



Univerzita Komenského v Bratislave
Fakulta matematiky, fyziky a informatiky



Matej Klas

Autoreferát dizertačnej práce

Mikrovýboje - DC prierazné napätia plynov na
mikrometrových vzdialenostiach

na získanie akademického titulu philosophiae doctor

v odbore doktorandského štúdia: 4.1.6 Fyzika Plazmy

Bratislava 2011

**Dizertačná práca bola vypracovaná v dennej forme doktorandského štúdia
Na katedre experimentálnej fyziky**

Predkladateľ: RNDr. Matej Klas
Katedra experimentálnej fyziky
Mlynská dolina F2
842 48 Bratislava

Školiteľ: **prof. Dr. Štefan Matejčík, DrSc**
Katedra experimentálnej fyziky
Mlynská dolina F2
842 48 Bratislava

Oponenti: **prof. RNDr. Vratislav Kapička, DrSc**
Masarykova Univerzita - Ústav fyzikální elektroniky
pav. 06/02029 Kotlářská 267/2
Veveří, Brno, Česká republika
doc. RNDr. František Krčma, Ph.D.
Fakulta chemická - Ústav fyzikální a spotřební chemie
Purkyňova 118, Královo Pole, 61200
Brno, Česká republika
doc. Ing. Pavel Mach, CSc.
Univerzita Komenského Fakulta matematiky, fyziky a informatiky.
Mlynska dolina F1
842 48 Bratislava

**Obhajoba dizertačnej práce sa koná o h
pred komisiou pre obhajobu dizertačnej práce v odbore doktorandského štúdia vymenovanou
predsedom odborovej komisie**

**4.1.6 Fyzika plazmy na Univerzite Komenského Fakulta matematiky, fyziky a informatiky.
Mlynská dolina F2, 842 48 Bratislava**

Predseda odborovej komisie:

.....

Obsah

1 Úvod.....	4
2 Paschenov zákon.....	5
3 Ciele práce: Overenie platnosti Paschenovho zákona v mikrometrových vzdialenostiach.....	7
4 Experimentálna časť	9
4.1 Popis Aparatúry – Meranie Paschenovej krivky mikrovýbojov ..	9
4.2 Elektródy.....	10
5 Výsledky	12
5.1 Bručov profil elektród	12
5.2 Molybdénové elektródy zaliate do skla - Zhrnutie výsledkov štúdia Paschenových kriviek mikrovýbojov	13
6 Záver	16
7 Summary	17
8 Zoznam použitej literatúry.....	17
9 Zoznam prác autora	18

1 Úvod

Ako je známe, netermálna - nízkoteplotná plazma pri atmosférickom tlaku má široké využitie v mnohých oblastiach vedy a priemyslu (UV zdroje, aktivácia povrchov, dezinfekcia, tvorba O_3 a mnoho iných) [1-9]. V súčasnosti sa na generáciu plazmy pri vysokom tlaku najčastejšie používajú DBD zdroje [10], plazmové facke [11], korónové výboje a iné [12]. Nevýhodou týchto zdrojov je, že generovaná plazma je spravidla nehomogénna a tiež potreba vysokonapäťových zdrojov. Vzďialenosť elektród na úrovni niekoľkých centimetrov, či milimetrov a vysoký tlak spôsobuje, že zápalné napätie výboja sa pohybuje na úrovni kilovoltov pri DBD výbojoch až niekoľko desiatok kilovoltov.

Ako sa ukázalo v posledných rokoch, alternatívu k týmto makroskopickým výbojom sú mikrovýboje. Mikrovýboje so vzdialenosťami elektród na úrovni niekoľkých mikrometrov spadajú pri vysokých tlakoch do oblasti minima Paschenových kriviek a spolu so špecifickými procesmi zapálenia výboja znižujú zápalné napätia až na úroveň len niekoľko desiatok voltov na mikrometer [13-15]. Závislosť zápalného napätia plynu U_b od súčinu tlaku a vzdialenosti $p \cdot d$ sa nazýva Paschenov zákon [16] a patrí k základným zákonom podobnosti v oblasti výbojov v plynch. Paschenov zákon možno veľmi dobre aplikovať pre vzdialenosti elektród v rozsahu mm až cm pre rôzne plyny pri nízkych tlakoch.

V 50. rokoch 19. stor. však pokusy Boyla a Kisliuka [17] ukázali, že Paschenov zákon pri malých vzdialenostiach elektród neplatí. Je to v dôsledku toho, že Paschen pri svojich úvahách nezapočítal vplyv autoemisie elektrónov, či iónmi zosilnenú emisiu poľom, ktorá sa začína prejavovať pri vysokých elektrických poliach. Napriek obrovskému záujmu o mikrovýboje za posledné roky je problematika platnosti Paschenovho zákona pri mikrometrových vzdialenostiach elektród stále malo preskúmaná. V literatúre nájdeme články venované konfigurácii elektród hrot-rovina, koplanárnych či sféra-rovina [18-25]. Tieto konfigurácie majú však obmedzenia a nedajú sa použiť na meranie ľavej strany minima Paschenovej krivky.

V tejto práci sme si dali za úlohu zmerať Paschenové krivky pri mikrovzdialenostiach od oblasti nízkych tlakov až po atmosférický tlak. Na tento účel bola skonštruovaná technicky náročná aparátúra s konfiguráciou elektród dvoch plan-paralelných dosiek. Táto

aparátúra umožňuje merať zápalné napätia pre rôzne plyny a rôzne tlaky a vzdialenosti elektród od 1 mikrometra až po 1mm. V práci sú prezentované výsledky pre inertné plyny Hélium, Argón ale aj Kyslík, Vodík, Dusík, zmesi týchto plynov či synteticky, suchý a okolitý vzduch. Ak poznáme prvý Townsendov koeficient, ako neskôr ukážeme, môžeme určiť aj efektívny koeficient sekundárnej emisie z elektródy. Efektívny koeficient sekundárnej emisie charakterizuje počet uvoľnených elektrónov na jeden dopadajúci ión a je veľmi dôležitý pri modelovaní všetkých typoch výbojov. Skúmanie mikrovýbojov tiež prispieva k poznaniu zákonov škálovania v oblasti výbojov a plazmy. Okrem skúmania mikrovýbojov v homogénnom poli sa v tejto práci zaoberáme aj mikrokapilárnym výbojom. Mikrokapilárny výboj vzniká medzi veľmi tenkou kovovou kapilárou predstavujúcou katódu a mriežkou predstavujúcou anódu. Tento typ mikrovýboja má potenciál na mnoho aplikácií pretože kombinuje výhody mikroductinového efektu a možnosti generovania výboja v prietokovom režime. V tejto práci sa zameriavame na aplikáciu -depozície semidiamantových vrstiev.

