného napětí na hodnotu vyšší než je zápalné napětí U_V dojde k zapálení výboje, který se bude nacházet v ustáleném stavu jenom díky toku elektrického proudu, který dodává do výboje energii. [8]

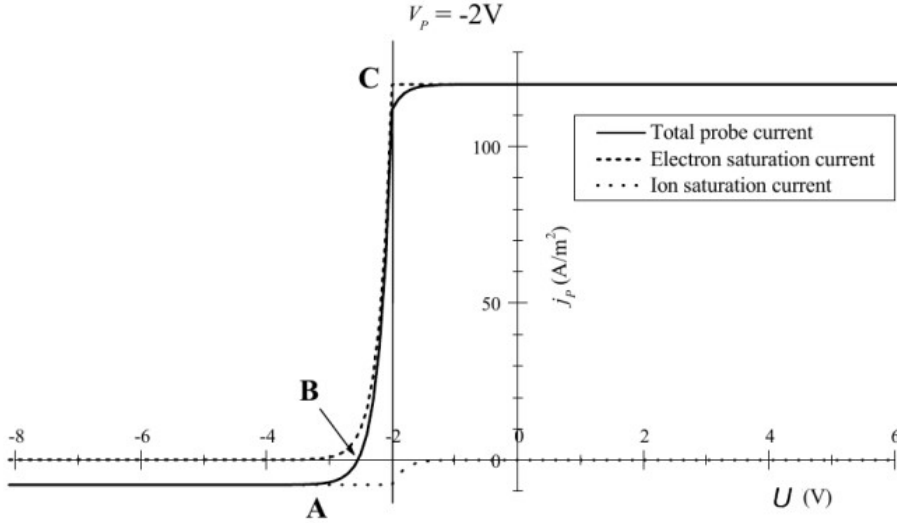
1.1.2 Diagnostika plazmatu

Pro získání základních parametrů plazmatu jako je hustota iontů a elektronů či jejich teploty, je potřeba použít diagnostickou metodu. Tyto metody dělíme na invazivní, tedy metody, které ovlivňují vlastní plazma, a na neinvazivní, které plazma neovlivňují. U invazivních metod tedy musíme docílit konstrukcí samotné diagnostiky toho, aby zvolená metoda co nejméně ovlivňovala měřené plazma, resp. zanedbatelně. Mezi hlavní invazivní metodu patří sondy, kde je nejznámější *Langmuirova sonda*, kdežto mezi neinvazivní patří například *emisní spektroskopie*.

Metoda Langmuirovy sondy spočívá ve změření voltampérové charakteristiky obvodu tvořeného sondou, referenční elektrodou a vlastním plazmatem; tzv. sondové charakteristiky. Jak sonda tak i referenční elektroda je v kontaktu s plazmatem. Při metodě jedné sondy, kterou v práci využíváme, je povrch sondy podstatně menší než je povrch referenční elektrody. Typický průběh voltampérové charakteristiky získané metodou jedné sondy je na Obr. 1.3, kde na y-ové ose vynášíme záporně vzatý sondový proud, tedy kladné hodnoty proudu odpovídají převaze elektronového proudu nad proudem kladných iontů.[9]

V sondové charakteristice na Obr. 1.3 můžeme nalézt několik důležitých bodů. Nejdůležitější je potenciál plazmatu U_p , při tomto napětí na sondě je celkový proud sondou složen z proudů elektronů i iontů, které na sondu dopadají jen vlivem svých tepelných pohybů. Pokud navýšíme napětí na sondě, budou kladně nabitě ionty zpomalovány zatímco elektrony urychlovány. Iontový proud se vzrůstem napětí na sondě vzhledem k potenciálu plazmatu rychle klesne k nule a sondový proud bude téměř výhradně tvořen proudem elektronů. Pokud budeme snižovat napětí na sondě, tak budou elektrony zpomalovány a jejich příspěvek k celkovému proudu sondou se bude s velikostí záporného napětí snižovat, zatímco proud kladných iontů bude narůstat. Pokud uvažujeme maxwellovské rozdělení rychlosti elektronů, bude klesat elektronový proud s růstem záporného předpětí sondy vzhledem k potenciálu plazmatu exponenciálně. V této části sondové charakteristiky, nazývané přechodová, je celkový proud sondou tvořen jak elektrony, tak i kladnými ionty. Druhý významný bod je plovoucí potenciál U_f , bod B, tento bod označuje napětí, kdy sondou neteče žádný proud, tj. $I(U_f) = 0$. Tato hodnota napětí odpovídá takovému napětí, na které by se sonda v plazmatu sama nabíla bez přiložení vnějšího napětí na sondu. V plazmatu tvořeného elektrony a jednonásobně nabitými kladnými ionty jednoho druhu je vždy $U_f < U_p$. Ve voltampérové charakteristice můžeme rozlišovat tři základní oblasti, při $U < U_f$ převládá iontový proud, tedy z této oblasti můžeme vypočítat iontovou hustotu. Druhá oblast $U_f < U < U_p$ je tzv. přechodová oblast, ve které jsou elektrony brzděny a kladné ionty urychlovány. Z této oblasti dokážeme vypočítat elektronovou teplotu. Elektronovou hustotu spočítáme, při znalosti teploty elektronů, nejjednodušeji z celkového proudu sondou při potenciálu plazmatu. V tomto případě na sondu dopadají elektrony a ionty jen díky své tepelné rychlosti, která je u elektronů podstatně vyšší než u kladných iontů. Celkový proud sondou je proto určen převážně proudem elektronů. Jako poslední oblast $U > U_p$ je oblast elektronového proudu, ze které můžeme rovněž vypočítat elektronovou hustotu.

Pro určení potenciálu plazmatu se využívá toho faktu, že druhá derivace průběhu sondového proudu podle napětí na sondě je nulová. Což znamená, že sondová charakteristika v potenciálu plazmatu mění svůj charakter z konvexního na konkávní.[9] Z hlediska tvaru rozeznáváme sondu rovinnou, kulovou a válcovou. Nejvíce využívaným typem pro měření v nízkoteplotním plazmatu je válcová sonda, rovinné



Obrázek 1.3: Voltampérová charakteristika Langmuirovy rovinné sondy. Převzato z [9]

sondy se využívají například v tokamacích jako stěnové sondy. Válcovou sondu sestavíme např. z wolframového drátku malého průměru (50-100 μm) izolovaného keramickou trubičkou. Na sondu vnořenou do plazmatu budeme přivádět napětí a jako druhou elektrodu, tzv. referenční, použijeme uzemněnou kovovou stěnu vakuové aparatury. Touto volbou dosáhneme toho, že vlastní sonda má řádově menší plochu než druhá elektroda. Variantou k metodě jedné sondy je metoda dvou sond, kde se použijí dvě sondy, které mají přibližně stejnou plochu. V této práci byla využita pouze metoda jedné válcové sondy, tedy dále se zaměříme pouze na výpočty elektronové hustoty a teploty pomocí této metody.

Jednou z možností, jak určit elektronovou hustotu je z velikosti elektronového proudu v potenciálu plazmatu. V této práci využijeme metodu výpočtu pomocí integrálu druhé derivace elektronového proudu podle potenciálu sondy za předpokladu bezesrážkové vrstvy okolo sondy [10], jehož tvar je

$$n_e^{Int} = \int_0^\infty \left(\frac{4}{A_p e^2} \sqrt{\frac{m_e (U_p - U)}{2e}} \frac{d^2 I_e}{dV^2} \right) d[e(U_p - U)], \quad (1.8)$$

kde A_p je plocha sondy, $U_p - U$ je rozdíl potenciálu plazmatu a napětí sondy a I_e je elektronový proud. Poslední metodou, jak se dá vypočítat elektronová hustota je z lineárního fitu kvadrátu saturovaného elektronového proudu. Tento výpočet je založen na teorii orbital motion limit (OML), která má v předpokladu, že $\lambda_D \gg r_p$, kde r_p představuje poloměr sondy. V našem případě nízkotlakého oblouku ($n_e \sim 10^{17} \text{ m}^{-3}$ a $T_e \sim 1 \text{ eV}$) je $\lambda_D \sim 24 \mu\text{m}$ a tedy srovnatelná s poloměrem sondy. Proto tuto metodu nepoužíváme.

Elektronovou teplotu můžeme vypočítat pomocí Druyvesteynovy relace [11], kde se využívá druhé derivace elektronového proudu, ovšem v této práci jsme využili vzorec s elektronovým proudem. Tento proud jsme získali odečtením proudu kladných iontů z celkového proudu sondou. Proud kladných iontů jsme v přechodové oblasti lineárně extrapolovali.[12]

$$T_e^{I_e} = \frac{e}{k_B} \left(\frac{d(\ln I_e(U))}{dU} \right)^{-1} \quad (1.9)$$

1.2 Příprava tenkých vrstev

Základní charakteristika tenkých vrstev je, že jejich tloušťka je od desítek nanometrů až po jednotky mikrometrů. Díky velmi malým rozměrům této vrstvy oproti objemovému materiálu, substrátu, dochází ke změnám fyzikálního chování oproti substrátovému materiálu, proto se dnes velmi využívají ve výrobě elektronických součástek, vytváření tvrdých povrchů hrotů různých nástrojů a dalších různých povrchů odolných na opotřebování.

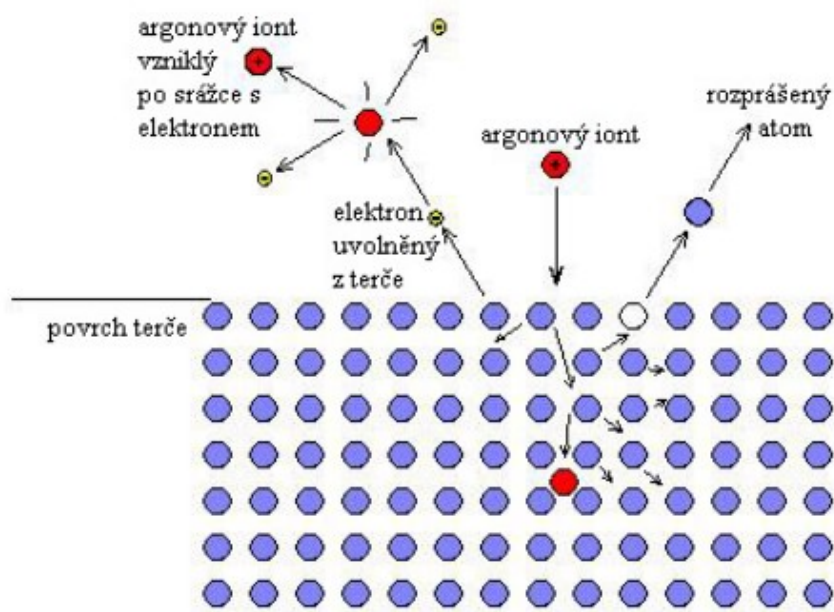
Vytváření tenkých vrstev dělíme na dvě metody jejich procesu nanášení, první metoda je chemická depozice z plynné fáze, nebo-li CVD (Chemical Vapour Deposition), která využívá chemických reakcí mezi vypařenou látkou a okolními plyny, kapalinami nebo parami na povrchu substrátu. Aby mohla chemická reakce proběhnout je většinou potřeba vysokých teplot, blízkých 1000 °C. Výhoda těchto vrstev je jejich vysoká odolnost proti opotřebení, ovšem při jejich depozici mohou vznikat jedy, či ekologicky závadné plyny. Druhá metoda je fyzikální depozice z plynné fáze, nebo-li PVD (Physical vapor deposition), která využívá fyzikálních principů a k růstu vrstvy není za potřeba žádné chemické reakce, vrstvy se tak deponují z jednotlivých atomů nebo jejich shluků kondenzací par pevného materiálu na substrátu. Mezi nejjednodušší technologií PVD patří vakuového napařování, které využívá odpaření požadovaného materiálu, často pomocí odporového ohřevu, do celkového objemu, ve kterém poté tyto páry kondenzují na substrátu. V této práci se spíše zaměříme na technologii napařování.

1.2.1 Napařování

Samotný princip napařování je velmi jednoduchý, pokud se elektron srazí s neutrální atomem pracovního plynu, většinou se používá argon, vytvoří jeho iont, který je poté přitahován na katodu, na které je terč z napařovaného materiálu. Pokud bude mít iont dostatečnou energii, může vyrazit z povrchu terče atom, který poté dopadá na substrát, na kterém se vytváří požadovaná vrstva. Argonové ionty nevyrážejí jenom materiálové atomy, ale také sekundární elektrony, které pomáhají v blízkosti katody ionizovat plyn a tím udržovat plazmový výboj. Schéma vyrážení atomů terče lze vidět na Obr. 1.4.

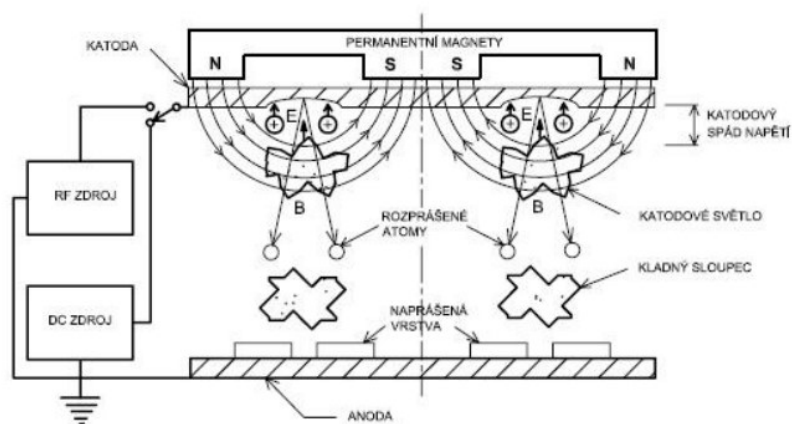
Velmi často je substrát vzdálen od terče několik jednotek centimetrů, proto bude velmi záviset na střední volné dráze atomů plynu, která je nepřímou úměrnou tlaku. Ve většině aplikací se používá tlak $10^{-3} - 10^1$ Pa, což přibližně odpovídá rozpětí střední volné dráhy od 500 cm do 5 mm. Toto rozpětí má za následek, že při nízkém tlaku, $p < 10^{-1}$ Pa hovoříme o bezsrážkovém transportu, při němž se rozprášené atomy téměř s ničím nesrazí a dopadají tak na substrát se svojí původní kinetickou energií. To má za následek, malou zrnitost, a adhezi nadeponované vrstvy. Při zvýšení tlaku na jednotky Pa přechází transport na difúzní. Atomy materiálu se při letu srážejí s atomy plynu, čímž ztrácejí část své kinetické energie a tím se navyšuje jejich pravděpodobnost další srážky. Toto zpomalení se nazývá termalizace a nadeponované vrstvy mají vlastnosti vrstev napařených, tedy vyšší zrnitost a velké napětí v tlaku. [13]

V této práci jsme použili pro depozici systém planárního magnetronu, Obr. 1.5. Tento typ systému je modifikace nejstaršího systému, diodového, který byl jako první použit k procesu napařování. Ten nevyužíval žádné magnety pro prodloužení drah elektronu, a tak jeho rychlost depozice byla velmi pomalá, měl malý iontový proud

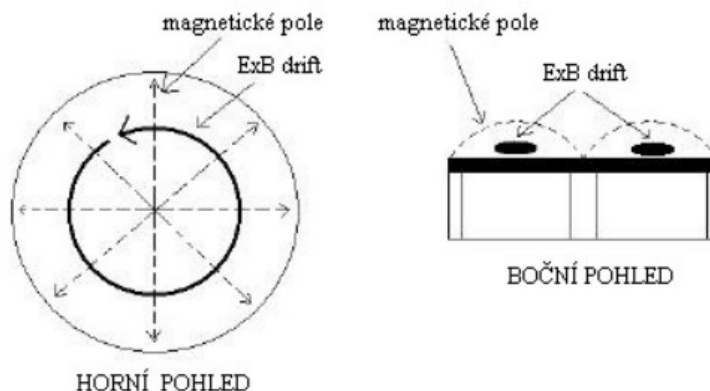


Obrázek 1.4: Schéma vyrážení atomů terče pomocí argonových iontů. Převzato z [13]

a velké napětí na terči. Pro zvýšení ionizace plynu ze sekundárních elektronů a tím zvýšení depoziční rychlosti se navrhla konfigurace planárního magnetronu, kde díky $E \times B$ driftu a nehomogenního magnetického pole je dráha sekundárních elektronů zakřivená do kruhové trajektorie, Obr. 1.6. To ovšem přináší nevýhodu toho, že se samotný terč neopotřebovává stejnou rychlostí, ale hlavní místo opotřebení najdeme v oblasti kruhové trajektorie elektronů, tzv. racetracku. Díky vyšší ionizaci plynu dosahujeme intenzivnějších výbojů, což znamená, že můžeme použít nižší tlaky při depozici.



