

ТЕХНИЧЕСКИ УНИВЕРСИТЕТ – СОФИЯ Факултет по електронна техника и технологии Катедра Микроелектроника

Маг. инж. Младен Бойков Митов

# ИЗСЛЕДВАНЕ ПАРАМЕТРИТЕ НА ПЛАЗМА ЧРЕЗ МИКРОСОНДИ

# ΑΒΤΟΡΕΦΕΡΑΤ

на дисертация за придобиване на образователна и научна степен "ДОКТОР"

Област: 5. Технически науки

Професионално направление: 5.2 Електротехника, електроника и автоматика

Научна специалност: Технология на електронното производство

Научен ръководител: доц. д-р Валентин Видеков

СОФИЯ, 2017 г.

Дисертационният труд е обсъден и насочен за защита от Катедрения съвет на катедра "Микроелектроника" към Факултет по електронна техника и технологии на ТУ-София на редовно заседание, проведено на 21.11.2016 г..

Публичната защита на дисертационния труд ще се състои на 06.04.2017 г. от 15,00 часа в Конферентната зала на БИЦ на Технически университет – София на открито заседание на научното жури, определено със заповед № ОЖ-426 / 15.12.2016 г. на Ректора на ТУ-София в състав:

1. проф. д.т.н. Тихомир Таков – председател

2. доц. д-р Валентин Видеков – научен секретар

3. проф. д.ф.н. Александър Благоев

4. доц. д-р Евгения Бенова

5. доц. д-р Емилия Балабанова

Рецензенти:

1. проф. д.ф.н. Александър Благоев

2. доц. д-р Евгения Бенова

Материалите по защитата са на разположение на интересуващите се в канцеларията на Факултет по електронна техника и технологии на ТУ-София, блок № 1, кабинет № 1355.

Дисертантът е редовен докторант към катедра "Микроелектроника" на Факултет по електронна техника и технологии. Изследванията по дисертационната разработка са направени от автора, като някои от тях са подкрепени от научноизследователски проекти.

Автор: маг. инж. Младен Митов Заглавие: Изследване параметрите на плазма чрез микросонди Тираж: 30 броя Отпечатано в ИПК на Технически университет – София

# **І. ОБЩА ХАРАКТЕРИСТИКА НА ДИСЕРТАЦИОННИЯ ТРУД**

#### Актуалност на проблема

В техниката и в научните изследвания широко се използват различни видове плазма. Това преди всичко са стационарни, импулсни, високочестотни (ВЧ) и свръх - високочестотни (СВЧ) газови разряди, както и дъгови разряди, характерни с високи токове и силно нагряване на електродите. Газови разряди отдавна се използват в радиотехниката, при комутация на големи токове, както и за обработка на материали. Газоразрядните източници на плазма (плазмотрони) в последно време получиха широко разпространение при редица технологични процеси за осъществяване на химични реакции при различни температури (т.нар. плазмохимия). Модификацията на повърхности чрез газоразрядна плазма играе ключова роля в микроелектронната индустрия. Една трета от технологичните етапи за производството на интегрални схеми са базирани на плазмени технологии.

В последните години във връзка с проблема за управляемия термоядрен синтез се провеждат интензивни изследвания с удържане на плазмата с магнитно поле, нейното нагряване, както и разработка и използване на различни диагностични методи.

Същевременно в много случаи за оптимизация на технологичните процеси се работи на принципа на "черната кутия" - менят се външните параметри и се следи резултата на изхода. В тази връзка особено наложително е разработването на методи и техники за диагностика на параметрите на плазмата. Пълна информация за поведението на плазмата носи функцията на разпределение на различните по вид частици по енергии. Един от основните методи за измерване на функцията на разпределение на електроните по енергии (ФРЕЕ) е сондовият метод. Сондовият метод за диагностика на плазмата за първи път е предложен в работата на Ирвинг Ленгмюр. Развитието на сондовите методи протича в две основни направления: усъвършенстване на сондовите измерителни схеми и отказ от изискванията на "класическата" теория и създаване на сондови теории за по–сложни случаи на практическо приложение.

#### Цел на дисертационния труд, основни задачи и методи за изследване

Предмет на настоящата работа е да се усъвършенстват сондовите измерителни схеми за да се направят изследвания на параметрите на плазмата с цел практическото и' приложение в случаите, когато плазмата се намира в магнитно поле и когато на повърхността на сондата протичат плазмохимични реакции.

В тази връзка е формулирана и основната цел на дисертационното изследване като изследване параметрите на плазма чрез микросонди. За изпълнението на тази цел, бяха формулирани следните задачи:

1. Да се проектира, изработи и внедри електронна сондова система за измерване на волт-амперни характеристики в плазма за термоядрен синтез на токамак COMPAS, Институт по физика на плазмата, Чешка академия на науките, Прага.

2. Да се проектира и изработи електронна сондова система за измерване на волтамперни характеристики и техните втори производни за изследване на свойствата на газоразрядна плазма.

3. С помощта на сондовата система от предходната задача да се изследват свойствата на газоразрядна кислородна плазма в магнитно поле на установката в Институт Йозеф-Стефан, Любляна, Словения.

4. Да се дублира плазмената инсталация от Любляна в България.

5. На инсталацията в България да се изследва възможността за израстването на алуминиев оксид с помощта на плоска алуминиева сонда по метода на хоризонталните сечения.

6. Да се изследва поведението на алуминиев оксид в постояннотокова плазма.

#### Научна новост

Създадени са два типа уникални електронни сондови системи за измерване на функция на разпределение на електроните по енергии (ФРЕЕ) в плазма на ТОКАМАК и газоразрядна плазма.

Предложен е нов метод за измерване на концентрация на отрицателни йони в газоразрядна плазма, чрез подходяща ориентация на Ленгмюровата сонда при прилагане на относително слабо магнитно поле.

Изследвана е кинетиката на израстването на тънки оксидни слоеве на алуминия в постояннотокова плазма по метода на хоризонталните сечения, използвайки ефектите на изкривяване на сондовата волт-амперна характеристика вследствие на израстването на оксиден слой по повърхността и'.

Направено е сравнение на напреженията на запалване на постояннотоков газов разряд при използването на електроди покрити с плътен и нанопорьозен оксид (метаматериал) на алуминия.

#### Практическа приложимост

Проектираната и реализирана 60-канална електронна сондова система за измерване на волт-амперни характеристики, от които да се извлече информация за реалната функция на разпределение на електроните по енергии в диверторната област на токамак COMPASS е внедрена в експлоатация в Института по физика на плазмата на Чешката академия на науките, гр. Прага.