2 Paschenov zákon

Paschenov zákon patrí medzi základne zákony vo fyzike elektrických výbojov a plazmy. Popisuje závislosť medzi zápalným napätím výboja U_b , tlakom p vo výbojke a vzdialenosťou elektród d . Bol objavený F. Paschenom v 1889 [26] keď pri pokusoch so sklenenými trubicami pri nízkych tlakoch zistil, že zápalné napätie sa nemení ak súčin tlaku a vzdialenosti pd bude tiež konštantný. Paschenov zákon odvodíme z Townsendovej teórie, ktorá okrem iného hovorí, že výboj prejde do samostatného režimu ak bude splnená podmienka :

$$\gamma[\exp(\alpha d) - 1] = 1 \quad (1)$$

Pre praktické účely nás zaujíma hodnota napätia na elektródach a tá je skrytá v 1. Townsendovom koeficiente. Prvý Townsendov koeficient sa určuje experimentálne a následne aproximuje cez poloempirický vzťah [27]

$$\frac{\alpha}{p} = A \exp\left(-\frac{Bp}{|E|}\right) \quad (2)$$

α je prvý Townsendov koeficient A a B sú konštanty pre plyny platný v určitom intervale

Po dosadení a vyjadrení $E=U/pd$ dostaneme Paschenov zákon v tvare

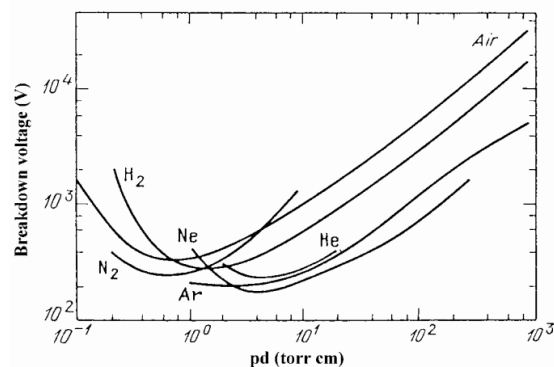
$$V_b = \frac{Bp_0d}{\ln(Ap_0d) - \ln[\ln(1 + 1/\gamma)]} \quad (3)$$

pričom B a A sú koeficienty závislé na plyne, γ je druhý Townsendov koeficient

Plyn	A [cm ⁻¹ Torr ⁻¹]	B [Vcm ⁻¹ Torr ⁻¹]	oblasť $ E /p_0$ [Vcm ⁻¹ Torr ⁻¹]
He	3	34	20 – 150
Ne	4	100	100 – 400
Ar	14	180	100 – 600
Kr	17	240	100 – 1000
Xe	26	350	200 – 800
vzduch	15	365	100 – 800
H ₂	5	130	150 – 600
N ₂	12	342	100 – 600
CO ₂	20	466	500 – 1000
H ₂ O	13	290	150 – 1000
Hg	20	370	200 – 600

Tab. 1 Koeficienty B,A pre vybrané plyny spolu s rozsahom E/p_0 na ktorom je možné aproximáciu použiť.[27]

Keďže konštanty A,B sa v danom rozsahu E/p pokladajú za nemenné, zápalné napätie závisí len od materiálu katódy a súčinu vzdialenosti elektród a tlaku plynu. Vynesením závislosti zápalného napätia V_b od súčinu p_0d dostávame Paschenovú krivku. Paschenová krivka (Obr.1) rozdeľuje oblasť p_0d na dve vetvy – pravú a ľavú. Pravá strana sa vyznačuje poklesom zápalného napätia pri znižovaní súčinu p_0d . Tento pokles je dôsledkom prírastku energie od urýchľujúceho napätia spôsobenej zvyšovaním strednej voľnej dráhy elektrónov.

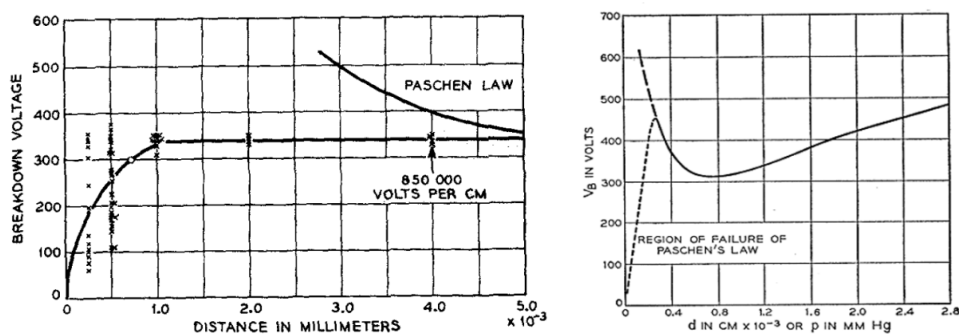


Obr. 1 Paschenové krivky pre vybrané plyny [28]

Po dosiahnutí minima nastáva iný proces, kde už výhoda veľkej voľnej dráhy má opačný účinok na zápalné napätie. Malá hodnota súčinu p_0d vytvára obmedzenie v tvorbe elektrónovej lavíny a zápalné napätia stúpa. Táto vetva je nestabilná, pretože výboj sa snaží nájsť dlhšiu dráhu. Vplyv materiálu katódy zachováva tvar krivky, ale dochádza k posunu po grafe.

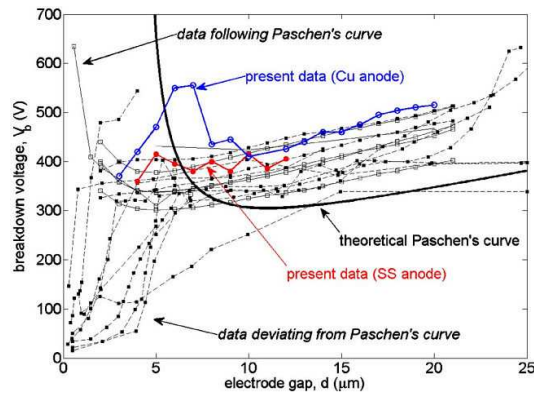
3 Ciele práce: Overenie platnosti Paschenovho zákona v mikrometrových vzdialenostiach

Paschenov zákon, ktorý popisuje závislosť zápalného napätia na súčine $p.d$ je jeden z najdôležitejších fundamentálnych zákonov vo fyzike plazmy a elektrických výbojov. Zápalné napätie je veľmi dôležitým parametrom, ktorý charakterizuje vznik samostatného výboja. Paschenov zákon bol viac menej potvrdený pre výboje s rozmermi na úrovni rádovo cm a nízke tlaky [29]. Prvé pokusy s mikrovýbojmi v 50 rokoch však ukázali radikálny rozdiel pri zapáľovaní výbojov na vzdialenostiach menších ako pár μm [17]. Keďže intenzity elektrického poľa nedosahovali hodnoty na uplatnenie emisie poľom, pozorované prúdové hustoty asociovali s iónmi zosilnenou emisiou poľom. V roku 1959 pokusy s malými vzdialenosťami a páldiovými elektródami zopakoval Germer[30]. Priebeh nameraného zápalného napätia od vzdialenosti je zobrazený na Obr. 2. V porovnaní s dátami Boyla a Kysliuka zaznamenal oblasť konštantného zápalného napätia na intervale od minima Paschenovej krivky po asi $1\mu\text{m}$. Germer vo svojej práci priznáva, že tieto dáta nie sú relevantné, pretože namiesto zápalného napätia medzi elektródami meral zápalné napätie výboja ktorý si „našiel“ dlhšiu cestu keďže nemal vhodnú konfiguráciu elektród ktorá by tomu zabránila.



Obr. 2 Paschenová krivka od Germera [126] s dobre viditeľnou oblasťou konštantného zápalného napätia (vľavo) a odchýlka od Paschenovej krivky od Boyla a Kysliuka [17]

Spomínané pokusy boli uskutočnené v 50 rokoch nášho storočia a dá sa povedať, že až do konca 90 rokov prakticky nebol o ďalší výskum záujem. Všetko sa zmenilo po publikovaní pokusov s mikrodutínovými výbojmi a ďalšími typmi mikrovýbojov[31,32]. Vďaka novo pozorovaným fyzikálnym procesom, tieto pokusy znova otvorili záujem o mikrovýboje. Základnou charakteristikou každého výboja je zápalné napätie. Na konci 90 rokov boli zamerané Paschenové krivky v konfiguráciách elektród sféra-rovina a valec rovina nájdeme v [33,18], planárnych elektród [22,20], hrot-rovina [34,35] alebo mikrodutinový výboj v [36].