Obrázek 1.5: Schéma DC planárního magnetronu. Převzato z [13]



Obrázek 1.6: Magnetické pole u terče planárního magnetronu a dráha elektronů. Převzato z [13]

Planární magnetron se dále může dělit podle toho, jaký zdroj napětí použijeme. Úplně nejjednodušší je se stejnosměrným zdrojem, nebo-li DC magnetron. V tomto systému aplikujeme na terč vysoké záporné napětí, čím se stává terč katodou a na substrát aplikujeme kladné napětí, aby se stal anodou. Velká nevýhoda tohoto uspořádání je její nemožnost naprašovat nevodivé materiály, které by během depozice mohly akumulovat náboj, kvůli kterému by se mohl objevit na povrchu obloukový výboj a nebo by mohlo dojít k úplnému zastavení naprašování.

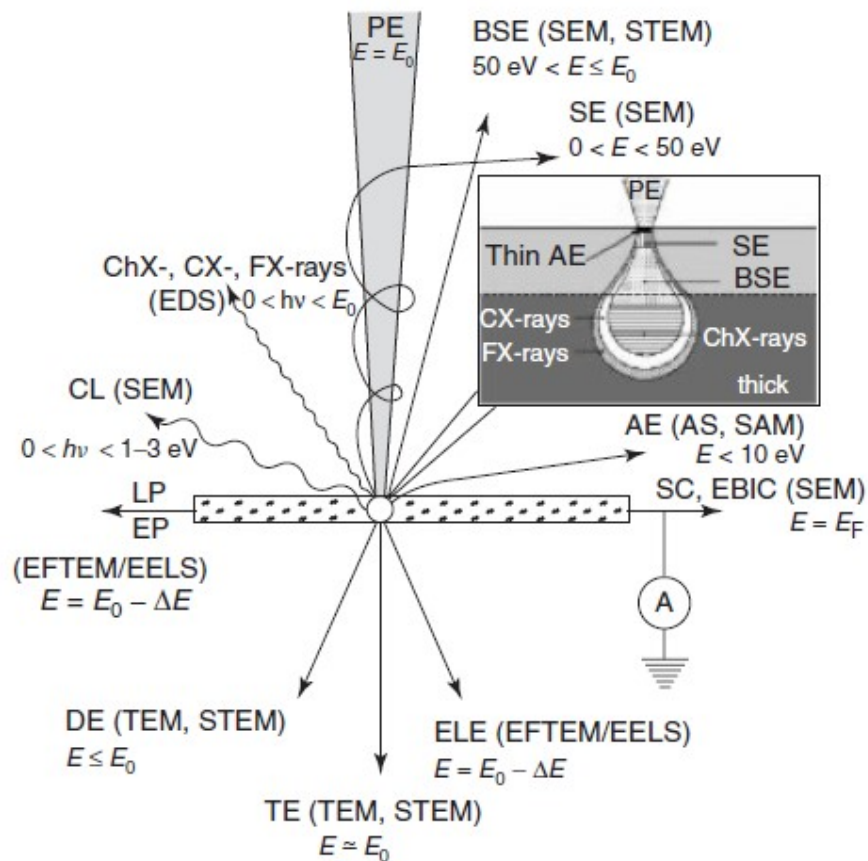
Jako druhý zdroj napětí jsme použili metodu HiPIMS, High Power Impulse Magnetron Sputtering, nebo-li impulsní magnetronové naprašování s vysokým výkonem, základním východiskem této metody je snaha navýšit hustotu plazmatu v blízkém okolí terče, aby se zmenšila průměrná ionizační délka atomu naprašovaného materiálu, tedy průměrná délka dráhy letu atomu terče, než dojde k ionizační srážce, tato veličina je nepřímo úměrná elektronové hustotě.[14] Pro dosažení elektronové hustoty v řádech $10^{19} - 10^{20} \text{ m}^{-3}$ je potřeba aplikovat vysoký elektrický výkon, což v realitě odpovídá výkonům v řádu kWcm^{-2} . [14] Tento výkon ovšem nedokážeme dodávat kontinuálně, neboť nemáme dostatečné chladicí prostředky terče, proto využijeme aplikování těchto vysokých výkonů v pulsech, kde aplikujeme takto vysoký výkon pouze ve zlomku trvání pulsu, často okolo 10% celkové doby pulsu, tedy zbytek pulsu máme na chlazení terčičku, aby se nepřehřál. Velká výhoda HiPIMS je, že tvoří vysoko ionizovaný oblak plazmatu z naprašovaného materiálu, bez toho, aby ho přehřál, což ve výsledku znamená, že tento oblak nemá skoro žádné kapičky, díky čemuž se vytvoří velmi hustě obsazené vrstvy s vysokou přilnavostí a extrémní hladkostí. Největší nevýhoda této metody je, že docílíme pouze 30-80% depoziční rychlosti jako u DC magnetronu, pokud máme stejný průměrný výkon. Nakonec jsme používali i metodu, která se jmenuje hybridní HiPIMS, což je základní HiPIMS metoda asistovaná ECWR výbojem, Electron Cyclotron Wave Resonance, který umožňuje udržení celkového výboje při nižším tlaku a tím redukuje počet srážek mezi vyraženým atom terče a pracovním plynem. [15].

1.3 Analýza povrchu

Elektronová mikroskopie je jednou z nejrozšířenějších metod pro zkoumání topografie povrchu, ale dokáže i poskytnout informace o chemickém složení a dalších vlastnostech. Velká výhoda elektronového mikroskopu oproti světelnému je jeho rozlišovací schopnost, ta totiž je proměnlivá, neboť můžeme odvodit, že de Broglieova vlnová délka elektronu je nepřímo úměrná odmocnině urychlovacího napětí elektronů, dostáváme de Broglieovy vlnové délky elektronů od 0,1226 nm do 0,00193 nm pro používané urychlovací napětí od 0,1 kV do 400 kV. Interakce primárního svazku elektronů generuje velkou řadu detekovatelných signálů, podle toho můžeme i rozdělit elektronový mikroskop na dva typy. První typ je transmisní, TEM, který zobrazuje vnitřní strukturu vzorku pomocí prošlých elektronů, tento mikroskop je význačný svým vysokým urychlovacím napětím, které se pohybuje mezi 100-400 kV a dále klade omezení na tloušťku samotného vzorku, která nesmí přesahovat několik nanometrů. Druhý typ mikroskopu je rastrovací, SEM, který nejčastěji zobrazuje topografickou informaci vzorku pomocí sekundárních elektronů, pojmenování rastrovací je od toho, že jeho elektronový svazek se postupně pohybuje v řádkovém rastru a výsledný topografický obraz vzorku se vytvoří postupným skenováním. Jeho urychlovací napětí je oproti TEM značně menší, pohybuje se v rozmezí 0,1-30 kV. Velká nevýhoda elektronových mikroskopů je jejich podmínka na tlak, aby se dopadající elektronový svazek či vyražené elektrony nesrážely s molekulami vzduchu, musíme pracovat ve vakuu, což limituje možnost sledovat živý biologický materiál. V této práci jsme využili dva různé signály pro analýzu našich vzorků, pro změnu topografie vzorku jsme využívali sekundární elektrony, které vznikají vyražením elektronu z vnějších slupek atomu, čím světlejší je pixel na snímku, tím větší je počet zachycených SE, to poté vzbuzuje dojem 3D reliéfu snímku, neboť čím více je odchýlen dopad primárního svazku od kolmého směru, tím více se zvětšuje interakční objem, což zapříčiní, že ze šikmých ploch budeme detekovat více SE než z plochých míst. Pro analýzu chemického složení vzorku jsme využili metodu EDS, energiově disperzní spektrometrii, která je založená na detekci charakteristického rentgenového záření. Pokud primární svazek excituje elektron v nižší slupce atomu na vyšší, tak poté při jeho deexcitaci do nižších hladin může být tato energie vyzářena ve formě rentgenového záření. Výhoda tohoto záření je, že nezávisí na energii budících elektronů, ale pouze na rozdílu energetických hladin, kde proběhl relaxační proces, navíc má toto záření povahu čárového spektra, jehož linie jsou specifické pro každý prvek, proto můžeme z celkového spektra četností rentgenového signálu rozeznat celkové zastoupení prvků ve vzorku. Výška píku v tomto spektru je poté úměrná koncentraci daného prvku.

1.4 Procesy na povrchu materiálu při kontaktu s plazmatem

Velmi důležitá vlastnost cínu je jeho nízká teplota tání, 231,93 °C, pokud se nám tedy povede ohřát celý vzorek s cínovou tenkou vrstvou nad tuto teplotu, můžeme očekávat, že se bude cín odpařovat jako při napařování vrstev. Velká část tohoto ohřevu bude způsobena dopadajícími fotony ze žhavené katody, ale určitě zde bude i příspěvek od dopadajících částic z plazmatu. Pokud umístíme na vzorky záporné napětí, budeme přitahovat na jejich povrch ionty z plazmatu, tyto srážky na povrchu



Obrázek 1.7: Hlavní procesy interakce elektronového svazku a detekovatelné signály: PE - primární svazek elektronů, SE - sekundární elektrony, TE - prošlé elektrony, ChX-rays - charakteristické rentgenové záření. Převzato z [16]

poté mohou mít podobný efekt jako při naprašování, když ionty jsou přitahovány na terč, ze kterého jsou vyráženy atomy materiálu. Nejenom ionty budou bombardovat povrch cínu, ale i neutrální částice, které ovšem nebudou urychlovány směrem k povrchu díky zápornému napětí. Další interakce, která ovšem není součástí této práce, která by mohla nastat je chemická, pokud bychom místo výboje v inertním plynu udělali vodíkový, či chlorový výboj, mohla by se zde vytvářet pomocí chemické reakce molekula plynu SnH_4 , či $SnCl_4$. Tento plyn by se poté mohl evakuovat pomocí vývěv a tím ho nenechat nadeponovat na okolní místa v aparatuře.

Proti odstraňování cínu z povrchu nám zde ovšem funguje redepozice cínu z oblaku nad povrchem, pokud bude mít oblak malý stupeň ionizace, můžou se díky redepozici na povrchu objevit kapičky cínu. Na povrchu se dále mohou zachytit jakékoliv nečistoty, které budou v komoře, ale i samotná žhavená katoda může nanášet svůj odprášený materiál.

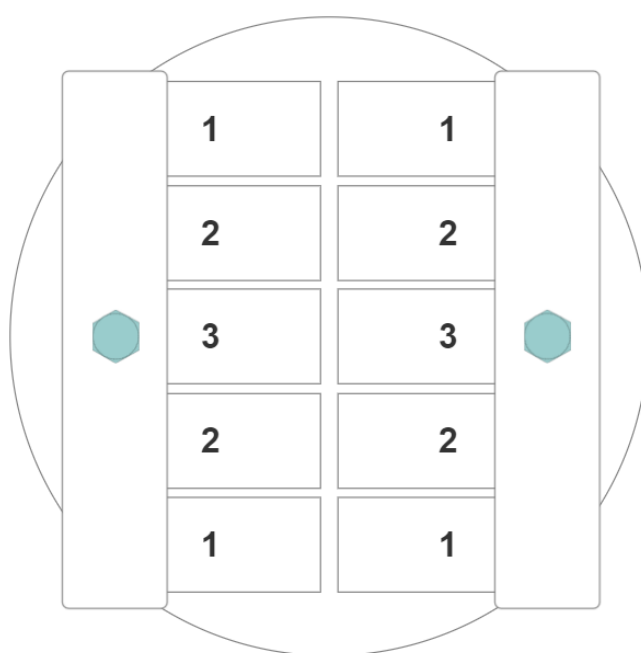
Kapitola 2

Experiment

Hlavním cílem experimentů bylo stanovit jaký efekt má plazma na povrch cínu, pokusit se najít parametry plazmatu během interakce a poté najít možné parametry experimentu, které mohou urychlit, či zpomalit odstraňování cínové vrstvy.

2.1 Příprava vzorků

Pro přípravu cínových tenkých vrstev jsme zvolili metodu DC a HiPIMS magnetronového naprašování s horizontální orientací, celkem jsme připravili čtyři série vzorků, z čehož dvě série byly připraveny pomocí DC magnetronového naprašování, jedna série pomocí základního HiPIMS magnetronového naprašování a poslední série pomocí hybridního HiPIMS magnetronového naprašování. Každá série čítala deset vzorků, které byly rozdělené do skupin podle jejich pozice, jako na Obr. 2.1, kde vzorek s pozicí 3 byl přímo proti terčičku, vzdálen 80 mm. Tloušťka vrstvy je na této pozici největší a postupně se zmenšuje až k pozici číslo 1, která byla na okraji držáku vzorků. Samotný držák pomalu rotoval, čímž jsme zachovali homogenitu vzorků ze stejné pozice.