Изследването на кинетиката на израстване на тънки оксидни слоеве на алуминия в постояннотокова плазма по метода на хоризонталните сечения на изкривените сондови волт-амперна характеристики, дава възможност за получаване на свръх-тънки слоеве с известна дебелина, подходящи за целите на микроелектрониката.

#### Апробация

Резултатите от дисертационното изследване са апробирани в два пленарни доклада на международни конференции, един пленарен доклад на национална конференция и 12 постерни доклада на международни конференции.

#### Публикации

Основни постижения и резултати от дисертационния труд са публикувани в национални и международни издания. Общия брой на статиите е пет, от които има една самостоятелна. Една статия е публикавана в международно издание с импакт фактор 0.934, две статии са публикувани в международни издания с импакт ранг (1.47 и 0.76), една статия е публикувана в материали на международна конференция и една статия – в материали на национална конференция.

## Структура и обем на дисертационния труд

Дисертационният труд е в обем от 178 страници, като включва увод, 5 глави за решаване на формулираните основни задачи, заключение, списък на използвана литература, 2 приложения, списък на основните приноси и списък на публикациите по дисертацията. Цитирани са общо 120 литературни източници, като 83 са на латиница, от които 3 са интернет адреси, и 37 са на кирилица. Работата включва общо 149 фигури и 4 таблици.

## **II. СЪДЪРЖАНИЕ НА ДИСЕРТАЦИОННИЯ ТРУД**

## УВОД

В Увода най-общо са очертани някои от основните научни и приложни проблеми на физика на плазмата и на тази база са изведени основната цел и задачи на дисертационното изследване.

# ГЛАВА 1. ОСНОВНИ ПОНЯТИЯ ОТ ФИЗИКА НА ПЛАЗМАТА

В глава 1 е направен кратък обзор на основните понятия от физика на плазмата, като: Степен на йонизация на плазмата  $\eta$ , Температура на плазмата в енергетични единици:  $T = kT_K$ , където  $T_K$  е абсолютната температура в K, а k е константата на Болцман, Радиус на Дебай  $r_D$ , Ленгмюрова честота  $\omega_L$ , параметър на неидеалност на плазмата  $\gamma$ .

Подчертано е, че в газовите разряди, наред с еластичните удари между частиците, енергията на електроните е достатъчна за възбуждане и йонизация на неутралите, т.е. да участват в нееластични взаимодействия. Това води до отклонение на тяхното енергетично разпределение от Максуеловото. В такива случаи най-доброто описание на свойствата на

плазмата се дава с функцията на разпределение на частиците по енергии  $F(t, r, \varepsilon)$ . Тя дава броя електрони в единица обем имащи енергии между  $\varepsilon$  и  $\varepsilon + d\varepsilon$ . Тогава (пренебрегвайки координати и време) нормализационната връзка за плътността на електроните *n* в изотропна стационарна плазма е:

$$\int_{0}^{\infty} F(\varepsilon) d\varepsilon = \int_{0}^{\infty} f(\varepsilon) \sqrt{\varepsilon} d\varepsilon = n$$
(1)

Функцията  $f(\varepsilon)$  често се споменава като функция на разпределение на електроните по енергия (ФРЕЕ) [1] или като вероятностна функция на разпределение на електроните по енергии [2] (ние ще се придържаме към терминологията, използвана в [1]). За изотропна плазма, тя носи същата информация за електронния газ както  $F(\varepsilon)$  и често се използва за представяне на измерените данни за енергетичното разпределение на частиците. ФРЕЕ представена в полулогаритмичен мащаб, позволява бързата визуализация на отклонението от Максуеловото разпределение, което е права линия при такова представяне [2].

# ГЛАВА 2. СОНДОВ МЕТОД ЗА ДИАГНОСТИКА НА ГАЗОРАЗРЯДНА ПЛАЗМА

В глава 2 е разгледан сондовия метод за диагностика на плазмата, като основните моменти в нея са:

#### Метод на Ленгмюровата сонда.

Електрическата сонда, използвана за първи път от Ирвин Ленгмюр (1923г.), е малък (спрямо размерите на плазмата и електродите) електрод (обикновено тънък проводник) поместен в плазмата. В работата е разгледана и използвана теорията за цилиндрична сонда. Интерес за нас представлява токът, протичащ през сондата, при подаване на определен потенциал от външен източник на напрежение върху него и връзката му с параметрите на несмутената плазма.

Сондата като материално тяло смущава плазмата в точката, в която се намира. Основният проблем при сондовите измервания е това смущение да е минимално или отчетено и от сондовия сигнал да се получи информация за несмутената от сондата област на плазмата. Сондовата техника е сравнително проста когато са изпълнени условията на "класическата" теория [3], разгледани в **Увода**. За сонди използвани при ниско налягане на газа (в диапазона от 0.1 Ра до 100 Ра), редица учени като Ленгмюр [4], Бом [5], Каган

[6] и други, развиват в своите работи както електронна така и йонна теория на сондовия метод, която добре се съгласува с експеримента.

В тази глава е разгледано измерването (фиг. 1.а) на волт-амперната характеристика на ленгмюрова сонда (фиг. 1.б) и начина на определяне на плазмените параметри от нея.





волт–амперна характеристика на единична сонла



Интересен за нас е участъкът CD. Тук електронният ток превишава по порядък йонния (това се дължи на различното енергетично разпределение на електрони и йони) и тогава приносът на йонния ток в сумарния може да се пренебрегне.

Показано е, че плътността на електронния сондов ток (участъка CD) при потенциал на сондата U спрямо потенциала на плазмата се описва с израза [6]:

$$j(U) = -\frac{2\pi e}{m^2} \int_{eU}^{\infty} (W - eU) f(W) dW, \qquad (2)$$

където  $W = \varepsilon + eU = \frac{mv^2}{2} + eU$ е пълната енергия на електроните със скорост v в слоя

около сондата.

При Максуелова ФРЕЕ, от наклона на волт-амперната характеристика в логаритмичен мащаб се определя температурата на електроните:

$$T_e = \frac{e}{k} \frac{\Delta U}{\Delta \ln |I_e|} \tag{3}$$

а концентрацията на електроните  $n_e$  – от стойността на сондовия ток  $I_0$  при потенциал на сондата, равен на потенциала на плазмата [7]:

$$n_e = \frac{4j_e}{e\bar{v}_e} = \frac{4I_0}{e\bar{v}_e S}, \qquad (4)$$

#### Формула на Дрювестейн

Съществен напредък в експерименталното определяне на ФРЕЕ е получено през 1930 год. от Дрювестейн [8]. Двукратно диференциране на уравнение (2), води до на формулата на Дрювестейн:

$$f(\varepsilon) = \frac{2\sqrt{2m}}{ne^3 S} \frac{d^2 I(U)}{dU^2}$$
(5)

Развитието на експерименталната техника направи възможно намирането на втората производна на сондовия ток І" [8] чрез преки измервания с достатъчно голяма точност.