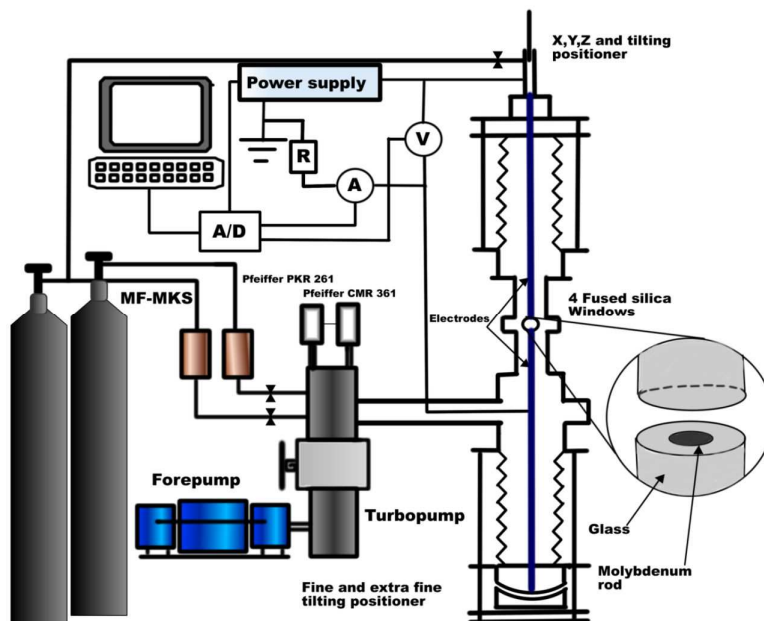
Obr. 3 Porovnanie rôznych konfigurácií od [35]

Pri porovnaní zápalných napätí v rôznych konfiguráciách vidíme, že v závislosti od použitej konfigurácie elektród dostávame aj rôzne zápalné napätia. Ak sa teraz bližšie pozrieme na tieto dáta, všimneme si, že vykazujú v podstate rovnaký trend v tvare krivky. Pravá strana je viac menej rovnaká pre všetky krivky ale v oblasti minima Paschenovej krivky a smerom k ľavej strane krivky dochádza k tzv. platu. V tomto intervale sa pozoruje konštantné napätie ktoré je najpravdepodobnejšie spôsobené horením výboja na dlhších dráhach [37]. Po tejto oblasti už pozorujeme lineárne klesanie spôsobené emisiou poľa prípadne inými procesmi ktoré zosilňujú tento proces (priestorový náboj v objeme výboja, teplota). K týmto výsledkom je dôležité poznamenať nasledujúce skutočnosti. Väčšina konfigurácií nepredstavuje homogénne pole medzi elektródami a ani pri jednej konfigurácii nie je zabezpečené, aby výboj horel na dlhšej dráhe. Toto má za následok, že tieto dáta nepredstavujú relevantné informácie o správaní výboja v intervale od minima Paschenovej krivky k pozorovanému lineárnemu poklesu. A práve táto oblasť je podľa nášho názoru veľmi dôležitá ohľadom na vplyvy rôznych procesov ktoré v nej prebiehajú. Pochopenie základných fyzikálnych procesov ako emisia poľom, či iónmi zosilnená emisie poľom, či iné procesy v nich prebiehajúce (emisie elektrónov vysokoenergetickými iónmi, elektrónmi, ionizácia iónmi) sú dôležitým prvkom pre optimalizovanie už existujúcich konfigurácií mikrovýbojov. Vplyvy týchto fyzikálnych procesov sú skryté v zápalnom napätí a to práve v tej oblasti Paschenovej krivky, ktorá dá sa povedať nie je vôbec preskúmaná. Hlavnou témou tejto práce je práve zmeranie zápalných napätí v tejto oblasti. Nameraním zápalných napätí v tejto časti krivky pri rôznych podmienkach, ako tlak a vzdialenosť elektród spolu s porovnaním s Paschenovými krivkami pre normálny tlecí výboj, nám poskytnú dôležité informácie predovšetkým v o sekundárnej emisii. Získané parametre plazmy spolu so sofistikovanými metódami simulácií nám môžu umožniť lepšie pochopiť prebiehajúce procesy s neskorším využitím do rôznych sfér aplikácií.

4 Experimentálna časť

4.1 Popis Aparatúry – Meranie Paschenovej krivky mikrovýbojov

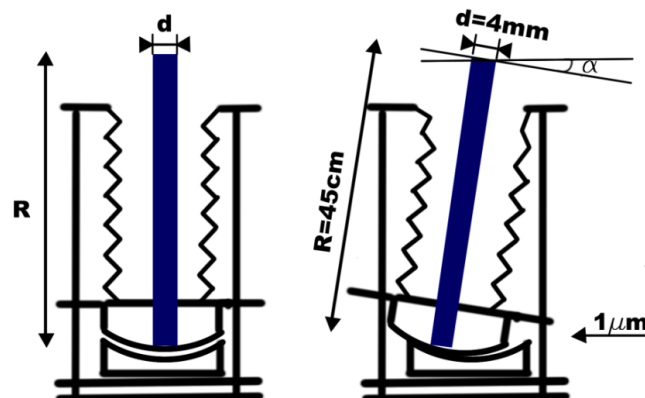
Schematické zobrazenie aparátúry na meranie zápalných napätí mikrovýbojov je zobrazený na Obr. 4. Aparatúra sa skladá z vákuového systému, ktorý pozostáva z vákuovo tesnej komory výbojky a čerpacieho systému. Čerpací systém pozostáva z predvákuovej membránovej Obr. 4



Obr. 4 Schematický obraz aparátúry na meranie mikrovýbojov

Pumpy (Pfeiffer MVP-015-14) a turbomolekulárnej pumpy (Pfeiffer TMU 064). Pri meraniach zmesi plynov je napúšťací systém tvorený dvoma prietokovými regulátormi (MKS Instruments s prietokom 10 až 100scm) a pri meraniach čistého plynu uzatvárateľným a ihlovým ventilom. Hraničný tlak vo vákuovej komore bol meraný vákuometrom Pfeiffer PKR 261(cold cathode) a tlak napusteného plynu bol meraný absolútnym vákuometrom Pfeiffer CMR 261 s deklarovanou chybou 0.003 %. Elektrické zapojenie ako vidno na Obr. 4 je veľmi jednoduché. Skladá sa zo stabilizačného odporu (10k Ω až 12M Ω), dvoch multimetrov (FLUKE 289) a počítačom riadeného zdroja napätia (Iseq Hpp 20 407-2kV,400mA). Najzaujímavejšia a podstatná časť tejto aparátúry je komora a vyvažovací systém na elektródy. Aby sme mohli merať zápalné napätia pri niekoľkých μm je nevyhnutné mať systém na vycentrovanie paralelnosti elektród tak aby dosadali presne na seba. Vákuovú komoru vlastnej konštrukcie, spolu s polohovacím systémom môžeme rozdeliť na 3 hlavné časti a to Hornú, Strednú a Dolnú časť aparátúry. Horná časť komory pozostáva s vákuovej

mikrometrickej prechodky, ktorá zabezpečuje posun hornej elektródy v Z-osi (presnosť posunu je $\sim 0.3\mu\text{m}$), ďalej je to vlnovec a mikrometrické skrutky, ktoré zabezpečujú nakláňanie a posúvanie hornej elektródy v X,Y- smere s presnosťou $\sim 0.5\mu\text{m}$. Stredná časť komory pozostáva zo skleneného križa (Simax), ktorý obsahuje 4 optické prechodky z kremenného skla o hrúbke 2mm (Fused silica – UQC Optics). Tieto prechodky slúžia na meranie optických spektier a taktiež spĺňajú úlohu pri vycentrovaní elektród. Posledná, dolná časť obsahuje podobne ako horná časť vlnovec ale okrem hrubého nakláňania obsahuje aj veľmi jemné vyvažovanie s presnosťou $0,05\text{nm}$! Táto presnosť sa nám podarila dosiahnuť vďaka, tomu že dolná elektróda sa pohybuje v tzv. kolíske tvorenej dvoma polgúľami. Polomer obidvoch gúľ sa rovná dĺžke elektródy čo je v našom prípade 45cm. Jednoduchým výpočtom zistíme, že pri posunutí o $1\mu\text{m}$ dochádza k nakloneniu o uhol $\sim 0.0001273^\circ$ čo predstavuje pri priemere elektródy 4mm zmenu vzdialenosti dvoch bodov na okraji elektródy o $0,005\text{nm}$. Žiaľ technika nastavenia paralelnosti ktorá je detailnejšie popísaná v nasledujúcej kapitole nám umožňuje nastavenie paralelnosti len do $\sim 1\mu\text{m}$.