Obrázek 2.1: Pozice vzorků na rotujícím držáku při depozici

Jako substrát vzorků jsme zvolili nerezovou ocel (ASTM AISI 304), která byla nařezána na obdélníkové štítky o rozměrech 10×25 mm. Pro vyčištění povrchu byly tyto vzorky ponořeny do acetonu a dány do ultrazvukové čističky na 15 minut, poté byly z acetonu vyndány a osušeny a dále ponořeny do ethylalkoholu na dalších 5 minut. Nakonec byly tyto štítky otřeny pomocí speciálních ubrousků určených pro použití do čistých prostorů a namontovány do držáku pro depozici. Po umístění vzorků do vakuové komory byly dále vyčištěny po dobu 10 minut pomocí RF (13,56 MHz) výboje v atmosféře složené z argonu (100 sccm) a dusíku + vodíku (100 sccm) s tlakem 16 Pa. Výkon výboje byl 100 W.

Pro DC magnetronové naprašování byla nejprve vakuová komora vyčerpána na tlak 10^{-4} Pa, pro první sérii jsme zvolili pracovní tlak 1 Pa a pro druhou tlak 0,3 Pa, obě dvě série s průtokem argonu nastaveném na 26 sccm. Výbojový výkon byl nastaven na 50 W s celkovým depozičním časem 30 minut, naměřená hodnota napětí na katodě byla -376 V s výbojovým proudem 0,13 A. Po prvotní analýze vzorků jsme zjistili, že rozdíl tlaků neměl žádný viditelný vliv na kvality tenké vrstvy, a proto je dále nebudeme rozlišovat a označíme si je jako DC vzorek.

U běžného HiPIMS magnetronového naprašování byla opět komora vyčerpána na tlak 10^{-4} Pa a pracovní tlak byl nastaven na 1 Pa s průtokem argonu 26 sccm. Průměrný proud byl nastaven na 65 mA, opakovací frekvence napěťového pulsu na katodě byla nastavena na 100 Hz s aktivním časem 100 μ s, energie v jednom pulsu byla 450 mJ a depoziční čas byl opět 30 minut. Tyto vzorky jsme pojmenovali jako HiPIMS vzorek.

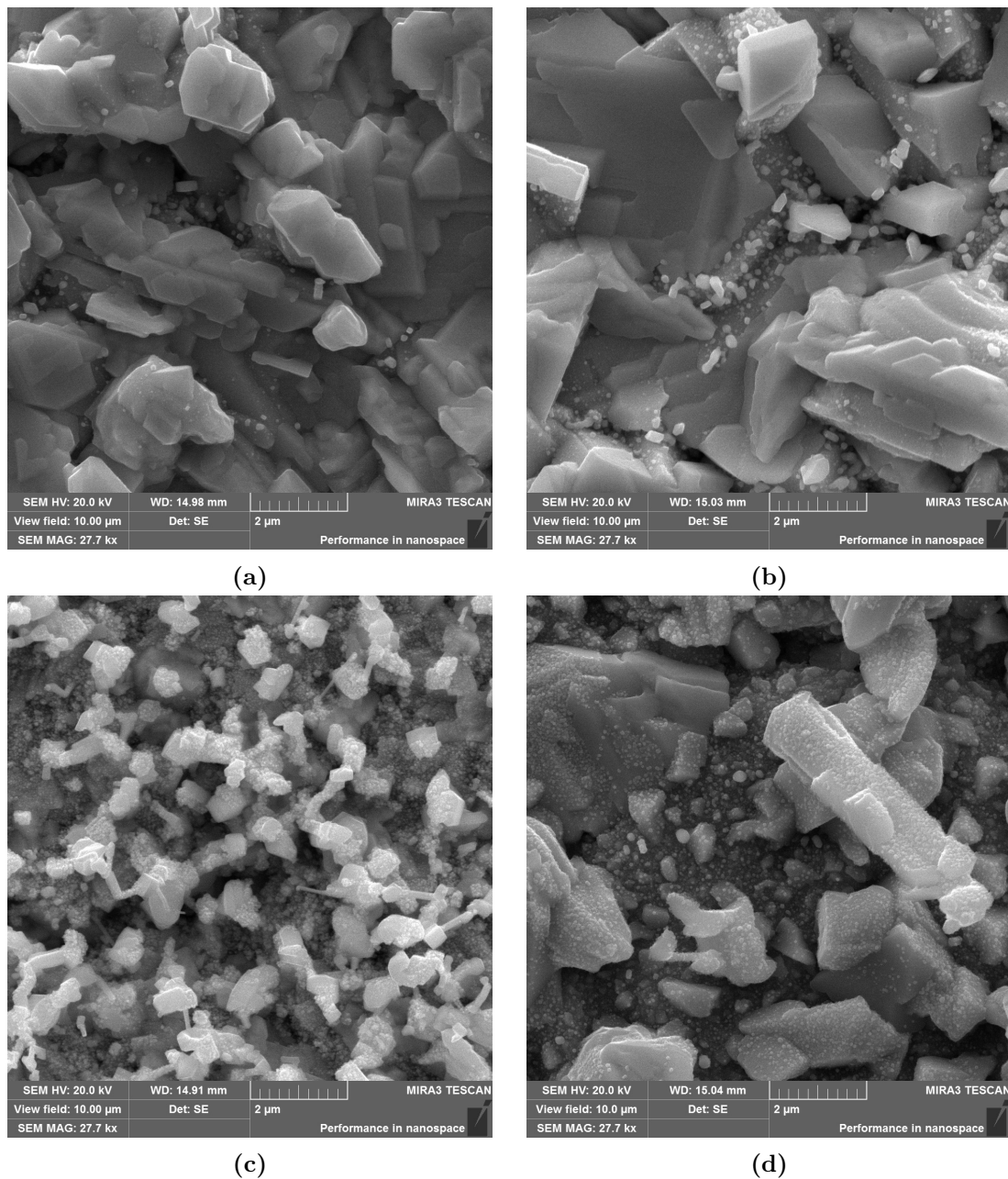
U hybridního HiPIMS mmagnetronového naprašování byla komora vyčerpána pouze na tlak 10^{-3} Pa a pracovní tlak byl 0,36 Pa opět s průtokem argonu 26 sccm. Průměrný proud byl nastaven na 70 mA, opakovací frekvence napěťového pulsu byla 5 kHz s aktivním časem 20 μ s, energií jednoho pulsu 90 mJ, průměrným výkonem 45 W a opět s depozičním časem 30 minut. Dále tyto vzorky uvádíme jako hybridní HiPIMS vzorek.

Vytvořenou tenkou vrstvou těchto vzorků můžeme vidět na snímcích z elektronového mikroskopu (SEM snímek) na Obr. 2.2, kde jsme použili vzorky ze třetí pozice a zorné pole snímku je 10 μ m.

2.2 Vakuová aparatura

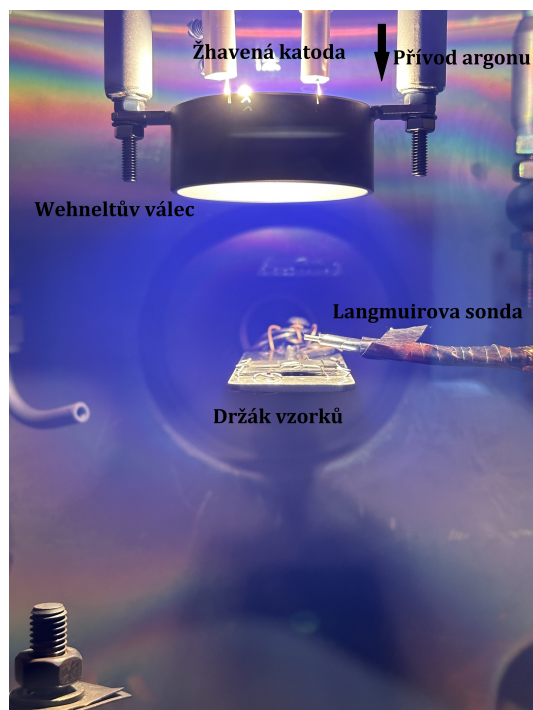
Vakuová aparatura se skládá z kovové výbojové komory tvaru válce, kde v jejím dně je přes deskový ventil připojena turbomolekulární vývěva s primární suchou vývěvou, v horní části komory máme vsunut systém žhavené katody, který je na Obr. 2.3b. Wehneltův válec je během experimentu spojen s tělesem komory, tj. uzemněn. Na zadní straně vakuové komory je umístěn posuvný držák vzorků. Z boční stěny komory je vsunuta válcová Langmuirova sonda upevněná na vakuové průchodce s lineárním posuvem ovládaném krokovým motorem. Tak je možné pomocí počítače měnit pozici sondy vzhledem k ose komory. Vstup argonu máme zabudovaný v systému žhavené katody přes regulátor průtoku. Celé experimentální uspořádání během experimentu lze vidět na Obr. 2.3a.

Držák vzorků, na Obr. 2.3c, rozdělujeme na dvě části, na část, která přichází do kontaktu s plazmatem a na část, která tvoří samotnou kostru držáku, kterou je přichycena na vakuovou komoru. Vnitřní část se skládá ze stolku na vzorky, na který umísťujeme samotné vzorky pomocí ocelových drátů v jeho rozích, dále zde

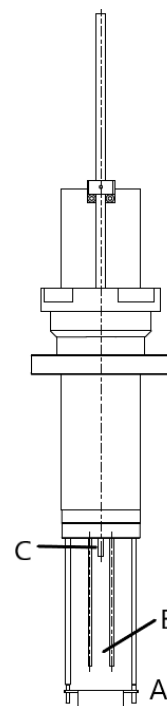


Obrázek 2.2: Všechny SEM snímky jsou pořízeny ze vzorků z třetí pozice se zorným polem 10 μm , (a) SEM snímek DC vzorku při depozičním tlaku 1 Pa (b) SEM snímek DC vzorku při depozičním tlaku 0,3 Pa (c) SEM snímek HiPIMS vzorku (d) SEM snímek hybridního HiPIMS vzorku

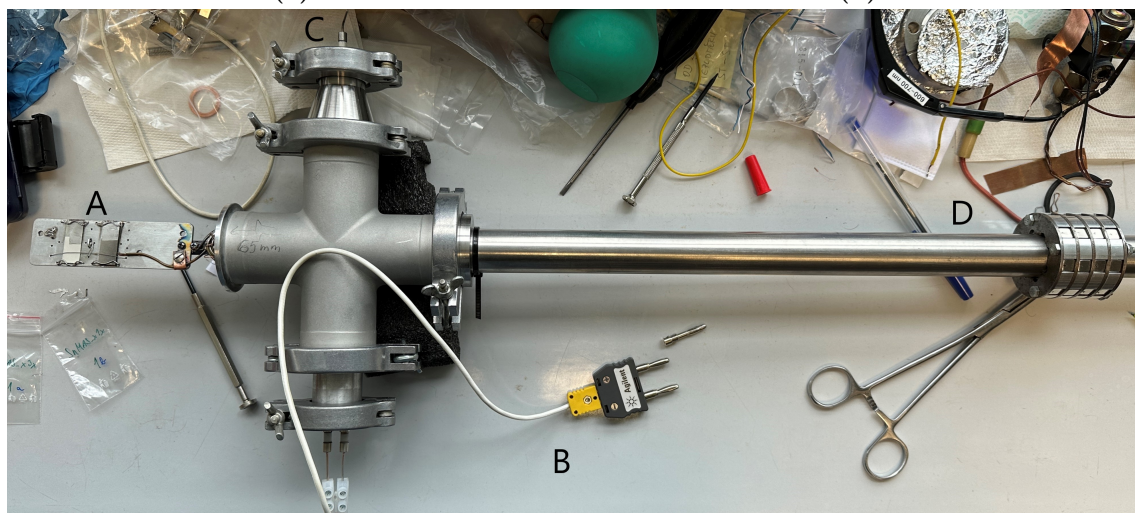
můžeme pod jeden vzorek umístit zakončení termočlánku. Tento stolek je nasazen na dlouhé kovové tyči, která může být posouvána pomocí magnetů na jejím zakončení a tím docílit vysunutí či zasunutí vzorků do plazmatu. Celý stolek je vodivě spojen s vnějším pomocí průchodky C na Obr. 2.3c, na kterou můžeme připojit záporné napětí.



(a)



(b)



(c)

Obrázek 2.3: (a) Experimentální uspořádání žhavené katody během experimentu; (b) Nástavec pro systém žhavené katody, A - Wehneltův válec, B - elektrické přívody pro přichycení vlákna žhavené katody, C - přívod argonu; (c) Posuvný držák vzorků, A - upevňovací stoleček s termočlánkem, B - konektor termočlánku, C - průchodka pro záporné napětí na vzorky, D - magnetické posouvání pozice vzorků

2.3 Žhavicí a výbojový obvod

Před samotným vytvořením katody z wolframového drátu musíme dbát na to, abychom nepřesáhli maximální žhavicí výkon, který jsme stanovili na 1000 W, tak, abychom nezničili transformátor na počátku žhavicího obvodu, Obr. 2.4. To klade omezení na odpor katody. Rezistivita wolframu roste s jeho teplotou, tato skutečnost nám pomůže měřit teplotu žhavené katody během experimentu, stačí pouze znát žhavicí proud, napětí u katody a odpor katody za pokojové teploty. Pomocí Ohmova zákona spočítáme odpor při nějaké teplotě, pokud poté uděláme poměr aktuálního odporu ku odporu za pokojové teploty můžeme pomocí tabulky těchto poměrů ku teplotě najít přibližnou teplotu katody. Několik těchto poměrů najdeme v Tab. 2.1. Pro automatizaci výpočtu během měření sestrojíme kalibrační křivku

T [K]	$R/R_{293,15}$	T [K]	$R/R_{293,15}$
500	1,87	1800	8,86
800	3,36	2000	10,03
1000	4,41	2300	11,84
1300	6,03	2500	13,08
1500	7,14	2800	14,99

Tabulka 2.1: Poměr aktuálního odporu při teplotě T ku odporu při pokojové teplotě. Převzato z [17].

pro tyto poměry a pro teplotu nám vyjde vzorec

$$T(k) = A \cdot k^4 + B \cdot k^3 + C \cdot k^2 + D \cdot k + E, \quad (2.1)$$

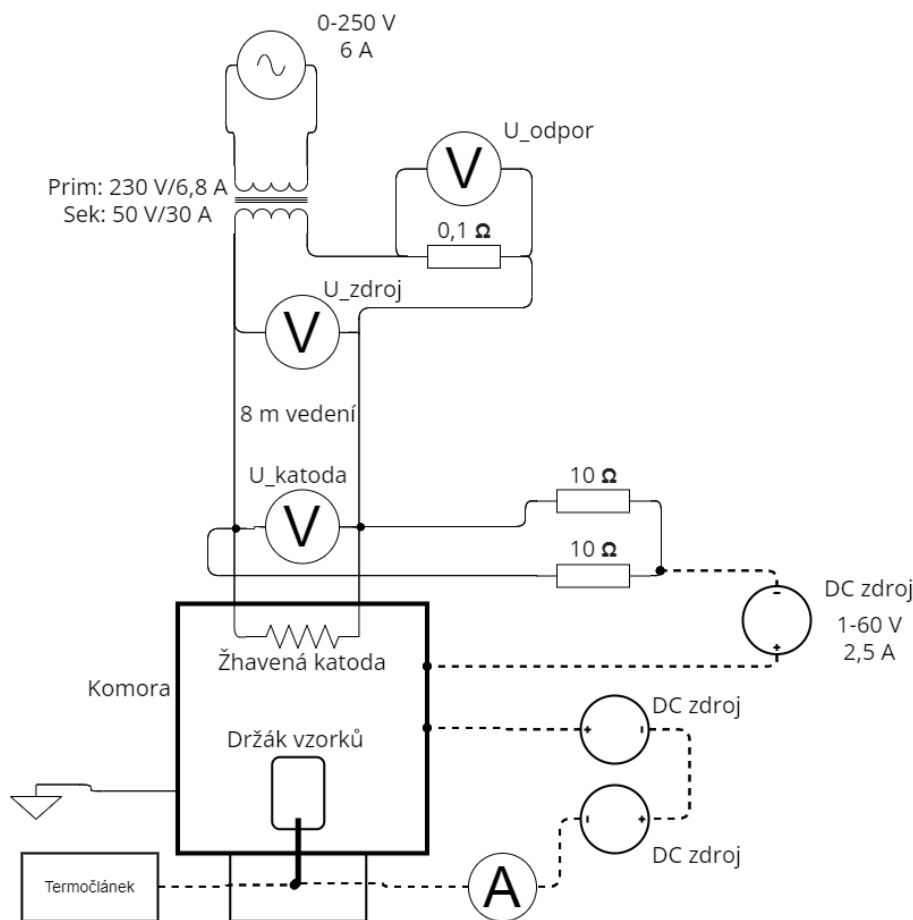
kde k definujeme jako poměr $k = R/R_{293,15}$ a koeficienty jsou: $A = -0,00643$; $B = 0,355$; $C = -7,9075$; $D = 230,958$; $E = 68,9732$.