#### Сондови измервания на ФРЕЕ при наличие на магнитно поле

В много различни съвременни технологии, като плазмохимия, ецване, плазмена полимеризация, отлагане на тънки диелектрични слоеве и т.н., е необходимо наличието на магнитно поле в диапазона 0.01 ÷ 0.1 Т. Добре известно е, че наличието на магнитно поле влияе на измерените сондови волт-амперни характеристики (ВАХ), и предимно на техните

електронни части, докато йонния ток на насищане остава незасегнат. В сондовия слой, електроните се движат по спирални траектории, така че дори при ниски налягания на газа вероятността за удари с неутрали се увеличава. В резултат на това електронният сондов ток намалява.

В тези случаи, поради ударите в сондовия слой, тълкуването на експерименталните данни, измерени с цел получаване на коректни стойности на плазмените параметри става по-сложно. От друга страна, познаването на реалната ФРЕЕ е от голямо значение за разбирането на физиката на процесите, протичащи в плазма при наличие на магнитно поле, като формирането на транспортни бариери, взаимодействия плазма - субстрат и т.н. Освен това, сондовият метод се използва често и при диагностика на пристенна термоядрена плазма.

Показано е, че в този случай електронния сондов ток се изразява чрез разширеното уравнение за електронния сондов ток:

$$I_{e}(U) = \frac{8\pi eS}{3m^{2}\gamma_{0}} \int_{eU}^{\infty} \frac{(W - eU)f_{\infty}(W)dW}{1 + \frac{(W - eU)}{W}\psi(W)}$$
(6)

Стойността на геометричния фактор у варира монотонно от 0,71 до 4/3:  $\gamma = 4/3$  когато  $\lambda, R_L >> R + d$  и  $\gamma = 0.71$  когато  $\lambda, R_L << R + d$  [9]. Тук  $R_L$  е Ларморовият радиус.

Важен параметър в уравнение (6) е дифузионният параметър  $\Psi$ . Той е безразмерна величина, чиято стойност нараства с нарастването на броя удари в сондовия слой. При наличие на магнитно поле *B*, дифузионният параметър  $\Psi = \Psi(B, W)$  зависи от свободния пробег на електрона  $\lambda(W)$  и Ларморовия радиус  $R_L(W, B)$ , както и от формата, размера и ориентацията на сондата спрямо магнитното поле.

За сонда разположена перпендикулярно и успоредно на магнитното поле, дифузионният параметър е [10,11]:

За по-сложни случаи на нехомогенна плазма (подвижна, турболентна, химически активна, и т.н.), има индикации [12,10,13], че дължината на сондата L в уравненията (7) трябва да бъде заменена с характерната дължина на нехомогенността L'. Това се отнася до оценката на дифузионния параметър за измервания на сондата в силно турбулентна термоядрена плазма, където дифузията в несмутената плазма се определя от дифузията на Бом. Тези предположения дават различни стойности за дифузионните параметри при термоядрена плазма:

Разгледани са граничните случаи по отношение на стойността на параметъра на дифузия: Когато  $\psi(B,W) \ll 1$ , (при липса или при много слабо магнитно поле), когато ФРЕЕ може да бъде определена с използването на формулата на Дрювестейн; Когато  $\psi(B,W) \sim 1$  (слабо магнитно поле) трябва да използваме втората производна на уравнение (6) и когато  $\psi(B,W) \gg 1$  (високи стойности на магнитното поле), като в този случай ФРЕЕ се представя с първата производна, вместо с втората, както е показано в [14,10,13]:

$$f(\varepsilon) = \frac{3\sqrt{2m\gamma}}{2e^3S} \frac{\psi}{U} \frac{dI_e}{dU}$$
(9)

Прецизното определяне на ФРЕЕ изисква стойността на плазмения потенциал  $U_{pl}$  да бъде известна. Разгледана е предложената в [15] детайлна процедура за точно определяне на плазмения потенциал.

# Влияние на замърсяването на повърхността на сондата, върху резултатите от измерванията на параметрите на електронната компонента на плазмата

Големият опит, натрупан от изследователите в областта на използването на сондите на Ленгмюр, е показал, че резултатите от измерванията на параметрите на електронната компонента и тяхната възпроизводимост, зависи от състоянието на повърхността на сондата. В процеса на измерването, на повърхността на сондата могат да се абсорбират газове от обкръжаващия я обем, да се отложат метални и диелектрични слоеве, може да стане отделяне на замърсяващи повърхността частици, под действието на заредени и възбудени частици от плазмата, поради повишаване температурата на сондата и т.н. Диелектрични слоеве могат да се образуват на повърхността на сондата даже при работа с инертни газове, поради използването на маслени помпи (полимеризация на парите на маслата), както и поради използването на органични материали в качеството им на елементи на газоразрядните вакуумни системи. Възможно е също така образуването на оксидни слоеве върху сондата при използване на емисионни (оксидни) катоди. Изключително високата чувствителност на сондовия метод за диагностика към свойствата на повърхността на сондата (фигура 2), ограничава възможността за приложението му в плазмохимични системи. Изменението на свойствата на повърхността на сондата води до преместване на нейната ВАХ по оста на напрежението, деформация на ВАХ, поява на хистерезис, изглаждане на "чупката" на ВАХ при преход от отрицателни към положителни потенциали на сондата спрямо потенциала на плазмата.



**Фигура 2**. Изменение във времето на ВАХ на сонда с растящ диелектричен слой: 1—5 — времена на растеж на слоя  $t_5 > t_4 > t_3 > t_2 > t_1$ 

От друга страна, при изучаване на кинетиката на израстване на слой, сондата може да се разглежда като подложка, а изкривяването на ВАХ на сондата, като параметър, позволяващ да се следи кинетиката на растежа на слоя. Счита се, че за първи път тази идея е била изпробвана в работата на Клаге [16].

Един от начините за изследване израстването на диелектрични слоеве е **Методът** на хоризонталните сечения. В работи [17-20] е развит сондовият метод за изучаване кинетиката на растеж и някои електрофизични свойства на диелектричните слоеве в тлеещ разряд на постоянен ток. Едно от основните достойнства на метода се състои в това, че той дава възможност да се изследват зависимостта на кинетиката на растеж на слоя от големината на потока, кинетичната енергия и знака на заредените частици, а в някои случаи и от големината на потока от неутрални частици.