Obr. 5 Nákres jemného posunu nachádzajúcej sa v dolnej časti vákuovej komory na nastavenie paralelnosti elektród.

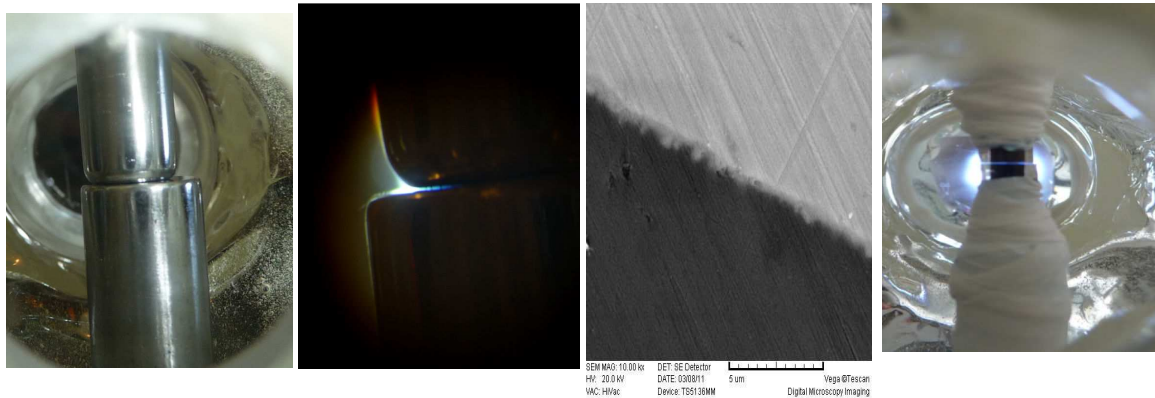
4.2 Elektródy

Na meranie zápalných napätí mikrovýbojov sme používali dva typy elektród

1) Elektródy s Bručovým profilom -BP

Na meranie zápalných napätí na pravej strane krivky sme používali molybdénové elektródy s Bručovým profilom s rôznym priemerom. Horná elektróda (anóda) Obr. 6 mala 8mm priemer a dolná elektróda 10mm. Týmto typom elektród sme merali zápalné napätia pre všetky plyny pre vzdialenosti elektród od $100\mu\text{m}$ po $1\mu\text{m}$ a tieto dáta pokladáme za referenčné k druhému používanému typu elektród. Veľmi dôležitým parametrom je drsnosť povrchu elektród. Na dosiahnutie čo najlepšieho povrchu boli obidva typy elektród lapované vodnými

brúsnymi papiermi do č.3000. Po lapovaní boli elektródy leštené diamantovými pastami (3 a 1 μ m) a sprejom do konečnej veľkosti zrna 0,25 μ m. Meranie na SEM mikroskope (druhy typ) preukázalo nerovnosti na úrovni tejto veľkosti Obr 6.



Obr. 6 Molybdénové elektródy s Brucovým profilom a detail hrany (vľavo) a vpravo je zobrazená SEM snímka povrchu molybdénovej elektródy (svetlá) a skla (tmavá). Hrúbka čiar na povrchu je 0,25 μ m. (na kraji vpravo)

Snímka vycentrovaných elektród vo vákuovej komore tesne pred meraním

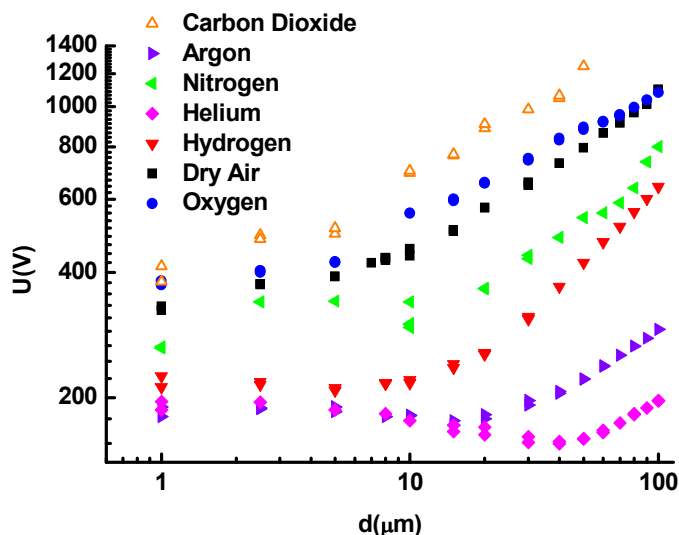
2) Elektródy zaliate do skla -MG

Druhým typom používaných elektród je modifikovaný typ ideálneho profilu Obr. 6 (vpravo). Elektróda v tomto experimente sa skladá z molybdénového valca (o priemere 2mm) zaliata v molybdénovom skle. Celkový priemer elektródy spolu s dielektrickou „čiapkou“ je ~5mm. Sklo v tomto prípade spĺňa dve úlohy. Za 1) zabraňuje prirazu výboja mimo hornej podstavy valca a za 2) zoslabuje elektrické pole v blízkosti okrajov elektródy a tým znižuje vplyv okrajových efektov. V takejto konfigurácii síce nemôžeme úplne zamedziť okrajovým efektom v dôsledku ostrých hrán elektród, ale pri porovnaní pravej strany Paschenovej krivky merané s týmito elektródami s meraniami získanými s elektródami Brucovým profilom elektród, môžeme získať predstavu o hranici použiteľnosti tohto profilu. Ako neskôr ukážeme, porovnaním meraní zápalných napätí získaných s použitím oboch typov elektród, sme získali veľmi dobrú zhodu pri všetkých meraných vzdialenostiach čo pokladáme za potvrdenie homogenity poľa medzi elektródami tohto typu.