Z prvotních experimentů nám vyšlo, že při použití 15 cm wolframového drátu s průměrem 0,25 mm, nepřekročí hodnoty námi stanovené restrikce na výkon při zahřátí tohoto vlákna. Po umístění katody do držáku systému žhavené katody jsme naměřili její odpor při pokojové teplotě $R_{293,115} = 0,191 \Omega$. Potřebné hodnoty proudu a napětí naměříme ve žhavicím obvodu, Obr. 2.4 plná čára, proud celým žhavicím obvodem vypočítáme pomocí naměřeného napětí voltmetrem U_{odpor} , kde měříme napětí u teplotně stabilního odporu, který má odpor 0,1 Ω , u voltmetru U_{katoda} se nám dělí celkový proud do dvou smyček, do samotné žhavicí smyčky a do smyčky pro připojení zdroje pro výboj, žhavicí proud spočítáme odečtením proudu ve smyčce pro výboj od celkového proudu. Tím dostáváme všechny potřebné hodnoty pro výpočet teploty žhavené katody, ta se v běžném experimentu pohybovala při teplotách 2800-2900 K.

Samotný výbojový obvod je vyznačen na Obr. 2.4 pomocí čárkované čáry, jako elektrický zdroj jsme použili zdroj stejnosměrného proudu, který mohl být regulovaný napětově, ale i proudově. Záporný pól zdroje byl připojen na žhavenou katodu pomocí výbojové smyčky a kladný pól zdroje byl připojen na uzemněnou výbojovou komoru. Na zdroji nastavíme 60 V a požadovanou hodnotu výbojového proudu, který budeme chtít během experimentu držet konstantní. Postupným zvyšováním žhavicího napětí na zdroji střídavého napětí se dostaneme do bodu, kdy máme dostatečnou termoemisi katody na zapálení výboje a na výbojovém zdroji uvidíme malý výbojový proud, v tento moment máme stejnosměrný zdroj v režimu konstantního napětí, postupným zvyšováním žhavicího napětí se dostaneme do bodu,

kdy budeme mít na zdroji výbojový proud 1 A a tento zdroj se přepne do režimu, kdy bude udržovat konstantní proud. Dalším zvyšováním žhavicího napětí se nám bude snižovat výbojové napětí a výbojový proud bude konstantní. Nastavíme tedy žhavicí napětí tak, abychom měli na výbojovém zdroji okolo 50 V. To v našich experimentech odpovídalo celkovému proudu v žhavicím obvodu cca 6 A a napětí u katody 19,2 V.

Pro zvýšení intenzity interakce povrchu vzorků s ionty plazmatu jsme se rozhodli aplikovat záporné napětí na držák vzorků, to se provádělo pomocí dvou zdrojů stejnosměrného napětí vyznačených na Obr. 2.4.



Obrázek 2.4: Žhavicí obvod katody je vyznačen plnou čarou. Čárkovanými čarami je naznačen výbojový obvod, obvod předpětí vzorků a obvod termočláneku.

2.4 Měření a vyhodnocování dat

Pro měření různých napětí a proudu jsme používali multimetry od značky Keysight, jednotlivě řadu U1272A pro měření U_{odpor} a U_{zdroj} , poté řadu U1253A pro U_{katoda} a U1253B pro měření proudu a teploty pomocí termočláneku. Data z těchto multimetrů jsme získávali pomocí programu napsaném v jazyce Keysight VEE Pro, kdy každých 5 vteřin jsme získali naměřené hodnoty a ty poté byly ukládány do textového dokumentu, navíc jsme měli v programu napsané automatické počítání teploty žhavené katody z naměřených hodnot na multimetrech.

Pro měření VA charakteristik Langmuirovy sondy jsme využívali měřící jednotku Agilent B2901A SMU, která automaticky nastavovala napětí na sondu a při-

tom měřila proud protékající sondou. Data z měřící jednotky byly poté zpracovány pomocí programu START, který byl vyvinut doc. Kudrnou z Matematicko-fyzikální fakulty, Univerzity Karlovy., který vypočítá elektronovou hustotu, elektronovou teplotu atd. pomocí metod zmíněných v sekci Diagnostika plazmatu.

Kapitola 3

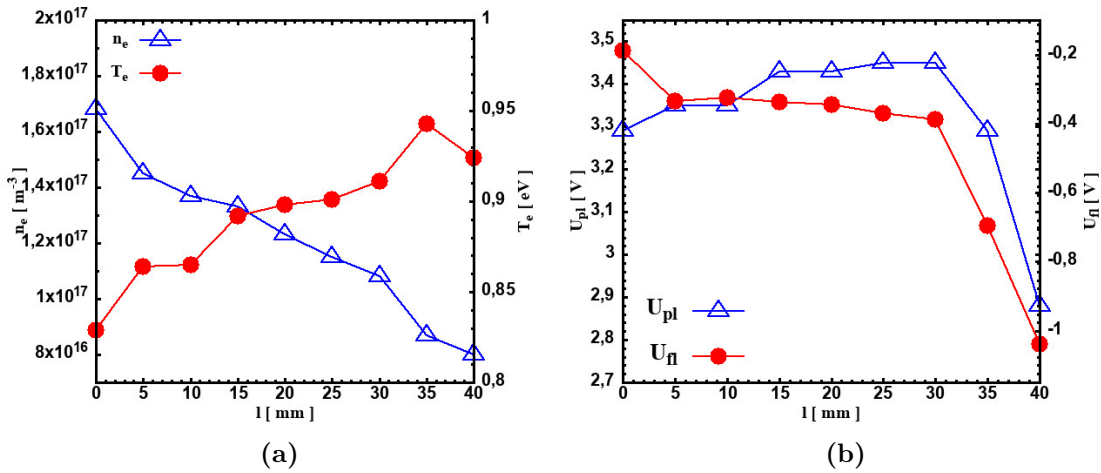
Výsledky

Experimenty, které jsme provedli, nám dokázaly odpovědět na několik základních otázek, které jsme si stanovili na začátku práce. První otázkou bylo, jestli dokážeme odstraňovat povrch cínu doutnavým výbojem v argonovém plazmatu. Jakmile jsme toto potvrdili, měli jsme před sebou otázku, jaký proces má větší vliv na odstraňování cínové vrstvy, jestli samotné odpařování cínu při jeho zahřátí nad teplotu tání, či samotná interakce s plazmatem. Po zodpovězení této otázky jsme poté přešli na experimenty, ve kterých jsme se snažili měnit parametry, které by mohli měnit míru interakce a odstraňování cínové vrstvy optimalizovat.

3.1 Základní parametry plazmatu

Nejdříve se podíváme na základní parametry používaného výbojového plazmatu. Jak jsme představili v teoretické části, naše plazma bude neizotermní, tedy budeme měřit pouze elektronovou teplotu. Na Obr. 3.1 jsou představeny výsledky měření válcovou Langmuirovou sondou s délkou 5 mm a průměrem 150 μm . Pozice 0 mm v grafech na Obr. 3.1 odpovídá středu komory, tedy přímo pod žhavenou katodou, x-ová souřadnice reprezentuje tedy směr ke stěně komory. V grafu 3.1a tedy vidíme, že maximální elektronová hustota se nachází v ose komory a se vzdalováním od středu se postupně snižuje. U elektronové teploty sledujeme opačný trend, který lze vysvětlit následující úvahou. Pokud se zaměříme na pozici Wehneltova válce na Obr. 2.3a, vidíme, že stíní oblast, která je blíž stěně, tedy tato oblast nebude mít stejný počet prolétávajících elektronů ze žhavené katody, jako oblast přímo pod katodou, tedy pro zachování stejných parametrů výboje musíme mít v této oblasti více energetické elektrony, které vyrovnají tento deficit.

Plovoucí potenciál, Graf 3.1b je skoro po celé délce konstantní na hodnotě $U_{fl} = -0,3 \text{ V}$, ovšem blíž ke stěně začíná prudce klesat. Potenciál plazmatu je podobně po celé délce konstantní s hodnotou $U_{pl} = 3,4 \text{ V}$ a stejně jako plovoucí potenciál v blízkosti stěny prudce začíná klesat. To odpovídá teoretickému předpokladu, že elektrony s vyšší pohyblivostí než kladné ionty nabíjejí stěnu záporně. Vytváří se tak ambipolární elektrické pole, které brzdí elektrony a urychluje kladné ionty tak, aby výsledný proud směrem ke stěně byl nulový.



Obrázek 3.1: Grafy parametrů plazmatu naměřených válcovou Langmuirovou sondou v závislosti na jejich prostorové souřadnici při tlaku pracovního plynu $p = 1,6$ Pa, výbojovém proudu $I = 1$ A a výbojovém napětí $U = 55$ V. (a) Graf závislosti elektronové hustoty a elektronové teploty na vzdálenosti od osy komory (b) Graf závislosti potenciálu plazmatu a plovoucího potenciálu na vzdálenosti od osy komory

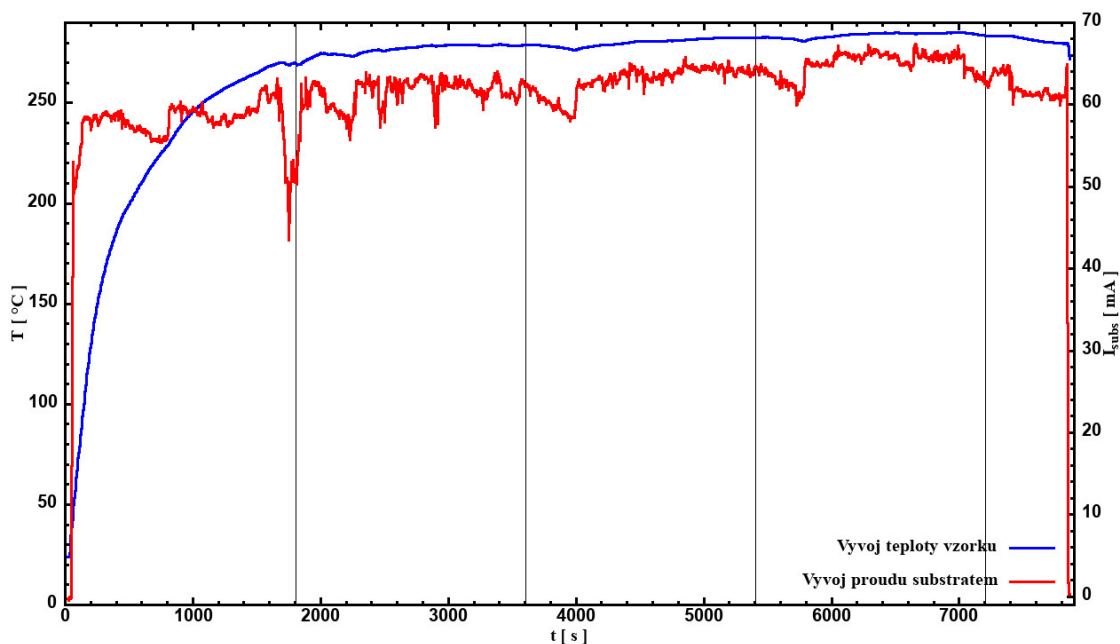
3.2 Interakce plazmatu s povrchem

Efekt plazmatu na povrch si ukážeme na dvou experimentech, při kterých jsme použili vzorky ze třetí pozice při depozici, tedy vzorky s největší tloušťkou vrstvy cínu. Základní parametry experimentu jsou uvedeny v Tab. 3.1. Dále si ze změřených dat můžeme zobrazit časový vývoj teploty vzorku, Graf 3.2, kde maximální dosažená teplota byla $T_{max} = 285,09$ °C. Tedy teplota vzorku byla vyšší, než je teplota tání cínu, což značí, že při interakci byl na povrchu tekutý cín. V tomto grafu také máme časový vývoj proudu substrátem, velmi zajímavé je, že ten se postupně s časem zvyšuje, kde po 90 minutách experimentů má své maximum, 67,2 mA, a poté postupně klesá.