За нагледност ще се възползваме от фигура 2, където е изобразено семейство ВАХ на сонда в различни моменти от растежа на слоя. Да направим сечение на семейството ВАХ с хоризонтална права  $i_{\rm pr}$  = const. Преходът от една ВАХ към друга означава, че за поддържане на постоянен ток на сондата, при увеличение на съпротивлението на слоя  $R_{\rm f}$ ,

съответно увеличаване на напрежението върху него  $i_{\rm pr}$ .  $R_{\rm f}$  е необходимо да се увеличава потенциала на сондата-подложка  $U_{\rm pr}$ . Потенциалът  $U_{\rm pr}$  се отчита спрямо плаващия потенциал  $U_{\rm fl}$ .

# ГЛАВА 3. ЕЛЕКТРОННА СИСТЕМА ЗА СОНДОВИ ИЗМЕРВАНИЯ В ТЕРМОЯДРЕНА ПЛАЗМА

Глава 3 е посветена на проектирането, изработката и внедряването на електронна система за сондови измервания в термоядрена плазма. За да се обосноват изискванията за сондовата система, накратко са разгледани основни моменти от проблематиката на Термоядрена плазма, устройства от типа Токамак, Плазма в пристенния слой на токамак, Режими на работа в плазмата: L-мод и H-мод. Разгледано е устройството на токамак COMPASS в Института по физика на плазмата на Чешката академия на науките, гр. Прага (фигура 3.а). Сондовата система е предназначена за измерване на волт-амперна характеристика на сонда на Ленгмюр в пристенната плазма, в диверторната област (фигура 3.б), на токамак COMPASS.



Фигура 3.а. Общ изглед на токамак COMPASS



**Фигура 3.б.** Диверторна сондова система на токамак COMPASS.

Проектиране на електронна система за сондови измервания в термоядрена плазма.



Фигура 4 Блокова схема на електронна система за измерване на волт-амперна характеристика на сонда на Ленгмюр

На фигура 4 е представена блоковата схема на електронна система за измерване на волт-амперна характеристика на сонда на Ленгмюр [21] Използван е класическият метод за измерване на сондова волт-амперна характеристика, тъй като практиката показва, че той дава най-добри резултати при голямо съотношение сигнал-шум. Сигналът от генератор на триъгълно или стъпаловидно напрежение се подава към усилвател на мощност. Изходът на усилвателя на мощност е свързан през шунтов резистор към сонда на Ленгмюр. По този начин се извършва модулация на потенциала на сондата. С помощта на диференциален усилвател се измерва и усилва пада на напрежение върху шунтовото съпротивление, предизвикан от протичащия през сондата ток, и вече усиленият сигнал се подава към вход на аналогово-цифров преобразувател. Сигналът от изхода на усилвателя на мощност се дели от резисторен делител до подходяща за измерване стойност и се подава на друг вход на аналогово-цифровия преобразувател. По този начин, извършваме запис паралелно във времето, на потенциала на сондата и тока през нея. Чрез елементарна допълнителна обработка, от тези два сигнала, можем да получим сондовата волт-амперна характеристика.

Блокът диференциален усилвател (**фиг. 4**) може да бъде разгледан, като съставен от няколко отделни подблока, представени на **фигура 5**.



Фигура 5 Блокова схема на диференциалния усилвател

На фигура 6 е представен начина на свързване на диференциалния усилвател в сондовата верига в условията на експеримента.



Фигура 6. Блокова схема на сондовата верига за диверторните сонди на токамак COMPASS.

При проектирането на диференциалния усилвател е отделено внимание на защитата от свръх-напрежения на входа. Такава защита се налага, тъй като, при разкъсването на плазмения шнур, в края на разряда, в обема на камерата на токамака се получават огромни потенциални разлики. Това понякога довежда до електрически разряд между сондата и остатък от плазмения шнур. Времето на живот на такъв тип разряд е много малко (от порядъка на 1µs). За съжаление обаче, този разряд поврежда необратимо диференциалния усилвател. При тестовете на първите образци на диференциалните усилватели, такава защита отсъстваше. Въпреки малката вероятност от разряд към сондата, в рамките на един месец се повредиха четири от диференциалните усилватели. При анализ на експерименталните данни беше установено, че ако угасването на плазмения разряд съвпада по време с максимален потенциал на сондата спрямо плазмения потенциал, вероятността за възникване на разряд към сондата е най-голяма. В Приложение 1 на дисертацията е представена принципната електрическа схема на блока диференциален усилвател. Защитата на входовете от свръх-напрежения е реализирана с използването на двупосочни супресори 6КЕ150СА (D1 и D2). За входно стъпало е избран монолитен диференциален усилвател AD629B на Analog Devices. Той има коефициент на подтискане на синфазните сигнали почти 90dB при честота 1kHz (максималната работна честота на системата). Теоретично, това означава, че при синфазен сигнал от -100V, грешката в изхода на диференциалния усилвател ще е 3.2% (при йонен ток на насищане около 100mA – шунтов резистор 1 $\Omega$ ). Ширината на честотната лента на AD629B покрива честотната лента на измервания сигнал. Също така, този монолитен диференциален усилвател може да работи при входен синфазен сигнал до ±270V. Има защита на входовете за синфазен сигнал до ±500V и диференциален сигнал до ±500V. Захранващото напрежение на схемата представена в **Приложение 1** е ±15V.

С цел по-висока компактност на изделието, блокът "шунтово съпротивление" от фигура 6 е интегриран в схемата на диференциалният усилвател, както се вижда на принципната електрическа схема представена в **Приложение 1** (R1). Избираме шунтов резистор със стойност на съпротивлението 1 $\Omega$ . Тази стойност е удобна за последващата обработка на експерименталните резултати.

Блокът "постояннотоков усилвател" от **фигура 6** е реализиран в принципната схема, с използването на операционен усилвател OPA27 (U2), свързан в схема на неинвертиращ усилвател. Потребителят има възможност да избира между два коефициента на усилване - 2 и 4.

Реализирани са и четири двуполюсни (40dB/dec) нискочестотни филтъра Butterworth (схемно решение Sallen – Key), с полюсни честоти 10kHz, 20kHz, 50kHz и 100kHz. Посредством джъмпери можем да избираме кой от филтрите да е включен в изхода на устройството, а можем да изберем и да няма включен филтър.

Всеки канал от проектираната система разполага със собствен захранващ блок, което позволява свързването на отделните канали към сонди с отместени по потенциал опорни електроди. Използвани са линейни захранващи блокове с цел избягване на нежелан шум.

Бяха проектирани и буфери, които да бъдат инсталирани между изхода на сондовата система и системата за запис на данни на COMPASS за съгласуване на входно и изходно съпротивление на устройствата.

Печатните платки на проектираната система са представени в Приложение 1 на дисертацията.

Проектираната система разполага с общо 60 канала за сондови измервания. 39 от тези канали са предвидени за използване с диверторните сонди. Останалите канали се използват за измерване със сонди, разположени в други области на токамака. На **фигура 7** е представена снимка на наситена печатна платка. На една печатна платка са реализирани два канала за сондови измервания.