5 Výsledky

5.1 Bručov profil elektród

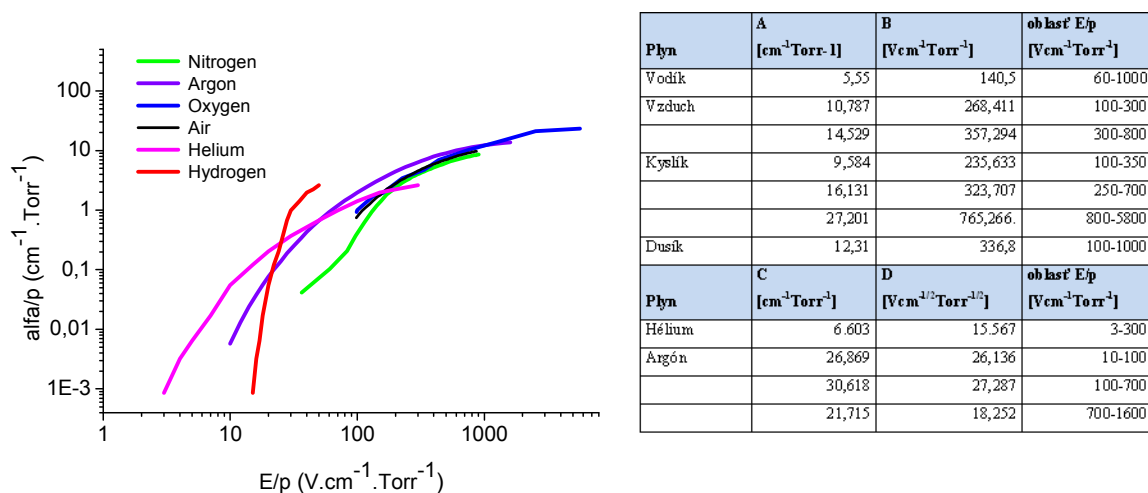
Ako bolo už vyššie spomenuté, hodnoty zápalných napätí získané v meraniach s elektródami s Bručovým profilom (ďalej už len BP), berieme ako referenčné pre pravú stranu Paschenovej krivky. Ľavá strana Paschenovej krivky sa s týmto typom elektród nedala merať, pretože sme nedokázali tieto povrchy týchto elektród (mimo aktívnej plochy elektród) pokryť izolantom (sklom). Výsledky týchto meraní slúžia na porovnanie s hodnotami zápalných napätí meraných s elektródami izolovanými sklom (MG). V rámci dizertačnej práce sme uskutočnili celý rad meraní prierazných napätí s elektródami s Bručovým profilom elektród, pre rôzne typy plynov. Merania boli uskutočnené pri konštantnom tlaku ($p=990\text{mbar}$) a menili sme vzdialenosť elektród. Výsledky sú prezentované v závislosti od vzdialenosti na grafe Obr. 7. Podľa dostupnej literatúry zvolenú konfiguráciu a profil elektród na meranie zápalných napätí mikrovýbojov ešte nik nepoužil a preto ani výsledky zatiaľ nemožno porovnať. Porovnanie sťažuje aj fakt, že skoro všetky zápalné napätia pre mikrometrové vzdialenosti boli merané výlučne vo vzduchu. Len dvaja autori sa zaoberali meraniami v dusíku Dhariwal[38] a Longwitz[39] a len v jednej publikácii nájdeme pokusy s meraním zápalného napätia v Argóne Ito [22]. V ostatných plynoch autori skúšali len koľko sekúnd im vydržia mikrovýboj ich naprášené alebo naparené elektródy dokým nedôjde k deštrukcii.



Obr. 7 Meranie zápalných napätí v závislosti od vzdialenosti, Bručov profil elektród

5.2 Molybdénové elektródy zaliate do skla - Zhrnutie výsledkov štúdia Paschenových kriviek mikrovýbojov

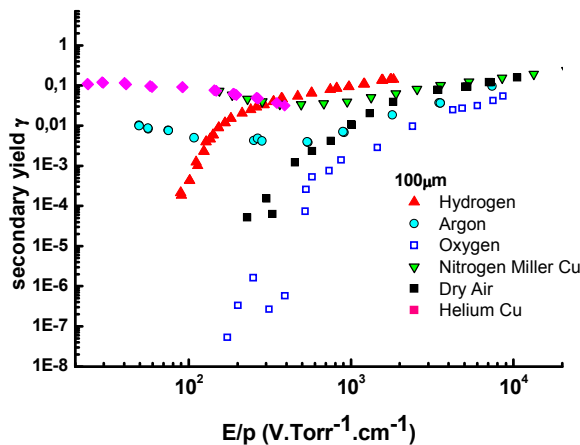
V dizertačnej práci sa zaoberáme štúdiom zápalných napätí v rôznych plynov. Na jednotlivých plynov sme ukázali dôsledky elementárnych procesoch prebiehajúcich pri vysokých redukovaných elektrických poliach na zápalné napätia mikrovýbojov. V tejto kapitole sú prezentované a navzájom konfrontované charakteristické parametre mikrovýbojov závislosti od plynov, tak ako sme ich získali experimentálne v rámci tejto práce, alebo skompilovali a extrahovali na základe analýzy výsledkov z iných experimentálnych prác. Na prvom grafe Obr 8 prinášame porovnanie ionizačných koeficientov, tak, ako sme ich získali z literatúry. V tab. Na Obr. 8 sú zase prezentované hodnoty koeficientov A,B resp. C,D (pre inertné plyny), ktoré sme získali fitovaním experimentálnych dát. V tabuľke je zároveň vyznačený interval redukovaných elektrických polí, v ktorých je uvedený fit platný.



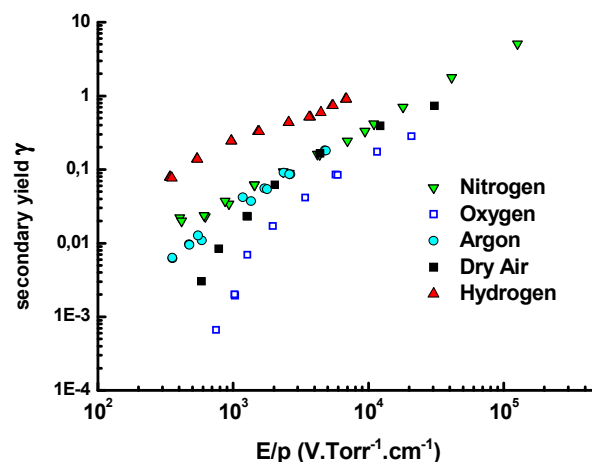
Obr. 8 Porovnané experimentálnych hodnôt ionizačných koeficientov meraných plynov koeficientov A,B resp. C,D získané aproximovaním experimentálnych hodnôt ionizačných koeficientov

Na ďalšom grafe Obr. 9 prinášame porovnanie koeficientov sekundárnej emisie pre rozličné plyny, určené z experimentu s konštantnou vzdialenosťou 100μm.(okrem N₂,He). Pri vzdialenosti 100um, sú Paschenové krivky identické s krivkami meranými pri makroskopických výbojoch a preto aj hodnoty koeficientov sekundárnej emisie určené týchto kriviek, berieme ako normálne resp. referenčné k hodnotám mikrovýbojov. Podľa priebehu krivky na Obr. 9 môžeme tieto plyny rozdeliť do dvoch skupín, na vzácne plyny a molekulárne plyny. Inertné plyny ako vidno si zachovávajú skoro konštantný priebeh počas celého rozsahu redukovaného poľa. Pozorované priebehy koeficientu sekundárnej emisie sú dôsledkom niekoľkých faktorov i) inertné plyny netvoria molekuly čo znamená rýchly nárast

kinetickej energie pri nízkych E/p potrebnej na vznik potenciálovej emisie ii) efektívny zdroj UV žiarenie atómov pri nízkych hodnotách E/p . U ostatných plynov[28] je fotoemisía dominantná pri E/p na úrovni $30-40 \text{ V.cm}^{-1}.\text{Torr}^{-1}$. Tento fakt je vidno na výraznom poklese hodnoty koeficientu sekundárnej emisie pri prechode od vysokých redukovaných polí po nízke. V kapitolách dizertačnej práce sme samostatne pre každý plyn ukázali vplyv znižovania vzdialenosti na koeficient sekundárnej emisie. Bolo ukázané, že znižovaním vzdialenosti a zvyšovaním redukovaného elektrického pola dochádza k vyššiemu emitovaniu elektrónov z povrchu katódy, čo má za následok zvyšovanie koeficientu sekundárnej emisie. V tomto súhrne výsledkov sa pozrieme na tento vplyv v závislosti od meraného plynu. Na porovnanie k referenčným hodnotám ($100\mu\text{m}$) sme zvolili vzdialenosť $10\mu\text{m}$ Obr. 9