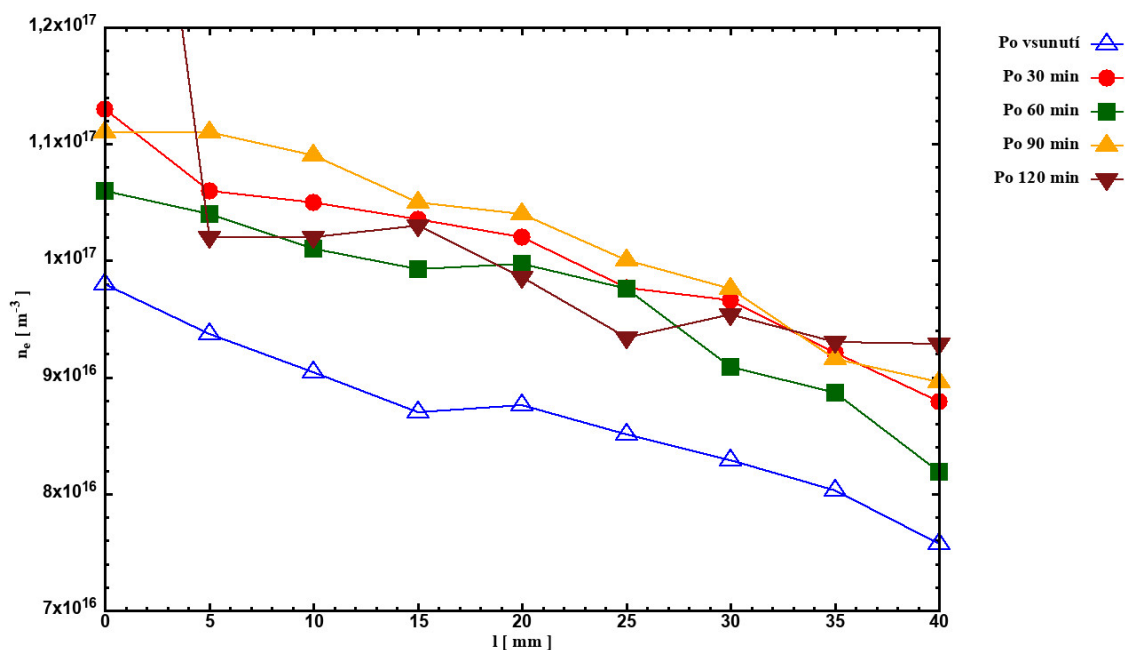
p [Pa]	I_{vyboj} [A]	U_{vyboj} [V]	U_{sub} [V]	T_{katoda} [K]
1,6	1	-55	-100	2850

Tabulka 3.1: Základní parametry experimentu

Nárůst proudu substrátem budeme moci objasnit při pohledu na vývoj parametrů plazmatu během experimentu, VA charakteristiky Langmuirovy sondy jsme měřili každých 30 minut. V grafu 3.3 vidíme i vliv samotného držáku, který končil ve vzdálenosti 15 mm, tedy od vzdálenosti 0-15 mm jsme měřili plazma přímo nad vzorky a dále plazma už mimo vzorky. Velmi zajímavé je, že s postupem času se elektronová hustota zvyšuje, kde v čase 90 minut je její celkové maximum, u měření v čase 120 minut už máme menší hodnoty než u předchozího měření. Tento vývoj si vysvětlujeme postupným odstraňováním cínu z povrchu, ten při odstraňování vytvářel oblak cínu na vzorky, který poté difundoval do celého plazmatu, tedy zde vidíme nárůst elektronové hustoty. Po 90 minutách jsme odstranili většinu cínu z povrchu a už se žádný nový nedostával do objemu a pouze se odčerpával, či se usazoval na okolní stěny, proto zde vidíme pokles hustoty. Proto vidíme i nárůst proudu substrátem, který kopíruje vývoj elektronové hustoty.

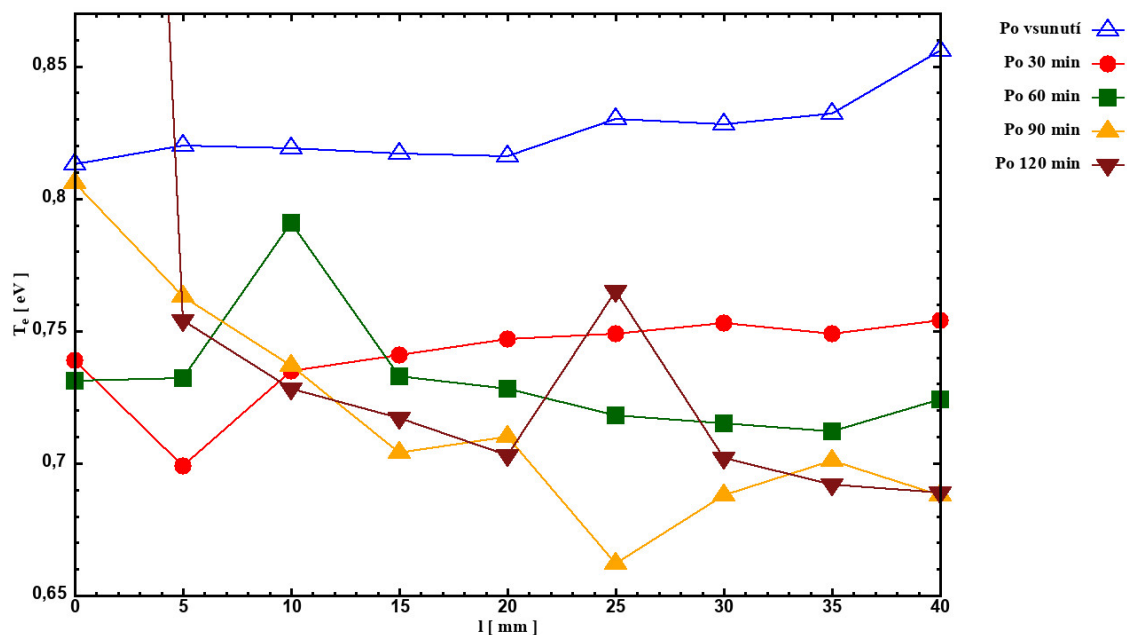


Obrázek 3.2: Časový vývoj teploty vzorků a proudu přes substrát, vertikální čáry značí čas po 30 minutách.



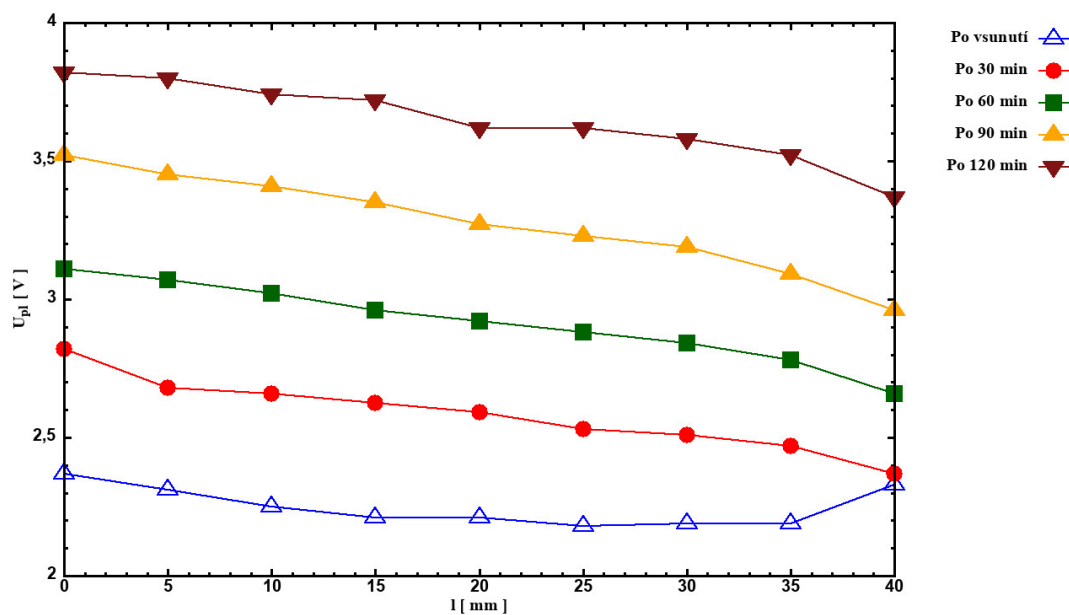
Obrázek 3.3: Elektronová hustota v závislosti na vzdálenosti od osy komory měřena každých 30 minut.

U elektronové teploty nacházíme opačný efekt, ta se s časem snižuje a v čase 90 minut má opět své minimum. Tento vývoj lze vysvětlit opět pomocí cínu v prostředí, ionizační energie argonu je 15,76 eV, pokud přivedeme do prostředí cín, který má nižší ionizační energii, pouze 7,34 eV, zmenšíme tím průměrnou energii elektronů v plazmatu, než kdyby byly pouze z čistého argonového prostředí.

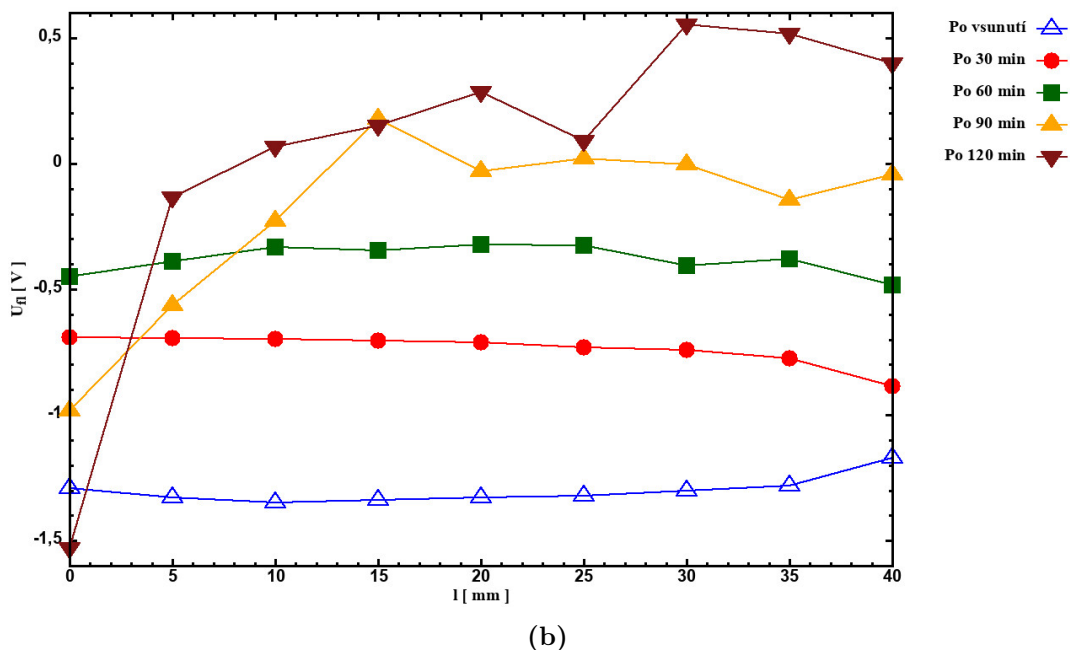


Obrázek 3.4: Elektronová teplota v závislosti na vzdálenosti od osy komory měřena každých 30 minut.

U grafu časového vývoje potenciálů, Obr. 3.5, zde už nevidíme strmý pokles hodnot jako to bylo při změření potenciálů před vložením držáku vzorků, Obr. 3.1b. Při měření s držákem dostáváme přibližně konstantní hodnoty potenciálů po celé délce měření. Toto by mohlo být způsobeno přítomností držáku, který představuje další stěnu. Tvar výboje je držákem vzorků ovlivněn a přestává být osově symetrický jako na Obr. 3.1b. Další zajímavostí je, že s časem se potenciál plazmatu, ale i plovoucí potenciál zvyšují. Ovšem tato měření už nemusí být nejpřesnější, jak lze vidět na finálních měřeních plovoucího potenciálu, z důvodu opotřebení a zanesení sondy cínem.

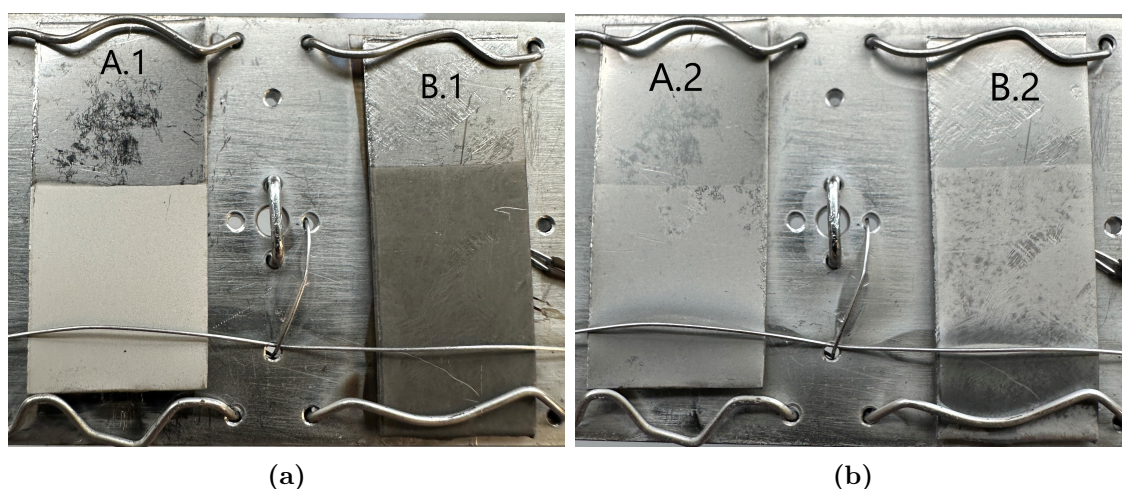


(a)



Obrázek 3.5: (a) Graf závislosti potenciálu plazmatu na vzdálenosti od osy komory měřeného každých 30 minut (b) Graf závislosti plovoucího potenciálu na vzdálenosti od osy komory měřeného každých 30 minut

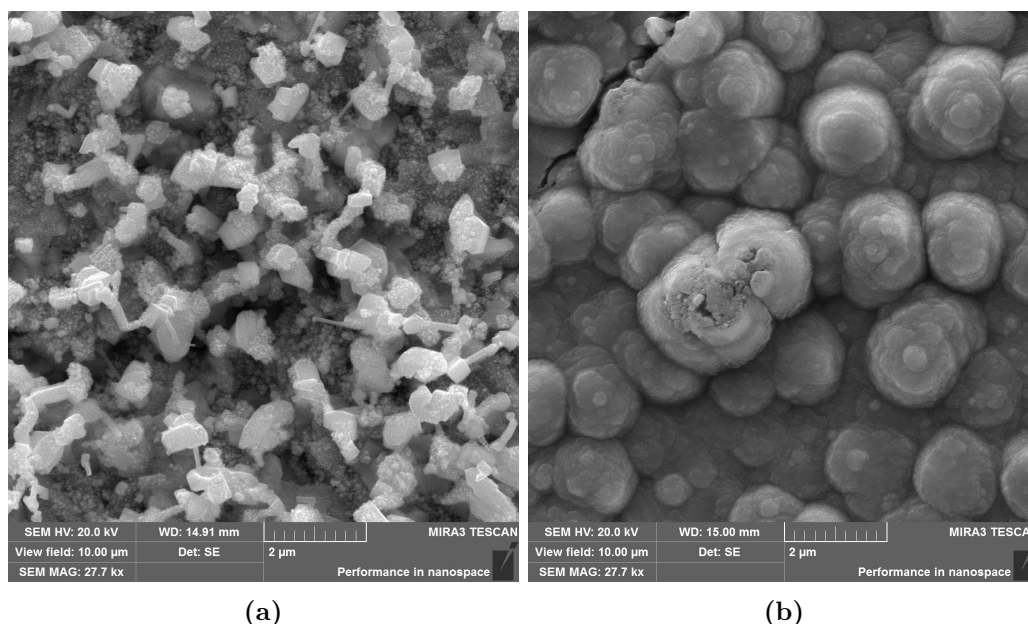
Ted se podíváme na samotnou změnu povrchu vzorků. Postupně projdeme výsledky vzorků připravených různými metodami. Nejdříve začneme studovat vzorky připravené základní metodou HiPIMS, vzorek B. Jejich fotografii před a po můžeme vidět na Obr. 3.6, ty jsou na jedné části překryty wolframovým drátkem, abychom mohli sledovat změnu, která se neodehraje interakcí s ionty, ale pouze teplotou. Jak můžeme vidět, tak na většině povrchu proběhla značná změna, opticky se povrch přiblížil ocelové podložce, ale za to se sama ocelová podložka stala matnější, to je způsobeno vytvořením lehkého povlaku cínu.