Фигура 7 Наситена печатна платка от сондовата система.

Шестдесетте канала на сондовата система са разпределени в три 3U кутии за монтиране в шкаф, по 20 канала в кутия. Захранващите модули са монтирани на гърба на кутиите. На **фигура 8** е представена снимка на готовата система.





**Фигура 8.а** Снимка на готовата система

Фигура 8.6 Снимка на опроводената и въведена в експлоатация сондова система в залата на токамак COMPASS

С използването на създадената и описана 60 канална сондова система, за пръв път е показано, от научния колектив на доц. Цвятко Попов от Физическия факултет на СУ "Св. Климент Охридски", че в диверторната област на токамак COMPASS, ФРЕЕ се различава от Максуеловата и може да се представи като би-Максуелова. До сега се е предполагало, че ФРЕЕ в токамак са Максуелови. Подобни резултати с използването на тази сондова система са получени и в хоризонтално и вертикално направление в SOL на токамак COMPASS [22].

# ГЛАВА 4. ИЗМЕРВАНИЯ С ЛЕНГМЮРОВА СОНДА В АРГОНОВА И КИСЛОРОДНА ПЛАЗМА В ПРИСЪСТВИЕ НА МАГНИТНО ПОЛЕ

Глава 4 е посветена на проектиране и изработване на електронна сондова система за измерване на ФРЕЕ по метода на втората хармонична. С нея са направени измервания в аргонова и кислородна газоразрядна плазма в присъствие на магнитно поле. За тази цел тук са разгледани методите за измерване на втората производна на сондовия ток и поподробно метода на втората хармонична [23], както и инструменталната функция на метода [24,29].

Блокова схема на създадената сондова система, за измерване на ФРЕЕ по метода на втората хармонична е показана на **фигура 9**.



Фигура 9. Блокова схема на сондовата система, за измерване на ФРЕЕ по метода на втората хармонична

Преди започването на работа по този експеримент, в лабораторията разполагахме със селективен усилвател (СУ) UNIPAN 237 и синхронен детектор (СД) Stanford Research Systems SR 810 DSP Lock-in Amplifier. При наличието в лабораторията на прецизен селективен усилвател и синхронен детектор за целите на експеримента, задачата за реализиране на електронна система за измерване втората производна на сондовия ток се свежда до проектиране и изработване на микропроцесорната система, генератор на синусоидален сигнал, удвоител на честота и ниско, и високочестотни филтри. Беше създадено и програмно осигуряване, неоходимо за управлението на цялата системата.

Ако разгледаме блока "Микропроцесорна система за управление" като отделно устройство от електронната сондова система, то можем да синтезираме блокова схема на функционалните му възли. На фигура 10 е представена тази блокова схема:



Фигура 10. Блок-схема на "Микропроцесорна система за управление"

В зависимост от положението на аналоговия ключ К (фиг.9) системата има възможност да измерва волт-ампрени характеристики на разряда или да проведе измерване по метода на втората производна. При измерване на волт-ампрени характеристики се подава напрежение от външен източник, управляван от микроконтролера, към опорния електрод и през сондата протича ток, който се измерва от *преобразувател на ток в напрежение* (I $\rightarrow$ U). Имаме възможност за избор на четири различни стойности за коефициента на преобразуване – 100, 1000, 10000 и 100000.

*Микроконтролерът* има за задача да извършва управлението на DDS синусоидалния генератор, източника на напрежение за опорния електрод и да извършва измерването на аналоговите сигнали от изходите на аналоговата част от схемата. Също така микроконтролера се грижи за изпращането по сериен интерфейс на измерените величини към персонален компютър. За главния микроконтролер и копроцесора сме избрали ATMEGA328P.

Серийният канал за връзка с персонален компютър е галванично развързан, с цел повишаване на шумоустойчивостта на системата. Това е реализирано посредством използването на едноканални 10 Mbit оптрони 6N137.

Функцията на *копроцесора* е да управлява DDS синусоидалния генератор, без да се ползва от процесорното време на основния микроконтролер. Комуникацията между главния микроконтролер и копроцесора се осъществява по I<sup>2</sup>C.

За DDS генератора е използван готов модул. Генератора на сигнал е реализиран на базата на ИС AD9835. Потребителят има възможност да настройва синусоидален сигнал от 1 Hz до 50 MHz със стъпка 11,64 mHz.

Принципните електрически схеми на блок "Микропроцесорна система за управление", както и принципните схема на всички останали проектирани модули от сондовата система за измерване на ФРЕЕ по метода на втората хармонична, са представени в **Приложение 2** на дисертацията.

За управлението на цялата сондова система, беше създаден виртуален инструмент, чрез използването на софтуерния пакет LabVIEW. За целта беше използван драйвър за LabVIEW, съвместим с фамилията микроконтролери ATmega 8, с помощта на който, виртуалния инструмент да комуникира с "Микропроцесорната система за управление". Беше написан фърмуер за основният микроконтролер, който осигурява комуникацията му с LabVIEW, както и фърмуер за копроцесора, който да осигури комуникацията му с основния микроконтролер. Предният панел на разработения виртуален инструмент (ВИ) за измерване и следене на плазмените параметри е представен на фигура 11. ВИ е оборудван с всички необходими прибори върху контролния панел, позволяващи пълно управление на измерването. Предвидени са дисплеи за изчертаване в реално време на волт–амперната характеристика на плазмата и втората производна на сондовия ток.



Фигура 11. Преден панел на ВИ

#### Експериментални резултати

В много съвременни технологии, като плазмохимия, плазмено ецване, отлагане на тънки слоеве и др., се използват все по сложни видове плазма, като например електроотрицателна или плазма в магнитно поле. Използването на Ленгмюрови сонди при такива неблагоприятни условия все още е обект на дискусии [30-33]. Един от проблемите при сондови измервания в електроотрицателна плазма (например кислороден газов разряд) е да се отдели сигнала възникващ в следствие на отрицателните йони от електронната част в сондовите измервания на ФРЕЕ по метода на втората производна

За изясняване на този проблем бяха направени измервания на експериментална установка в Любляна, Jožef Stefan Institute, Словения със създадената електронна сондова

система за измерване на волт-амперни характеристики и ФРЕЕ по метода на втората хармонична.