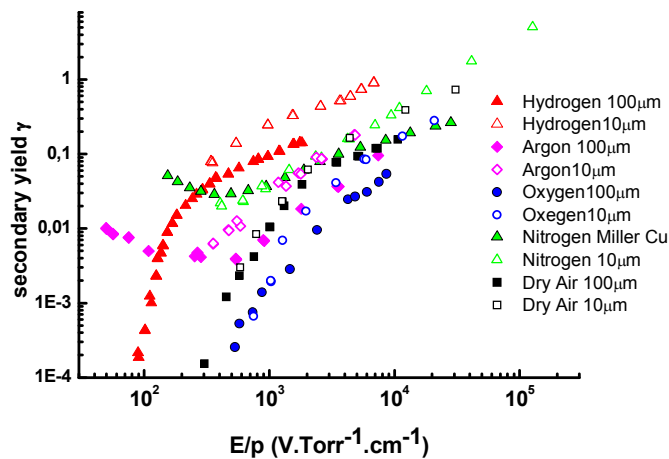
Obr. 9 Porovnanie koeficientu sekundárnej emisie pre $100\mu\text{m}$ vzdialenosť elektród v závislosti od redukovaného poľa pre rôzne plyny Nitrogen[40], Helium[42]



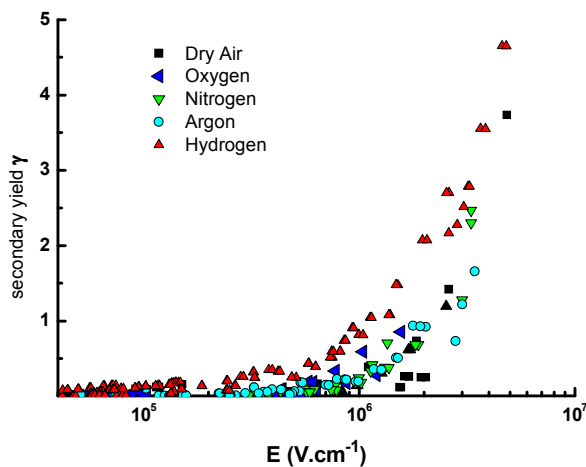
Obr. 10 Porovnanie koeficientu sekundárnej emisie pre $10\mu\text{m}$ vzdialenosť elektród v závislosti od redukovaného poľa pre rôzne plyny

Hodnoty koeficientov sekundárnej emisie pre obidve vzdialenosti sú zobrazené na Obr. 11 Na tomto grafe si môžeme všimnúť, že zatiaľ čo pri normálnom výboji dochádza k miernemu

stúpaniu až saturácii sekundárnej emisie, ktorý dobre vidno na grafe Obr. 9 tak pri mikrovýbojoch dochádza k výrazne ostrejšiemu nárastu sekundárnej emisie od redukovaného elektrického poľa. Toto je samozrejme dôsledok emisie elektrónov vysokým elektrickým poľom. Na základe predošlých meraní môžeme povedať, že znižovaním vzdialeností elektród dochádza väčšiemu stúpaniu smernice týchto kriviek. Ďalším zvyšovaním elektrického poľa



Obr. 11 Porovnanie koeficientu sekundárnej emisie pre $10\mu\text{m}$ a $100\mu\text{m}$ vzdialenosť elektród v závislosti od redukovaného poľa pre rôzne plyny



Obr. 12 Porovnanie sekundárnej emisie od intenzity elektrického poľa

dochádza k vplyvu emisie poľom a zápalné napätie už prestáva byť funkciou tlaku. Zaujímavý prípad teda dostaneme, ak porovnáme koeficienty sekundárnej emisie pre rôzne vzdialenosti v závislosti od intenzity elektrického poľa. Na grafe jasne vidno, že od istej hodnoty (odhadom $E/p > 10^3 - 10^4 \text{ V}\cdot\text{cm}^{-1}\cdot\text{Torr}^{-1}$) sekundárna emisia závisí len od intenzity elektrického poľa. K rapidnému nárastu dochádza pri $E \sim 5 \cdot 10^6 - 6 \cdot 10^6 \text{ V}\cdot\text{cm}^{-1}$. Táto hodnota intenzity elektrického poľa je totožná s tou ktorú predpovedali už v r.1947 Trumps a kol.[42] pre vzdialenosti pod $100\mu\text{m}$

6 Záver

V predkladanej dizertačnej práci sme sa zaoberali výskumom mikrovýbojov. Mikrovýboje patria medzi významnú a progresívnu oblasť vo fyzike plazmy vďaka špecifickým vlastnostiam pozorovaným len na úrovni niekoľkých mikrometrov a vysokých redukovaných poliach. Procesy, ktoré prebiehajú v mikrovýbojoch sú však stále veľmi málo preskúmané. A práve cieľom tejto práce bolo lepšie pochopenie procesov prebiehajúcich v mikrovýbojoch a predovšetkým vo vysokých redukovaných elektrických poliach. Základným parametrom výbojov sú hodnoty zápalných napätí určené v závislosti od tlaku vo výbojke a vzdialenosti elektród - Paschenové krivky. Na dosiahnutie relevantných výsledkov pri meraní zápalných napätí mikrovýbojov je nevyhnutné zabezpečiť homogénne pole medzi elektródami a zabránenie prerazu na dlhších vzdialenostiach.

Pre tento dôvod bola navrhnutá a postavená úplne nová, technicky náročná aparátúra na meranie zápalných napätí medzi dvoma plan-paralelnými molybdénovými elektródami. Zložitosť aparatúry spočíva v nutnosti veľmi presného centrovania a vyvažovania elektród vo vákuu. Tento cieľ sa nám podaril naplniť a vďaka tejto aparatúre boli zmerané Paschenové krivky pre vzdialenosti elektród od 1 po 100 μ m v intervale tlakov od niekoľkých mbar až po 1000 mbar. V práci boli zmerané Paschenové krivky mikrovýbojov generovaných v rôznych plynch ako argón, hélium, dusík, kyslík, vodík, oxide uhličitom či suchom vzduchu a pre materiál elektród molybdén. Na základe týchto meraní sme vypočítali koeficienty sekundárnej emisie z katódy v širokom intervale redukovaných elektrických polí až po hodnoty $E/p \sim 10^6 \text{V} \cdot \text{cm}^{-1} \cdot \text{Torr}^{-1}$. V práci sme preukázali vplyv iónmi zosilnenej emisie poľom, ale i samotnej emisie poľom na zápalné napätie výboja a celkový tvar Paschenovej krivky. Za veľmi významný výsledok považujeme objav nových doteraz nikým nepozorovateľných režimov mikrovýboja v argóne na ľavej strane od minima Paschenovej krivky.

Počas PhD štúdia sme začali zaoberať depozíciou semidiamantových vrstiev na molybdénový substrát pomocou mikrovýboja generovaného pri atmosférickom tlaku. V tomto experimente sme ukázali, že táto metóda je veľmi perspektívna a prvé výsledky naznačili vysoký potenciál z hľadiska dosiahnutia vysokej rýchlosti rastu semidiamantovej vrstvy.

Výsledky, ktoré sme dosiahli, pomôžu lepšie porozumieť procesom pozorovateľným pri vysokých elektrických poliach, ale takisto poukazujú aj na nové možnosti aplikácie mikrovýbojov.

7 Summary

The PhD thesis presents experimental study of the DC breakdown in gases at micrometer separation of the electrodes (validity of Paschen law) and application of the microcapillary jet for deposition of diamonds-like-carbons layers. This thesis gives survey about recent developments in the field of microdischarges and the role of different elementary processes in it at very high reduced electric fields. In the experimental part we describe in detail the apparatus for measurement of DC Paschen curves at micrometer separation of electrodes and the microcapillary jet built in the framework of the PhD study. The most important results deal with the elementary processes which contribute to the electric breakdown at the left side of Paschen curve. The DC breakdown has been studied for different gases such as Argon, Helium, Nitrogen, Oxygen, Carbon dioxide and Dry Air. The breakdown voltages were measured for electrode separations from 1 μm to 100 μm and within the pressure range from few mbar's up to atmospheric pressure. We have checked validity of Paschen law in extreme high electric field and defined the boundary of this law. Furthermore we have calculated the coefficients of secondary emission from molybdenum electrodes and gases mentioned above, which are important for simulation of microdischarges at very high reduced electric fields. In the case of Argon we have observed new types of discharges at low pressures in microdischarges.