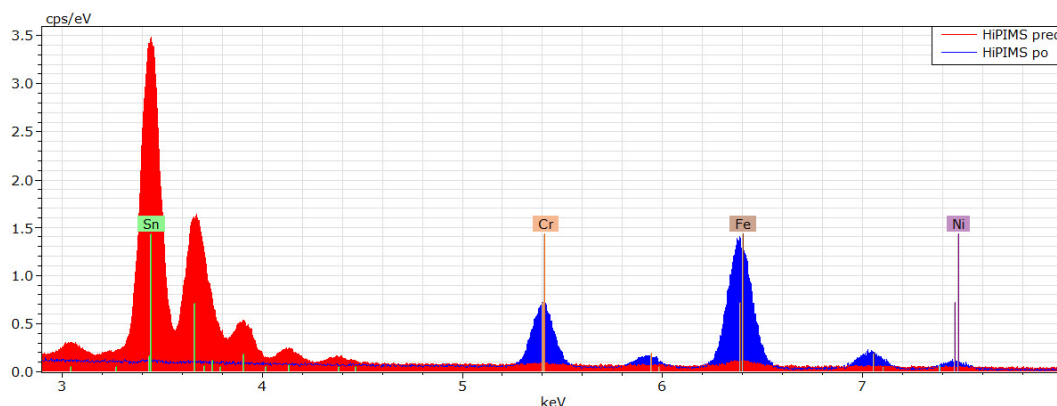
Obrázek 3.6: Fotografie vzorků v držáku před a po interakci. (a) Vzorky před interakcí, vzorek A.1 připraven metodou DC; vzorek B.1 připraven metodou HiPIMS. (b) Vzorky po interakci, vzorek A.2 připraven metodou DC; vzorek B.2 připraven metodou HiPIMS

SEM snímky tohoto povrchu nalezneme na Obr. 3.7, kde na Obr. 3.7a máme snímek povrchu připraveného HiPIMS metodou před interakcí, vidíme zde velmi

husté krystaly, které bychom čekali od HiPIMS metody, myslíme si, že takto husté krystaly jsou důvodem, proč je povrch vzorku tak tmavě zbarvený. Po interakci, Obr. 3.7b, se charakter povrchu velice změnil, zde nacházíme vliv redepozice, kdy se cín zpětně vrství na povrch a tvoří poté takovéto kopečky, v levém horním rohu vidíme i reliéf, který tvoří samotná ocelová podložka. Z EDS spektra zastoupení prvků, Obr. 3.8, vidíme, že před interakcí máme hlavní signál cínu a skoro vůbec nevidíme žádný signál podložky, která má hlavní zastoupení prvků: železa, chromu a niklu. To tedy znamená, že se svazkem nedostaneme až k oceli a můžeme usuzovat, že tloušťka vrstvy je přes $1\ \mu\text{m}$, což je přibližná hloubka zisku rentgenového záření pro toto urychlovací napětí. Ovšem po interakci vidíme, že cínový signál zcela mizí v signálu prostředí a máme zde pouze signály od podložky. Metoda EDS nám při otestování pouze jednoho kopečku ukázala malý signál cínu, tedy víme, že naše vrstvení na povrchu způsobuje cín, ovšem signál při testování větší části vzorku se ztratí. To značí, že tato vrstva způsobená redepozicí bude velmi tenká.

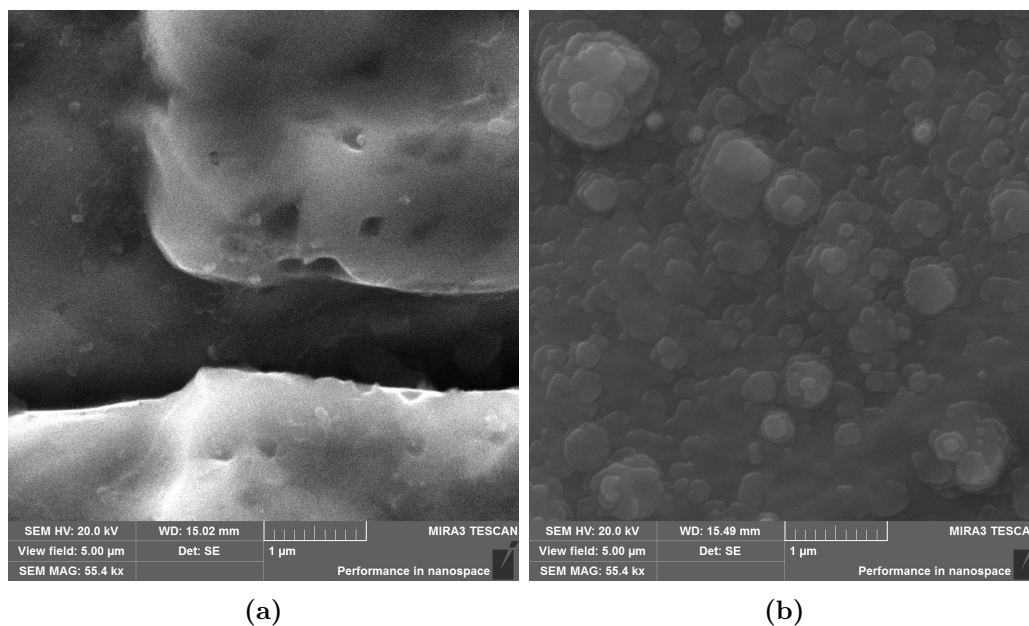


Obrázek 3.7: SEM snímky vzorku HiPIMS před a po interakci, zorné pole $10\ \mu\text{m}$; (a) Vzorek před interakcí (b) Vzorek po interakci



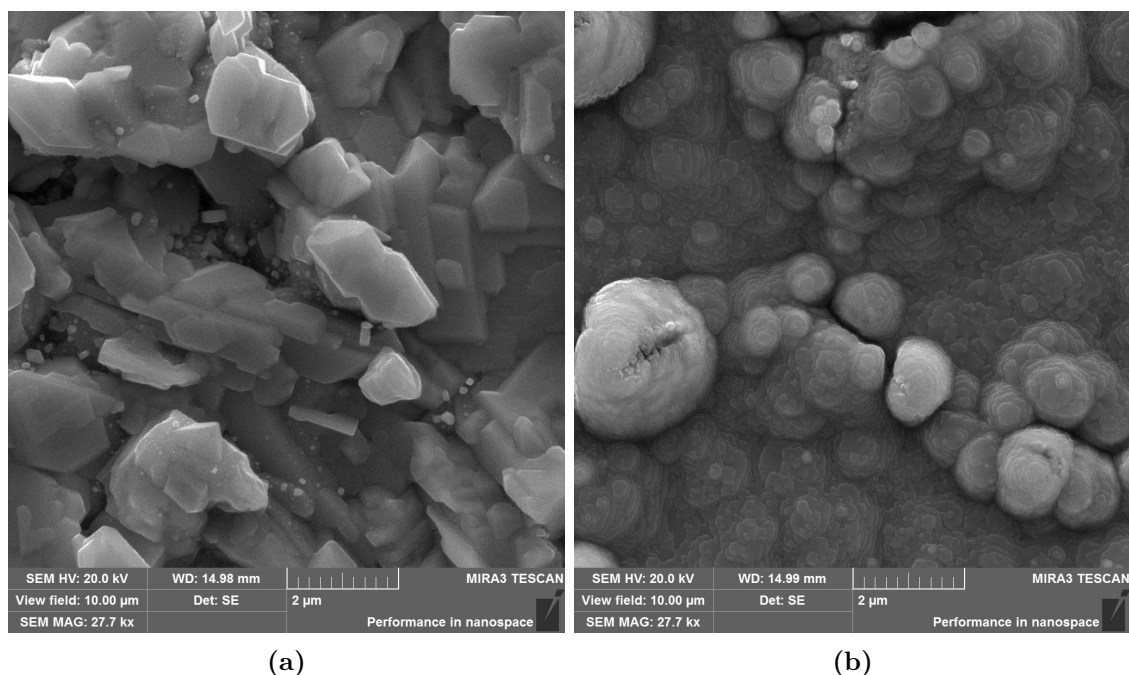
Obrázek 3.8: Spektrum prvkového zastoupení na povrchu HiPIMS vzorku změřeného pomocí metody EDS. Spektrum zahrnuje oblast velkou $500 \times 500\ \mu\text{m}$ s urychlovacím napětím el. mikroskopu 13 kV.

Samotné redepoziční vrstvení, Obr. 3.9 dokládá také vrstva cínu vzniklá na povrchu oceli, kde před interakcí nebyl žádný cín a byly vidět pouze šupiny oceli. Po interakci se objevuje podobné vrstvení jako u původního cínového povrchu. Velice zajímavé je, že po interakci přestávají být ostře viditelné přechody jednotlivých šupin, jako je na Obr. 3.9a, ale vidíme pouze jemné obrysy těchto přechodů.

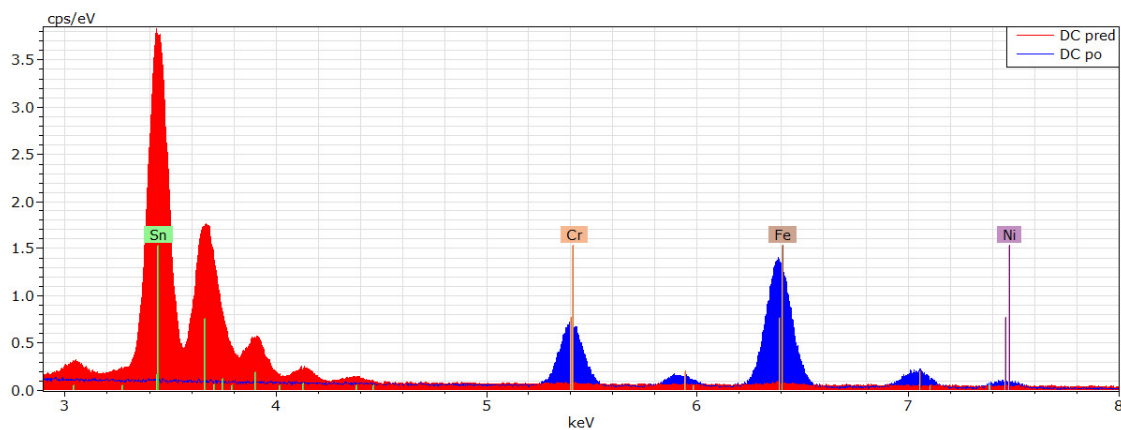


Obrázek 3.9: SEM snímky ocelové části HiPIMS vzorku před a po interakci s plazmatem. Zorné pole $5 \mu\text{m}$.

Další vzorky, na které se podíváme, jsou vzorky připravené pomocí metody DC, jejich vizuální změnu lze najít na Obr. 3.6, vzorek A. Zde lze vidět, že cínová vrstva zmizela skoro celá a už vidíme pouze její obrys. Zde opět vidíme účinek redepozice cínu, kdy se kovový povrch oceli změnil na matný. SEM snímky povrchu nalezneme na Obr. 3.10, na snímku 3.10a lze vidět klasické DC naprašování, kdy se tvoří velké krystaly cínu, až o průměru $5 \mu\text{m}$, kdežto u HiPIMS vzorku se běžný krystal pohybuje do velikosti $1 \mu\text{m}$. Tyto krystaly jsou velmi pravidelné s ostrými úhly. Po interakci, snímek 3.10b, vidíme podobnou změnu povrchu jako u HiPIMS vzorku. Opět zde máme vrstvení cínu při jeho redepozici s tvorbou kopečků. Navíc na tomto snímku můžeme vidět, jak se chová redepozice u přechodu šupin oceli. Z těchto snímku bychom tedy mohli usoudit, že nezávisí na tom, jak byl povrch připraven, protože výsledek interakce bude velmi podobný. U EDS spektra, Obr. 3.13, opět vidíme dominantní signál cínu před interakcí se zanedbatelným signálem od podložky, můžeme si také všimnout, že tento signál je silnější, než signál u HiPIMS vzorku. Po interakci s plazmatem opět vidíme úplné vymizení signálu cínu a nárůst signálu od podložky, tedy opět jsme se zbavili většiny vrstvy.

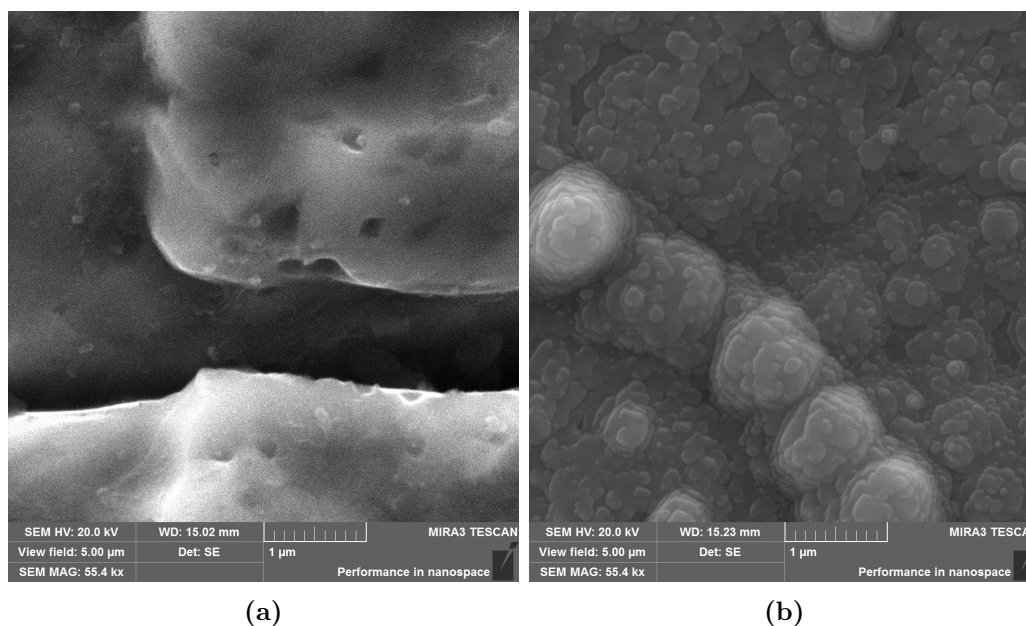


Obrázek 3.10: SEM snímky vzorku DC před a po interakci, zorné pole $10\ \mu\text{m}$; (a) Vzorek před interakcí (b) Vzorek po interakci

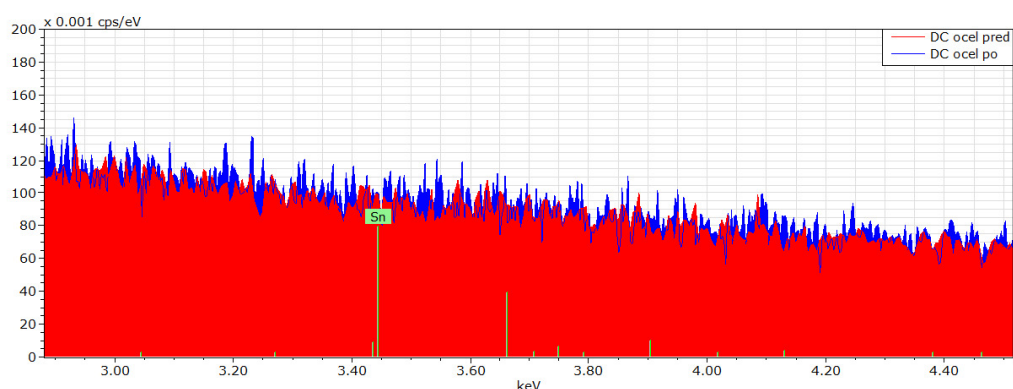


Obrázek 3.11: Spektrum prvkového zastoupení na povrchu DC vzorku změřeného pomocí metody EDS. Spektrum zahrnuje oblast velkou $500 \times 500\ \mu\text{m}$ s urychlovacím napětím el. mikroskopu 13 kV.