Плазмата се създаваше в разрядна тръба от неръждаема стомана с дължина 1.5 m и диаметър 0.17 m с горещ катод (фигура 12). При разряд в аргон се използваше волфрамова цилиндрична сонда с радиус  $R = 1 \times 10^{-4}$  m и дължина  $L = 5 \times 10^{-3}$  m, а за кислородния разряд - платинена сонда с радиус  $R = 0.5 \times 10^{-4}$  m и дължина  $L = 5 \times 10^{-3}$  m. Сондите се разполагаха в центъра на разрядната тръба. Повърхностите на сондите се почистваха с йонна бомбардировка, като към тях се прилага висок отрицателен потенциал (-100V), преди всяко измерване на ВАХ. Измерванията се провеждаха със сонда ориентирана паралелно и перпендикулярно спрямо магнитното поле. Стената на разрядна тръба е заземена. На катода се подава отрицателно напрежение -35 V и се поддържа постоянен ток на разряда от 2 А. Аксиалното магнитно поле *B* се създава от соленоид в границите от 0.01 T до 0.1 T. За работни газове се използваха аргон и кислород при налягания в интервала p = 0.03 - 0.8 Pa.



Фигура 12. Схема на експерименталната установка.

Първо са проведени измервания в аргонов разряд (при отсъствие на отрицателни йони), с цел да се получат резултати за сравнение с измерванията в кислороден разряд, където се очаква висока плътност на отрицателните йони. След това са направени измервания в кислороден разряд с успоредна (Фигура 13 а) и перпендикулярна на магнитното поле сонда (Фигура 13 б).



**Фигура 13 а** Втора производна (точки) на експериментална ВАХ измерена със сонда разположена успоредно на магнитното поле, моделна втора производна (плътна линия) на електронната компонента и пик от отрицателните йони (квадратчета).

**Фигура 13 б** Втора производна (точки) на експериментална ВАХ измерена със сонда разположена перпендикулярно на магнитното поле в кислороден разряд, моделна втора производна (плътна линия).

Параметрите на електронната фракция – температура на електроните  $T_e = 2.7$  eV, електронна плътност  $n_e = 2.8 \ 10^{16} \text{ m}^{-3}$  и потенциал на плазмата  $U_{pl} = 5.8 \text{ V} - \text{са определени}$ използвайки опашката на втората производна при висок отрицателен потенциал на сондата и локален максимум около -10 V, използвайки разширения метод на втората производна [33,34]. Пикът близо до потенциала на плазмата при измерванията с успоредна сонда (**Фигура 13 a**) се дължи на регистрирането на отрицателни йони на кислорода  $O^{-}$ [35-37]. При тези стойности на магнитното поле и при тази ориентация на сондата, пикът е ясно отделен от електронната част на втората производна - за отрицателните йони Ларморовия радиус е  $R_L^{O-} = 0.08\sqrt{\varepsilon}$  m и константната част на дифузионния параметър е  $\psi_0^{O-} = 0.05$ , докато за електроните е  $R_L^e = 4.8 \ 10^{-4} \sqrt{\varepsilon}$  m и  $\psi_0^e = 8$ . Пикът е симетричен и съответства на формата на инструменталната функция използвана в метода за диференциране [34]. Това се дължи на факта, че температурата на отрицателните йони е близка до стайната температура (0.026 eV), докато полуширината на инструметалната функция в този случай е 1 V. Ето защо, определянето на температурата на отрицателните йони от получените експериментални данни не е възможно. Доколкото нормираната на единица апаратна функция запазва площта на пика, от нея може да се определи тяхната концентрация. Поради това, електронната част на втората производна е силно подтисната, докато частта на отрицателните йони практически не е повлияна от магнитното поле.

Когато дифузионните параметри за електроните и отрицателните йони са по-малки от единица е невъзможно да се различат отделните фракции от заредени частици и следователно, да се определят прецизно техните плътности. Пример за такъв случай е показан на фигура 13.6, където са представени резултати от измерване със сонда перпендикулярна на магнитното поле.

Като обобщение можем да кажем, че за успешно измерване на концентрацията на отрицателните йони в газоразрядна плазма с успех може да се използва подходяща ориентация на ленгмюровата сонда при прилагане на относотелно слабо магнитно поле.

# ГЛАВА 5. ИЗСЛЕДВАНЕ ИЗРАСТВАНЕТО НА ТЪНКИ ОКСИДНИ СЛОЕВЕ НА АЛУМИНИЯ В ПОСТОЯННОТОКОВА ПЛАЗМА Плазмата

намира широко приложение в електронното производство при технологични процеси за създаване на покрития или обработка на повърхности. Приложението на нискотемпературната плазма придоби голямо значение в последните десетилетия и разшири границите на възможностите в различни производства. Съществуват редица технологични процеси, съпроводени с използване на реактивна плазма, променяща повърхността до получаване на нови слоеве и свойства, например превръщане на Та в TaN, Al в AlN и др.

От гледна точка на микроелектрониката интерес представлява алуминиевият оксид. Окислението на алуминий и получаване на оксиден филм в газоразрядна плазма е слабо изучено. В работата сондата се използва като подложка, а изкривяването на ВАХ на сондата, като параметър, позволяващ да се следи кинетиката на растежа на слоя.

Също така, представлява интерес изследването на поведението на газовия разряд при предварително покриване на катодната повърхност с оксиден слой.

За провеждане на такива изследвания след експериментите в Любляна, се наложи да се създаде сходна опитна постановка и в България.

Вакуумна инсталация, реактор и соленоид

Беше създадена опитна постановка, позволяваща извършване на сондова диагностика на разряда, както с, така и без наличие на магнитно поле. Разрядната тръба (реактор) позволява също така, извършването на някои плазмохимични процеси в нея.

На фигура 14. е представена на изградената вакуумна инсталация:



**Фигура 14.а** 1 - едностъпална ротационна помпа; 2, 4, 7, 9 и 13 -спирателни кранове; 3 и 8 – буферни обеми; 5 – плазмен реактор; 6 – Рігапі вакуум измервател; 10 и 14 – иглени вентили; 11 и 15 – редуцил-вентили; 12 и 16 – бутилки под налягане с работни газове.



Фигура 14.6. Общ изглед на вакуумната инсталация.

Соленоидът на фигура 14.6 разполага с десет секции с намотки. Намотките са изчислени така, че при захранване на отделните намотки с еднакъв ток, магнитното поле в соленоида да бъде хомогенно по оста му.

За целите на експеримента бяха проучени и подробно дискутирани в дисертацията конструктивните решения на плазмения реактор. Бяха проектирани и реализирани два плазмени реактора със сходна конструкция (фигура 15.а):



Фигура 15.а 1 – базови фланци на реактора; 2 – гривни на стъклената тръба; 3 – носач на анода; 4 – анод; 5 – носач на сондата; 6 – катоди; 7 – носач на катода; 8 – сонда; 9 – щуцер за носача на сондата; 10 – щуцер за носача на анода; 11 – газова магистрала за измервателя на налягане; 12 – входна газова магистрала; 13 – изходна газова магистрала; 14 – стъклена тръба.