8 Zoznam použitej literatúry

- [1] Yoshida T., *Pure appl. Chem.* 6 529, 1994.
- [2] Tanaka K., *Proc. Xv icpig 4 35*, 2001.
- [3] Kodama, *Polym. Prep.* 36 109, 1995.
- [4] Takayama, *Thin solid films 506– 507*, 396 – 399, 2006.
- [5] Al-shamma'a, *J. Phys. D: appl.*, 2001.
- [6] Cheruthazhekatt, *Journal of applied biomedicine. Issn 1214 -0287, vol. 8, no. 2, s. 55 -66.*, 2010.
- [7] Georg, *Material science and engineering, 1748-0280, Volume 4, Issue 1 & 2*, 2009.
- [8] Boeuf P., *J. Physics d: appl. Phys.*, 36, r53, 2003.
- [9] Lee, *JPN, J. Appl. Phys.*, 45: 912-918, 2006.
- [10] Willey, *Dbd advanced plasma technology* , 2008.
- [11] F. Zhukov, *Thermal plasma torches: design, characteristics, application publisher, Cambridge International*, 2006.
- [12] Goldmann, *Pure & Appi. Chem.*, vol. 57, no. 9, 1985.
- [13] Becker, *j. Phys. D: appl. Phys.* 39, 2006.

- [14] Tachibana, *Transactions on Electrical and electronic engineering, Ieej trans*; 145–155, 1, 2006.
- [15] Foest, *International journal of mass spectrometry* 248, 87–102, 2006.
- [16] F. Paschen, *Ann. Phys. Chem.* 37, 69, 1889.
- [17] Boyle, *Physical review*, 97, , 1955.
- [18] S. Dhariwa Torres J.M., *Nanotechnology* 10, 102 , 1999.
- [19] Dhariwal S., *Iee proc. sci., meas. Technol.* 147, 261 , 2000.
- [20] Ono T., *Micromech. Microeng.* 10,445, 2000.
- [21] Lee T., *Iee proc.: sci., meas. Technol.* 148,8, 2001.
- [22] Ito T., *Thin solid films* 386,300 , 2001.
- [23] Slade G., *Ieee trans. Compon. Packag. Tech.* 25,390, 2002.
- [24] Wallash A., *Proc. Spie* 4980,87 , 2003.
- [25] Chen J., *J. Micromech. Microeng.* 16, 1366 , 2006.
- [26] F. Paschen, *Ann. Phys. Chem.* 37, 69, 1889.
- [27] Martišovitéš V., *Základy fyziky plazmy*, ISBN 80h223h1983hx, 2004.
- [28] Y. Reizer, *Gas Discharge Physics* , Berlin Springer., 1991.
- [29] Lieberman A., *Principle of plasma discharges and plasma processing*, 2005.
- [30] Germer, *Journal of applied physics*, vol 30, 1, 1959.
- [31] K.H. Schoenbach, *Appl. Phys. Lett.* 68, 13, 1996.
- [32] Becker, *J. Phys. D: Appl. Phys.* 39 , 2006.
- [33] J. Chen, *Micromech. Microeng.* 16, 1366–1373, 2006.
- [34] P. Slade, *IEEE Trans. Compon. Packag. Tech.* 25,390 , 2002.
- [35] Go, *Journal of applied physics* 107, 103303, 2010.
- [36] B. Sismangolu, *J. Appl. Phys.* 41, 1465, 2008.
- [37] R. Sankaran, *Journal of applied physics volume 92, number 5 1 september* , 2002.
- [38] Dhariwal, *IEE Proc-Sci. Mens. Technol., Vol. 147, Nu. 5*, 2000.
- [39] Longwitz, *J. Vac. Sci. Technol. B* 21 4, 2003.
- [40] H. Miller, *Physica* 30 2059, 1964.
- [41] Klas, *Rigorózná práca, FMFI-UK Bratislava*, 2010.
- [42] . TRUMP, *J. Appl. Phys.* 18 , 327., 1947.

9 Zoznam prác autora

ADC Vedecké práce v zahraničných karentovaných časopisoch

- ADC01 Horváth, Gabriel 40% - Skalný, Ján D. 20% - Mason, Nigel J. - Klas, Matej 20% - Zahoran, Miroslav 20% - Vladoiu, Rodica - Manole, M. : Corona discharge experiments in admixtures of N₂ and CH₄: a laboratory simulation of Titan's atmosphere
Lit. 45 záz., 5 obr., 1 tab.
In: Plasma Sources Science & Technology. - Vol. 18, No. 3, Sp. Iss. (2009), Art. No. 034016 [7 s.]
[ESCAMPIG 2008 : Europhysics Conference on Atomic and Molecular Physics of Ionised Gases. 19th, Granada, 15.-19.7.2008]
Ohlasy (3):
[o1] 2010 Es-Sebbar, E. - Gazeau, M. - Benilan, Y. - Jolly, A. - Pintassilgo, C. D.: Absolute ground-state nitrogen atom density in a N₂/CH₄ late afterglow: TALIF experiments and modelling studies. In: Journal of Physics D: Applied Physics, Vol. 43, No. 33, 2010, Art. No. 335203 - SCI ; SCOPUS

[o1] 2011 Loureiro, J. - Guerra, V. - Sa, P. A. - Pintassilgo, C. D. - da Silva, M. L.: Non-equilibrium kinetics in N-2 discharges and post-discharges: a full picture by modelling and impact on the applications. In: Plasma Sources Science & Technology, Vol. 20, No. 2, 2011, Art. No. 024007 - CPCI-S ; SCOPUS
[o1] 2011 Ndiaye, A. A. - Lago, V.: Optical spectroscopy investigation of N2-CH4 plasma jets simulating Titan atmospheric entry conditions. In: Plasma Sources Science and Technology, Vol. 20, No. 1, 2011, Art. No. 015015 - SCI ; SCOPUS

ADC02 Klas, Matej 40% - Matejčík, Štefan 10% - Radmilovic-Radjenovic, Marija - Radjenovic, Branislav : Experimental and theoretical studies of the direct-current breakdown voltage in argon at micrometer separations = Experimental and theoretical studies of the DC breakdown voltage in argon at micrometer separations
In: Physica Scripta. - Vol. 83, No. 4 (2011), Art. No. 045503, s.1-6
[ICRP 2010 : International Conference on Reactive Plasmas. 7th, Paris, 4.-8.10.2010]
[SPP 2010 : Symposium on Plasma Processing. 28th, Paris, 4.-8.10.2010]
[GEC 2010 : Gaseous Electronics Conference. 63rd, Paris, 4.-8.10.2010]
POZNÁMKA: Vyšlo aj ako abstrakt z konferencie Experimental and theoretical studies of the DC breakdown voltage in argon at micrometer separations - Bulletin of the American Physical Society. - Vol. 55, No. 7 (2010), Art. No. GEC.DTP.225. -

AFD Publikované príspevky na domácich vedeckých konferenciách

AFD01 Klas, Matej 40% - Stano, Michal 30% - Matejčík, Štefan 30%: Štúdium MHCD mikrovýboja [elektronický dokument] = Štúdium MHCD mikrovýboja
Lit. 7 záz., 3 obr.
In: 17th Conference of Slovak Physicists Proceedings (CD ROM). - Bratislava : Slovak Physical Society, 2009. - S. 135-136. - ISBN 978-80-969124-7-6
[Konferencia slovenských fyzikov 2009. 17., Bratislava, 16.-19.9.2009]
POZNÁMKA: Vyšlo aj ako abstrakt Štúdium MHCD mikrovýboja - 17. Konferencia slovenských fyzikov : Zborník abstraktov. - Bratislava : FMFI UK, 2009. - S. 44. -