Opět se nám zde objevuje redepozice na ocelové části vzorku, což už předestírala fotografie vzorků na držáku, i když na první pohled to vypadá, že je povrch hustě povlečen vrstvou cínu, opak je pravdou, EDS spektrum, Obr. 3.13, nám totiž ukazuje, že cínový pík je podobný jako když jsme toto spektrum změřili od čisté ocelové podložky. To tedy musí znamenat, že tato vrstva musí být velmi zanedbatelné tloušťky oproti tloušťce ocelové podložky.

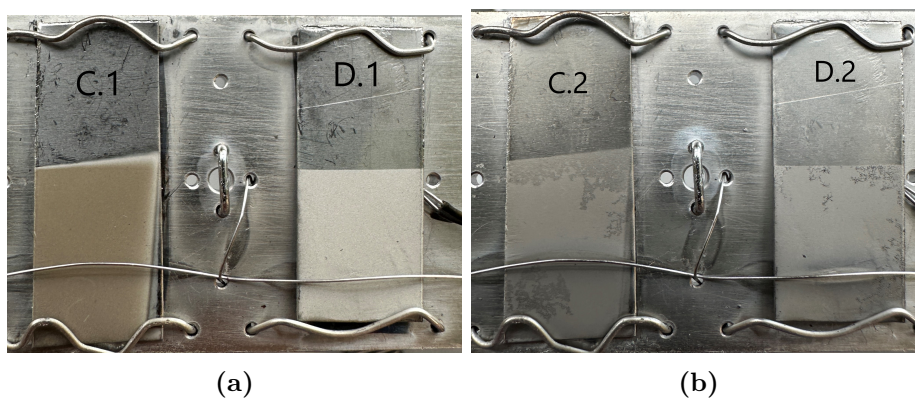


Obrázek 3.12: SEM snímky ocelové části DC vzorku před a po interakci s plazmatem. Zorné pole $5\ \mu\text{m}$.

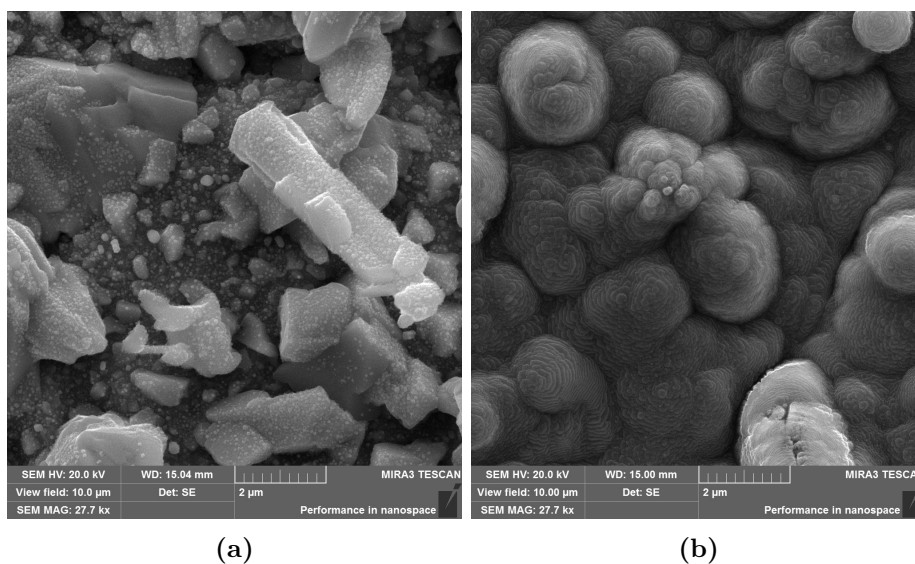


Obrázek 3.13: Spektrum prvkového zastoupení ocelové části DC vzorku změřeno pomocí metody EDS. Spektrum zahrnuje oblast velkou $500 \times 500\ \mu\text{m}$ s urychlovacím napětím el. mikroskopu 13 kV.

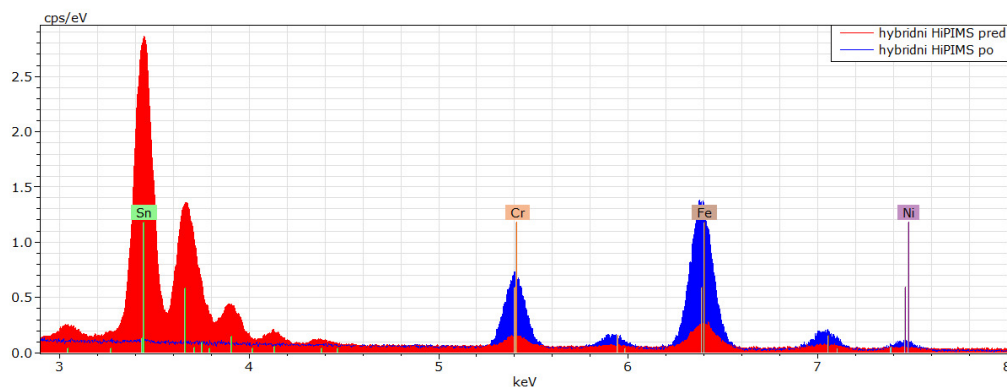
Poslední vzorky, které nám zbývají jsou od hybridní HiPIMS metody. Fotografie tohoto vzorku jsou na Obr. 3.14, vzorek C, na kterých po interakci s plazmatem vidíme opět vymizení vrstvy s matnější ocelovou částí. Jejich povrch před interakcí, Obr. 3.15a, má podobnou krystalovou strukturu, jako u vzorků z DC metody a HiPIMS metody. Krystaly na povrchu netvoří pouze ostré a pravidelné krystaly, ale občas se vyskytne i krystal, který je zkroucený a spíše připomíná krystaly metody HiPIMS. Po interakci, Obr. 3.15b, už ovšem máme znova stejnou změnu povrchu jako u předchozích dvou metod. To nás ještě více utvrzuje v tom, že nezávisí na metodě přípravy povrchu, pouze na parametrech výboje. Při pohledu na spektrum získané ze vzorku připraveného hybridní HiPIMS metodou, Obr. 3.16, zde můžeme najít, že vrstva před interakcí byla tenčí, než u ostatních metod, neboť zde ve spektru nacházíme přítomné píky ocelové podložky i před interakcí. Po interakci už zde vidíme velmi podobné spektrum, jako u ostatních, již diskutovaných vzorků, kdy cínový pík zmizí a objevuje se zde silnější signál od podložky.



Obrázek 3.14: Fotografie vzorků v držáku před a po interakci. (a) Vzorky před interakcí, vzorek C.1 připraven metodou hybridní HiPIMS; vzorek D.1 připraven metodou DC. (b) Vzorky po interakci, vzorek C.2 připraven metodou hybridní HiPIMS; vzorek D.2 připraven metodou DC

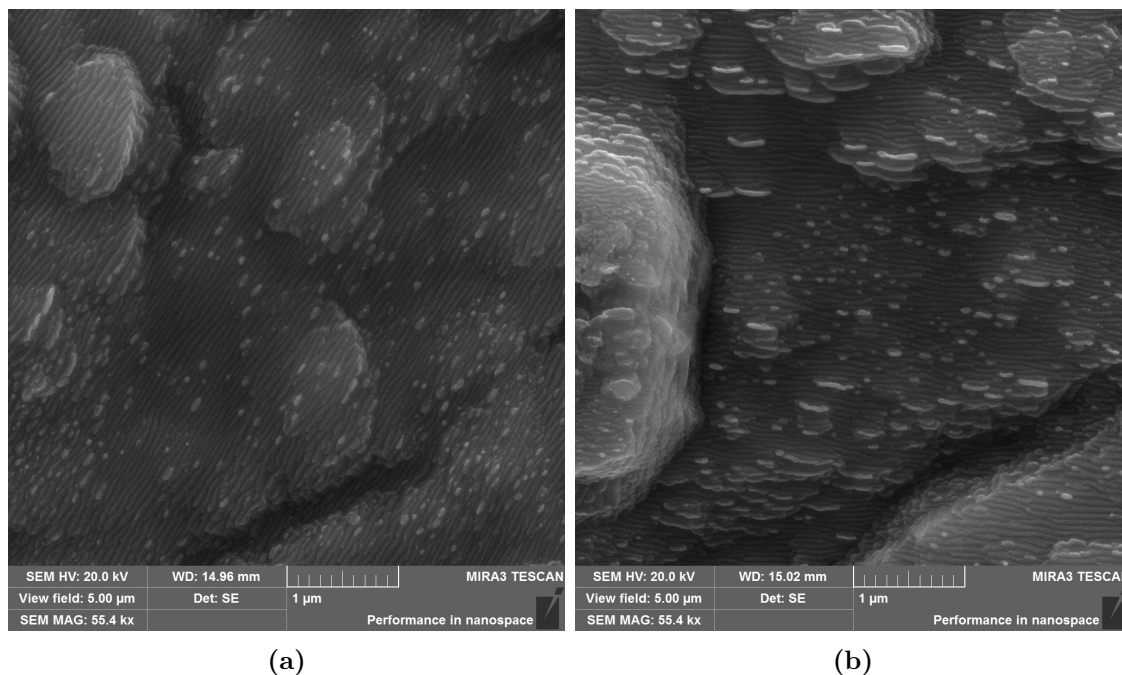


Obrázek 3.15: SEM snímky vzorku hybridního HiPIMS před a po interakci, zorné pole $10\ \mu\text{m}$; (a) Vzorek před interakcí (b) Vzorek po interakci



Obrázek 3.16: Spektrum prvkového zastoupení na povrchu hybridního HiPIMS vzorku změřeného pomocí metody EDS. Spektrum zahrnuje oblast velkou $500 \times 500\ \mu\text{m}$ s urychlovacím napětím el. mikroskopu 13 kV.

Velmi zajímavý výsledek interakce vznikl pod zakrytou částí vzorku pomocí wolframového drátku, Obr. 3.17, kde nalezneme vytvoření jakýchsi kanálek, které jdou napříč celým vzorkem ve směru, jak byl přikryt povrch pomocí drátku. Nedokážeme vysvětlit, jaký mechanismus stojí, za tvorbou takto dokonale paralelních kanálek, jejich objevení na vzorcích pro nás bylo velké překvapení, nejzásadnější je, že se tyto kanálky objevovaly na všech vzorcích z těchto dvou experimentů, tedy tento mechanismus není náhodný, ale dá se replikovat.



Obrázek 3.17: SEM snímky vzorku pod zakrytou částí pomocí drátku, zorné pole $5\ \mu\text{m}$; (a) DC vzorek (b) Hybridní HiPIMS vzorek

Nebylo by špatné znát tloušťku vrstvy, kterou jsme odebrali z povrchu, poté by se mohla vypočítat rychlost odstraňování cínové vrstvy, bohužel ji nedokážeme přesně změřit. Pokoušeli jsme se ji změřit pomocí metody AFM (mikroskopie atomárních sil), ale neměli jsme ostře definovanou hranu a moc hrubý povrch a nedostávali jsme z měření použitelné výsledky, proto jsme se vydali cestou hrubého odhadu pomocí úbytku hmotnosti vzorku. Základní myšlenka za zvážení byla takové, že jsme z EDS spekter věděli, že jsme odstranili většinu cínové vrstvy, mohli jsme tedy předpokládat, že naměřená tloušťka odstraněné cínové vrstvy byla celková tloušťka připravené cínové vrstvy

Provedli jsme měření před a po interakci a vyšlo nám, že pro tyto dva experimenty ztratily vzorky připravené HiPIMS metodou po interakci $2,61\ \text{mg}$ váhy, což odpovídalo celkové odebrané cínové vrstvě o tloušťce necelé $2\ \mu\text{m}$. U DC metody byl úbytek $4,15\ \text{mg}$, čemuž odpovídala odebraná cínová vrstva o tloušťce $3,67\ \mu\text{m}$, a u hybridní HiPIMS máme úbytek $3,39\ \text{mg}$, čemuž odpovídala odebraná vrstva $2,73\ \mu\text{m}$. To dokazuje i to, že HiPIMS metoda při stejném průměrném výkonu a depozičním čase vytvoří tenčí vrstvu než DC metoda.

3.2.1 Vliv interakce a vypařování

Pro ověření těchto vlivů jsme vzali dva vzorky ze stejné pozice z hybridní HiPIMS metody. Při experimentu s plazmatem jsme ze změřených hodnot teploty vzorků zjistili, že plazma interagovalo s povrchem s teplotou vyšší, než je teplota tání cínu po dobu 45 minut. Rozhodli jsme se tedy pro ověření rozdílu těchto dvou interakcí zahřát vzorek nad teplotu tání cínu a poté 45 minut ho nechat ve vakuu se stejnými parametry jako u experimentu s plazmatem, ovšem bez zapálení samotného výboje. Zahřívání vzorku jsme zajistili pomocí dopadajícího výkonu záření ze žhavené katody. Pokud byla katoda ve stejné pozici jako při experimentech s výbojem, tj. ve vzdálenosti cca 65 mm od držáku vzorků, dopadalo na povrch vzorků přibližně 5% celkového vyzářeného výkonu z katody. To se při experimentu bez zažehnutého výboje ukázalo jako nedostatečný ohřev, dokázali jsme se dostat pouze na teplotu 210 °C. Museli jsme tedy přiblížit žhavenou katodu blíže ke vzorku, na vzdálenost zhruba 25 mm, aby na jeho povrch dopadalo přibližně 15% celkového vyzářeného výkonu. Tato vzdálenost už byla dostatečná na to, abychom zahřáli vzorek na teplotu 250 °C.