**Фигура 15.6**. Сонди. 1 – платинена цилиндрична сонда; 2 – дискова алуминиева сонда.

С цел изследване на плазмените параметри в магнитно поле, плазмените реактори бяха проектирани така, че да могат да бъдат поставяни в соленоида. Изработени са от немагнитни материали за да не изкривяват полето.

Бяха изработени сонди (**Фигура 15.6**) с помощта, на които да се извършват сондовите измервания в създавания разряд. Сондите, използвани за целите на експеримента са две, монтирани на един общ носач - кварцова тръба с външен диаметър 5 mm и вътрешен - 3,1 mm. Първата сонда представлява платинена нишка с диаметър 100µm и дължина 5mm. Втората сонда е дискова алуминиева сонда, с диаметър на диска 3mm и дебелина 100µm.

#### Подготовка на образците за изследване.

Следващата стъпка бе подготовката на алуминиеви образци, които да бъдат използвани като подложка. Необходимо бе да се отчететат чистотата на алуминия, гладкостта на повърхността и наличието на естествен оксид. За получаване на качествен и максимално хомогенен оксиден слой е важно, чистотата на алуминиевата подложка да е висока. Използваният за изготвянето на подложките алуминий е с чистота 99.5%.

За изследване на получения оксиден слой спомага високата гладкост на подложката. Това налага полиране на образците в няколко етапа – механично и електрохимично. След полирането, до употребата на вече изработената подложка (сонда), минава време, през което подложката може да се замърси. Това налага, преди монтирането и в реактора, тя да бъде почистена. Почистването се извършва по следния начин: Първо подложката се почиства със спирт с цел отстраняване на мазнините, които може да са попаднали върху нея. След това се извършва почистване на естествения оксид на алуминия. Почистването на естествения оксид се извършва чрез химическо ецване в разтвор на натриева основа с концентрация 100g/l. За минимално въздействие на NaOH върху херметизацията на сондата към бързата връзка, ецването на оксида се извършва с капка от разтвора, след което сондата се почиства с дестилирана вода и спирт.

Както беше казано в Глава 2, химическото почистване на сондата не е най-добрият метод за нейното почистване. След херметизацията на сондата в обема на реактора, към нея прилагаме висок отрицателен потенциал (-100V спрямо опорния електрод), като по този начин почистваме повърхността и с йонна бомбардировка. Предходното химическо почистване на повърхността, намалява времето необходимо за пълното и' почистване с йонна бомбардировка.

С новоизградената система първоначално бяха извършени тестови измервания на волт-амперни сондови характеристики с цилиндричната платинена Ленгмюрова сонда, разположена в радиално направление и в центъра на разрядната тръба при отсъствие на магнитно поле.

При сравнение на измерванията с цилиндричната сонда и тези с плоска сонда прави впечатление по-ниската стойност на сондовия ток около плазмения потенциал и завишената около 2 пъти температура на електроните при резултатите от плоската сонда. Това може да се обясни с влиянието на големия и' размер (3 mm диаметър) - при този размер стойността на параметъра  $\Psi$  нараства и електронния сондов ток се описва вече не с "класическата", а с разширената формула за електронния сондов ток.

# Изследване израстването на тънки оксидни слоеве на алуминия по метода на хоризонталните сечения.

Бяха снети последователно волт-амперни характеристики в аргон-кислородна плазма през равни интервали от време с алуминиева сонда. На **фигура 16** са представени тези характеристики. Кривата в синьо е първата измерена, а тази в червено последната, с интервал между отделните характеристики във времето 520,8 sec.

Отместването на волт-амперните характеристики във времето е признак на "замърсяването" на сондата, дължащо се на покриването и' с резистивен (оксиден) филм. Предвид че разполагаме със запис на времето за всяка точка от проведените измервания, възстановихме промяната на "относителното" съпротивлението на сондата, която е представена на фигура 17:



Фигура 16. Семейство волт-амперни характеристики с интервал между тях – 520,8 sec. Напрежение между електродите – 307V; Разстояние между електродите – 80mm; Ток на разряда – 12mA; Разстояние сонда-анод (опорен електрод) – 40mm; Газова смес – 90%Ar / 10 O<sub>2</sub>; Налягане – 1 mBar;



Фигура 17. Промяната на "относителното" съпротивлението на сондата във времето.

Както се вижда от **фигура 17**, в следствие на окислението, за поддържане на определен ток през сондата, трябва да се променя потенциала и'. Изхождайки от това, експеримента се свежда до обратната задача - задаване на определен ток през сондата от генератор на ток и запис на промяната на потенциала и във времето. Бяха направени серия от експерименти с различни сонди. Сондите бяха изготвени по описаният по-горе метод, като едната страна на диска е изцяло изолирана, а другата е защитена наполовина с метална маска. Беше използвана и платинена сонда за референтна. Параметрите на разряда и тока през сондата са представени в таблица 1.

	Налягане	Ток на разряда	Ток през сондата	Ar	O <sub>2</sub>
	[mBar]	[mA]	[mA]	[%]	[%]
Сонда 1	1	12	1	90	10
Сонда 2	1	12	0,5	90	10
Сонда 3	1	12	0,5	90	10
Сонда 4	1	12	0,5	80	20
Сонда 5	1	12	0,5	80	20
Платинена сонда	1	12	0,5	80	20

Таблица .1. Параметри на разряда и тока през сондите за серията от измервания.

При платинената сонда практически нямаше промяна на потенциала при приложен постоянен ток към нея, което говори, че нямаме окисление и допълнително замърсяване на повърхността на сондата.

След приключване на експериментите по окисление на плоските алуминиеви сонди, са проведени изследвания, за наличието на оксиден слой и определяне на параметрите на получения оксид. Преди и след сваляне на маската образците са наблюдавани оптично. След сваляне на маската, образците са монтирани на специални държатели с цел по лесна работа с тях. Държателите са проводими, за да може образуваният оксиден слой да бъде изследван с помощта на метода на повърхностните потенциали. По оптичен път е търсен раздела между окислена и неокислена повърхност за всеки един от образците. За всеки образец наблюдението е извършвано с микроскоп МИК4 позволяващ металографски анализ, наблюдение в светло и тъмно поле (перпендикулярно и странично засветяване) и инфрачервено наблюдение.

На фигура 18 са представени снимки от оптичното наблюдение с микроскоп за образец №1. Ясно личи линията на раздела между окисляваната повърхност на сондата и защитената под маската повърхност.





**Фигура 18**. Контур на границата на раздела на маската: 1 - окислявана повърхност, 2 – повърхност която е била защитена от маската, 3 - линия на раздела, 4 - изпъкнал дефект.