AFD02 Klas, Matej 50% - Matejčík, Štefan 50%: DC breakdown in air, oxygen and nitrogen at micrometer separations
Recenzované
Lit. 14 záz., 4 obr.
In: HAKONE XII. - Bratislava : FMFI UK, 2010. - S. 112-116. - ISBN 978-80-89186-72-3
[HAKONE 2010 : International Symposium on High Pressure Low Temperature Plasma Chemistry. 12th, Trenčianske Teplice, 12.-17.9.2010]

AFD03 Klas, Matej 50% - Matejka, Michal 30% - Matejčík, Štefan 20%: The validity of the Paschen's law in homogeneous electric field at micrometer separations [elektronický dokument]
Lit. 14 záz., 5 obr., 1 tab.
In: 18th Symposium on Application of Plasma Processes (CD ROM). - Bratislava : Knižničné a edičné centrum FMFI UK, 2011. - S. 93-97. - ISBN 978-80-89186-77-8

[SAPP 2011 : Symposium on Application of Plasma Processes. 18th, Vrátna, 15.-20.1.2011]
[Workshop on Plasmas as a Planetary Atmosphere Mimics. Vrátna, 15.-20.1.2011]

AFD04 Radmilovic-Radjenovic, Marija - Savic, M. - Šuvakov, M. - Radjenovic, Branislav - Matejčík, Štefan 10% - Klas, Matej 30%: The breakdown voltage curves in argon DC and RF discharges from large to small gap sizes [elektronický dokument]
Lit. 20 záz., 4 obr.
In: 18th Symposium on Application of Plasma Processes (CD ROM). - Bratislava : Knižničné a edičné centrum FMFI UK, 2011. - S. 70-74. - ISBN 978-80-89186-77-8
[SAPP 2011 : Symposium on Application of Plasma Processes. 18th, Vrátna, 15.-20.1.2011]
[Workshop on Plasmas as a Planetary Atmosphere Mimics. Vrátna, 15.-20.1.2011]

AFG Abstrakty príspevkov zo zahraničných konferencií

AFG01 Klas, Matej 30 % - Kubala, Dušan 30 % - Denifl, Stephan - Matejčík, Štefan 20 %: Electron impact ionization of C3H8 and C2D6
Lit. 5 záz.

In: National Conference on Electronic, Atomic, Molecular and Photonic Physics : CEAMPP 2008 : Contributed Papers & Abstracts of Invited Lectures and Progress Reports. - Pregrevice : Institute of Physics, 2008. - S. 47-48. - ISBN 978-86-82441-22-9
[CEAMPP 2008 : National Conference on Electronic, Atomic, Molecular and Photonic Physics. 1st, Zaječar, 15.-18.5.2008]

AFG02 Klas, Matej 50 % - Stano, Michal 25 % - Matejčík, Štefan 25 %: Micro hollow cathode discharge

experiment in argon Lit. 2 záz. n.

In: 8th Workshop on Frontiers in Low Temperature Plasma Diagnostics. - Brno : VUT Brno, 2009. - S. 82. - ISBN 978-80-214-3875-0

[FLTPD 2009 : Frontiers in Low Temperature Plasma Diagnostics 2009. 8th, Blansko, 19.-23.4.2009]

AFG03 Klas, Matej 10% - Matejčík, Štefan 10% - Radmilovic-Radjenovic, Marija - Radjenovic, Branislav : The effect of nitrogen impurity on the DC breakdown voltage in argon at micrometer gaps

In: Bulletin of the American Physical Society. - Vol. 55, No. 7 (2010), Art. No. GEC.CTP.156

[ICRP 2010 : International Conference on Reactive Plasmas. 7th, Paris, 4.-8.10.2010]

[SPP 2010 : Symposium on Plasma Processing. 28th, Paris, 4.-8.10.2010]

[GEC 2010 : Gaseous Electronics Conference. 63rd, Paris, 4.-8.10.2010]

AFG04 Klas, Matej 80% - Matejčík, Štefan 20%: Determination of the secondary electron emission coefficients from breakdown characteristics of the microdischarges [elektronický dokument]

Lit. 10 záz. n., 2 obr.

In: 20th Europhysics Conference on Atomic and Molecular Physics of Ionised Gases: Proceedings (CD ROM). - Mulhouse : Europan Physical Society, 2010. - [nestr., 2 s.]. - ISBN 2-914771-63-0. - (Europhysics Conference Abstracts ; Vol. 34B)

[ESCAMPIG 2010: Europhysics Conference on Atomic and Molecular Physics of Ionised Gases. 20th, Novi Sad, 13.-17.7.2010]

AFG05 Horváth, Gabriel 40% - Polachová, Lucie - Watson, J. - Mason, Nigel J. - Krčma, František - Zahoran, Miroslav 10% - Klas, Matej 10%: Quantitative analysis of products formed in atmospheric CH₄-N₂ discharge by combined FTIR/GC-MS technique

Lit. 1 záz. n., 2 obr.

In: IX Workshop on Frontiers in Low Temperature Plasma Diagnostics : Book of Abstracts. - Greifswald : INP, 2011. - S. 68

[FLTPD 2011 : Frontiers in Low Temperature Plasma Diagnostics : Workshop. 9th, Zinnowitz, 8.12.5.2011]

AFG06 Klas, Matej 30% - Matejčík, Štefan 10% - Radjenovic, Branislav - Radmilovic-Radjenovic, Marija : Experimental and simulation studies of the DC breakdown voltage for air in microgaps

Lit. 2 záz. n., 2 obr.

In: IWM6 Paris 2011 : Book of Abstracts. - Paris : Laboratoire de Physique des Gaz et des Plasmas CNRS, 2011. - S. 53. - ISBN

[IWM 2011 : International Workshop on Microplasmas. 6th, Paris, 3.-6.4.2011]

AFG07 Klas, Matej 80% - Matejčík, Štefan 20%: Micro plasma chemical vapour deposition (CVD) of polycrystalline diamond film

Lit. 5 záz. n., 1 obr.

In: IX Workshop on Frontiers in Low Temperature Plasma Diagnostics : Book of Abstracts. - Greifswald : INP, 2011. - S. 94

[FLTPD 2011 : Frontiers in Low Temperature Plasma Diagnostics : Workshop. 9th, Zinnowitz, 8.12.5.2011]

AFL Postery z domácich konferencií

AFL01 Klas, Matej 40% - Stano, Michal 30% - Matejčík, Štefan 30%: DC study of micro hollow cathode discharge in air [elektronický dokument]

Lit. 6 záz. n., 3 obr.

In: 17th Symposium on Application of Plasma Processes (CD ROM). - Bratislava : Knížničné a edičné centrum FMFI UK, 2009. - S. 175-176. - ISBN 978-80-89186-45-7

[SAPP 2009 : Symposium on Application of Plasma Processes. 17th, Liptovský Ján, 17.-22.1.2009]

[Research of Plasma Physics : Visegrad Workshop. Liptovský Ján, 17.-22.1.2009]

Štatistika kategórií (Záznamov spolu: 14):

ADC Vedecké práce v zahraničných karentovaných časopisoch (2)

AFD Publikované príspevky na domácich vedeckých konferenciách (4)

AFG Abstrakty príspevkov zo zahraničných konferencií (7)

AFL Postery z domácich konferencií (1)

Štatistika ohlasov (3):

[o1] Citácie v zahraničných publikáciách registrované v citačných indexoch (3)