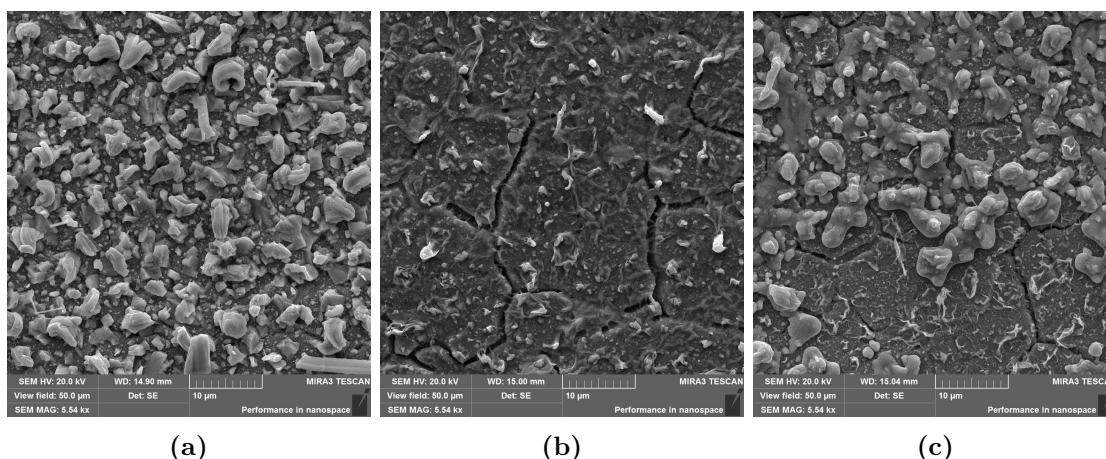
Už samotné SEM snímky nám naznačují, že samotná interakce bude hrát hlavní roli při odstraňování cínové vrstvy vzorků, pokud je vzorek zahřát na teplotu poněkud vyšší, než je teplota tání cínu. Na Obr. 3.18a máme samotný vzorek před interakcí, jedná se o druhou pozici, nachází se na něm velké množství krystalů cínu, které pokrývají celý povrch bez toho, aby prosvítala samotná podložka. Po interakci s plazmatem, Obr. 3.18b, zde už nenacházíme žádné původní krystaly, pouze jejich pozůstatky, velká část cínu zmizela z povrchu a prosvítají nám samotné šupiny oceli. U vzorku, který jsme pouze zahřáli nad teplotu tání cínu, Obr. 3.18c, si značná část povrchu zachovává tvary původních krystalů, s občasnými poli, které připomínají interakční vzorek, část krystalů se jenom roztavila, ale neodpařila.

Ze SEM snímku by to mohlo vypadat, že nebude zas tak velký rozdíl mezi odpařováním a interakcí, ovšem při pohledu na EDS spektra, Obr. 3.19, zjistíme, že u povrchu při interakci s plazmatem se velmi mění jeho spektrum, cínový signál je přibližně poloviční a narůstají signály od ocelové podložky. Tuto změnu ovšem nenacházíme u cínového povrchu vzorku při pouhém odpařování, jeho EDS spektrum je skoro bez změny a ukazuje nám na to, že většina cínu zůstala na samotném povrchu a skoro žádný se neodpařil.

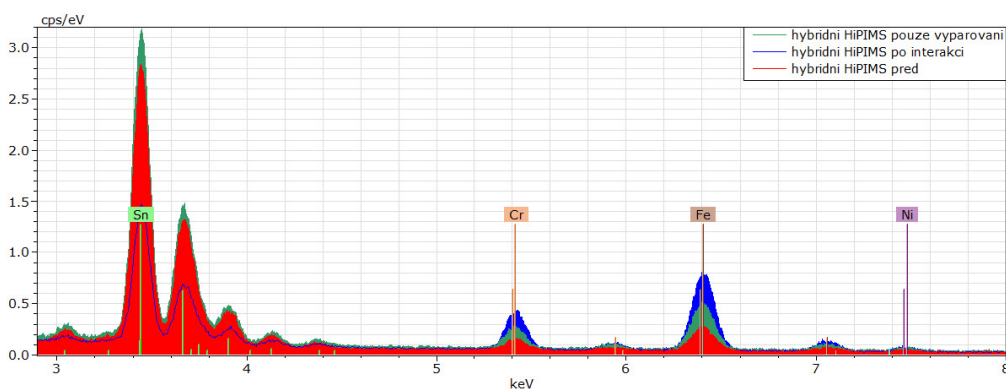
Z těchto výsledků můžeme tedy usuzovat, že samotná interakce s plazmatem hraje hlavní roli při odstraňování cínu z povrchu při teplotách blízkých teplotě tání cínu a vliv odpařování je zanedbatelný.

3.2.2 Ostatní parametry ovlivňující interakci

Většinu experimentů jsme dělali s průtokem argonu 180 sccm, chtěli jsme tedy otestovat, jestli při změně hodnoty průtoku, ale zachování ostatních parametrů, hlavně tlaku, nastane nějaká změna. Naše hlavní myšlenka za tímto experimentem byla změna rychlosti výměny částic v objemu. Pokud bychom měli velký přítok plynu a kvůli tomu i velkou čerpací rychlost, abychom udrželi stejný tlak jako v ostatních experimentech, tak by mohly mít částice pracovního plynu takovou rychlost směrem k vývěvě, že by mohly strhávat s sebou atomy cínu, které se budou nacházet v oblaku nad vzorky. Naše komora byla čerpána pomocí turbomolekulární vývěvy přes šoupátkový ventil (gate valve), uzavíráním tohoto ventilu jsme mohli zmenšovat



Obrázek 3.18: SEM snímky vzorku hybridního HiPIMS před, po interakci a po odpařování po dobu 45 minut, zorné pole $50 \mu\text{m}$; (a) Vzorek před interakcí (b) Vzorek po interakci (c) Vzorek po experimentu odpařování



Obrázek 3.19: Spektrum prvkového zastoupení na povrchu hybridního HiPIMS vzorku změřeného pomocí metody EDS. Spektrum zahrnuje oblast velkou $500 \times 500 \mu\text{m}$ s urychlovacím napětím el. mikroskopu 13 kV.

celkovou čerpací rychlost.

Chtěli jsme tedy vyzkoušet experimenty při polovičním a dvojnásobném průtoku, oproti běžné hodnotě, u průtoku 90 sccm jsme neměli žádný problém a šoupátkový ventil byl skoro zavřený, abychom udrželi tlak okolo 1,5 Pa. Bohužel při pokusu o dvojnásobný průtok jsme narazili na limit vývěvy, ta nedokázala odčerpávat dostatečně rychle, abychom zachovali stejný tlak, mezní průtok pro naši aparaturu byl okolo 230 sccm při plně otevřeném šoupátkovém ventilu.

Výsledky po hodinové interakci s plazmatem těchto dvou experimentů ovšem neukázaly na žádný zásadní rozdíl při interakci, SEM snímky i EDS spektra vzorků byly velmi podobné. Jediný rozdíl při experimentu byla rychlost ohřevu, kdy se vzorek ohřál nad teplotu tání cínu, to u experimentu s průtokem 90 sccm trvalo 50 minut, kdežto u průtoku 230 sccm to trvalo pouze 30 minut. Další změna je hodnota teploty, na které se vzorek při jinak stejných experimentálních podmínkách ustálil, při průtoku 230 sccm byla o $10 \text{ }^\circ\text{C}$ vyšší, než u průtoku 90 sccm. Tento zajímavý výsledek vysvětlujeme tím, že při vyšším průtoku je proud plynu z katody na vzorek lépe fokusovaný a teplo ze žhavého drátku katody se na vzorek lépe přenáší.

Tedy vyšší průtok by mohl pouze lehce urychlovat odstraňování cínu z povrchu,

kteřá by se ovšem projevila při delším experimentu s větší tloušťkou vrstvy.

To nás tedy přivádí na parametr času. My jsme zkoušeli dva různé časy interakce, hodinový a dvouhodinový. U hodinových experimentů jsme dostávali velmi rozdílné výsledky experiment od experimentu, které závisely na přesném nastavení ostatních parametrů. Nikdy se nám nepodařili najít parametry, kdy by se nám při hodinovém experimentu povedlo odstranit většinu cínu z povrchu, také jsme zde často neviděli efekty redepozice jako u dvouhodinových experimentů, to bylo nejvíce znát na ocelové podložce. Ze změřených parametrů plazmatu při dvouhodinových experimentech, Graf 3.3, nám vychází, že pro odstranění většiny cínu z povrchu je potřeba minimálně hodina a půl interakce s plazmatem v použitých experimentálních podmínkách.

Závěr

V rámci této bakalářské práce byly připraveny tenké vrstvy na ocelovém substrátu pomocí tří různých metod magnetronového naprašování. Jmenovitě DC, HiPIMS a hybridní HiPIMS metodou. Při jejich prvotní analýze na rastrovacím elektronovém mikroskopu jsme zjistili, že povrch připravený DC metodou je tvořen velkými pravidelnými krystaly o přibližné velikosti $5 \mu\text{m}$, kdežto povrch připravený HiPIMS metodou byl tvořen menšími, méně pravidelnějšími krystaly o velikosti $1 \mu\text{m}$. Povrch připravený pomocí poslední metody byl tvořen podobnými krystaly jako u obou předešlých metod s přibližnou velikostí okolo $2 \mu\text{m}$.

Změřením parametrů plazmatu v experimentu použitého argonového výboje jsme zjistili, že námi používané plazma pro interakci mělo elektronovou teplotu okolo $0,9 \text{ eV}$ a jeho elektronová hustota se pohybovala v řádu 10^{17} m^{-3} . Při samotné interakci se elektronová hustota s postupem času zvyšovala, což bylo způsobeno zvyšující se koncentrací odstraněného cínu z povrchu. Elektronová teplota oproti tomu se zmenšovala s časem.

Interakce cínové vrstvy s plazmatem způsobila skoro většinové odstranění připravené tenké vrstvy cínu, což bylo vidět, jak na samotných fotografiích vzorků před a po interakci, ale i na snímcích z elektronového mikroskopu, na kterých jsme našli efekt redepozice cínu, který způsobuje vrstvení velmi malých vrstev cínu do kopečků. Analýza těchto vzorků pomocí EDS ovšem ukázala, že tloušťka těchto redepozicičních vrstev je zanedbatelná, neboť jejich signál je nerozeznatelný od signálu z ocelového substrátu. Tato redepozice se objevila i na části ocelové podložky, kde před interakcí s plazmatem žádný cín nebyl, kde z EDS analýzy vychází, že tato vrstva má z hlediska této metody zanedbatelnou tloušťku, neboť dostáváme stejné signály od ocelové podložky před i po interakci. Ukázalo se také, že v podstatě nezáleželo na metodě přípravy tenké vrstvy, neboť interakce všech tří metod skončila s téměř nerozeznatelnými výsledky.

Dále jsme sledovali, jaký vliv má interakce s plazmatem v porovnání s pouhým odpařováním. Zjistili jsme, že samotná interakce s plazmatem má majoritní vliv na odstraňování cínu, kdežto odpařování cínu je při teplotách blízkých teplotě tání cínu téměř zanedbatelné. Jako další parametr jsme otestovali vliv průtoku argonu, u kterého jsme neshledali žádný zásadní podstatný rozdíl na výsledek interakce. Dalším otestovaným parametrem byl čas samotné interakce, kdy u hodinové interakce se nám podařilo odstranit pouze část cínu z povrchu, kdežto u dvouhodinové jsme odstranili jeho většinu.

Bibliografie

1. CHEN, Francis F. *Úvod do fyziky plazmatu*. Academia, 1984. Překlad Karel Rohlena.
2. PAUL K. CHU, XinPei LU (ed.). *Low Temperature Plasma Technology*. Taylor & Francis Group, 2014. ISBN: 13:978-1-4665-0991-7.
3. JIŘÍ KRACÍK CSC., Doc. inž. *Elektrické výboje*. Státní nakladatelství technické literatury, 1964.
4. BESSIS B., Messaad M. & Khoriez H. Study of electron emission at the cathode in an arc discharge. *Electrical Engineering*. 2018, roč. 100, s. 2737–2742.
5. WOLF, Bernhard. *Handbook of ion sources*. CRC Press, 1995. ISBN 0849325021.
6. SMITHELLS, C. J. *Metals Reference Book*. Sv. Vol III. Butterworths, 1967.
7. RNDR. PETR BARTOŠ, Ph.D. *Nízkoteplotní plazma a jeho využití v oblasti technologií povrchových úprav materiálů* [České vysoké učení technické v Praze Fakulta strojní]. [B.r.].
8. KUCSEROVÁ, Bc. Aneta. *Příprava a charakterizace vrstev deponovaných metodou plazmové polymerace na bázi 2-ethyl-2-oxazolinu*. 2020. Dipl. pr. Fakulta chemická, Vysoké učení technické v Brně.
9. TUREK, Bc. Zdeněk. *Diagnostika technologického plazmatu*. 2020. Dipl. pr. Matematicko-Fyzikální fakulta, Univerzita Karlova.
10. SUDIT, Isaac D.; WOODS, R. Claude. A study of the accuracy of various Langmuir probe theories. *Journal of Applied Physics*. 1994, roč. 76, č. 8, s. 4488–4498. ISSN 0021-8979. Dostupné z DOI: 10.1063/1.357280.
11. KLUSOŇ, Jan. *Impulsní plazmatické systémy*. 2013. Dis. pr. Matematicko-Fyzikální fakulta, Univerzita Karlova.
12. GODYAK, V. A.; ALEXANDROVICH, B. M. Comparative analyses of plasma probe diagnostics techniques. *Journal of Applied Physics*. 2015, roč. 118, č. 23, s. 233302.
13. HANUSOVÁ, Jana. *Vyvážené a nevyvážené magnetické pole pro průmyslový depoziční reaktor Alcatel SCM 650*. 2009. Bakalářská práce. Masarykova univerzita, Přírodovědecká fakulta.
14. BÖHLMARK, Johan. *Fundamentals of High Power Impulse Magnetron Sputtering*. 2005. Dis. pr. Linköping University, Institute of technology.
15. A. KAPRAN Z. Hubička, M. Tichý. Diagnostics of Reactive HiPIMS Discharge Assisted by ECWR Plasma. *WDS'21 Proceedings of Contributed Papers — Physics*. 2021.

16. OLESHKO, Vladimir; GIJBELS, Renaat; AMELINCKX, Severin. Electron Microscopy, Nanoscopy and Scanning Micro-and Nanoanalysis. In: 2012. ISBN Online ISBN 978047002738. Dostupné z DOI: 10.1002/9780470027318.a2506.pub2.
17. JANG, Jejin; ZHU, Helin; MOK, Hyung-Soo. Filament X-ray Tube Current Control Method Using Indirect Filament Temperature Estimation. *Applied Sciences*. 2021, roč. 11, s. 10588. Dostupné z DOI: 10.3390/app112210588.