Извършен е електронномикроскопски анализ в зоната на границата между окислена и неокислена повърхност За анализа, от всяка сонда е изрязано парче обхващащо обработена и необработена част След това са изготвени специални образци, при които, отрязаното от подложката парче е огънато за да се получи напукване на оксида позволяващо измерване на лома. Резултатите от анализа са представени на фигури 19:



Ръб на среза в плоската част. Образец №3



Ръб на среза в зоната на огъването. Образец №3.





Ръб на среза в зоната на огъването. Образец №2

#### Фигура 19.

При направените анализи на снимките от електронния микроскоп, не бе открит оксиден слой или напукване на такъв. Изводът може да бъде, че при наличие на оксид, дебелината му е под 100 нанометра и той е достатъчно еластичен, за да се огъва заедно с основата. От друга страна, гладкостта на изготвените проби за анализ, не позволи наблюдение с голямо увеличение.

Допълнително е извършен EDX анализ за елементния състав на повърхността и е търсено наличие на увеличено съдържание на кислород. <u>Анализът е на повърхността и на среза.</u> Резултатите от този анализ са представени на **фигура 20**.





а) EDX анализ на образец № 5 в плоската част

**б)** EDX анализ на образец № 2 в зоната на огъването



в) EDX анализ на образец № 3 в зоната на г) EDX анализ на образец № 3 в зоната на огъването.

#### Фигура 20

От фигури 20 а, б и г се вижда, че няма разлика в концентрацията на кислорода по повърхността на сондата и повърхността на среза. На фигура 20.6 се вижда, че има еднакво съдържание на алуминий по повърхността на сондата и повърхността на среза. На фигура 20.6 се вижда също така, наличие на примес от силиций в материала на образеца. При този анализ не бяха констатирани големи разлики в концентрацията на кислород от двете страни на контура на среза (обработена част и срез). Това се дължи едновременно на малката дебелина на израстналия слой и на недостатъчната разрешаваща способност на използваната апаратура.

Образците са изследвани и на атомно-силов микроскоп. Поради голямата им грапавост спрямо очакваните дебелини на получения оксид, изследването на топографията на повърхността не даде добър резултат. Поради тази причина, беше приложен метода на повърхностните потенциали.

Картирането на повърхностния потенциал с атомно-силов микроскоп (Scanning Kelvin Probe Microscopy) е метод с много висока разделителна способност (nm), който се използва за изследване на корозия на метали, поради диелектричните свойства на оксидните покрития получени върху металите в процеса на корозия. Картирания повърхностен потенциал представлява потенциала между сканираната повърхност и върха на кантеливъра.

Поради ограниченото време за използване на атомно силовия микроскоп, бяха направени изследвания само на две случайно избрани проби – проба 3 и проба 5. Цветните диаграми на топографията, на фигура 21 (а), (с) и (е), получени при сканиране на три случайни местоположения по границата между образувания слой от алуминиев оксид (лява половина) и повърхността от чист алуминий (дясна половина), от проба 5, показват наличие на сравнително тънък слой с променлива приблизителна дебелина между 40 и 80 nm.

Поради тази малка дебелина и грапавоста на пробата от алуминий, образувания слой от алуминиев оксид е трудно забележим – по-светла лява половина. От друга страна, цветните диаграми на повърхностния потенциал (фигура 21 (b), (d) и (f)) показват

значително по-ясно наличието на слоя от алуминиев оксид поради диелектричните му свойства за разлика от носещия метал (Al) – по-нисък повърхностен потенциал (по-тъмна област) отляво, дължащ се на наличието на слоя от алуминиев оксид.



c)

e)

b) V 🖉 🔎 📂 400.0 1: Height Sens d) 0 1: Height Sens 4: Potential f) 71t 🔎 📩 800.0 1: Height Senso

Фигура 21. Топография (а,с и е) и повърхностен потенциал (b, d и f) на 3 случайни местоположения по границата между зона с израстнат слой от алуминиев оксид (лява половина) и неокислена зона от алуминий (дясна половина) от проба 5 с държача на сонадата разположен нагоре.

Използваният за изследване на пробите атомно-силов микроскоп е Bruker DIMENSION ICON, снабден с SCM-PIT, покрит с проводимо покритие и резонансна честота около 80 kHz Пробите са заземени към основата на микроскопа. Цветните диаграми на топографията и повърхностния потенциал са подложени на корекция на наклона и експортирани в JPG формат.

В резултат на проведените експерименти и измервания е констатирано образуване на оксиден слой върху повърхността на алуминия в постояннотокова кислородна плазма и възможност процеса да бъде проследен чрез използване на подложката като сонда. Пълни изследвания на параметрите на получения оксид не са проведени поради ограничение в избора на подложки с гарантирани параметри и ограничение в апаратните възможности за изследване на свръхтънкия оксид. Изследванията ще продължат с подбор на материал и форма на сондите и създаване на модел за процеса, които са извън рамките на настоящата дисертация.

Определен интерес представлява и поведението на диелектрично покритие върху алуминий при наличие на електрическо поле. Тези въпроси са изследвани от гледна точка на пробивно напрежение при електролитни кондензатори и други, но практически няма сведения за поведението на един нов материал, наноструктуриран оксид на алуминий, в газоразрядна плазма. Този материал може да се разглежда и като мета диелектрик представляващ диелектрична матрица с наноразмерни отвори. В настоящата работа, чрез сравнителен анализ, е изследвано в качеството му на електрод, поведението на чист алуминий, алуминий защитен с плътен оксид и алуминий покрит с наноструктуриран оксид, при запалване на постояннотокова неутрална (Ar) плазма.

За целите на експеримента е използван реактора разгледан в началото по-горе. В качеството на експериментални обекти са използвани алуминиеви електроди (катоди) изработени от технически алуминий. Изработени са три вида електроди с еднакви размери, като единият е покрит с плътен оксид, вторият с нанопорьозен и третият е чист (фиг. 22).



Фигура 22. Електроди покрити с плътен оксид (1), нанопорьозен (2) и непокрит с оксид (3).

Проведени са експерименти за запалване на разряда през всеки един от трите вида електроди. Процесът е заснеман с камера Finepix HS30EXR скорост на кадрите 160/сек. Анализирани са видеоизображенията и са съпоставени с електрическите параметри, и по конкретно потенциала на запалване. На фигура 23 са представени пробивните напрежения за различните електроди от номера на теста.



Фигура 23. Пробивни напрежения за различните електроди от номера на теста.

За отчитане влиянието на повърхността на електрода е проведена втора серия експерименти при които са изготвени електроди с полирани повърхности. Извършена е два вида полировка – механична и електрохимична. Механичната полировка е извършена абразивно до ниво с номер 4000. Електрохимичното полиране е извършено за една минута при 20 V напрежение, 5°C и катод от неръждаема стомана. Електролитът е смес етилов алкохол към перхлорна киселина  $C_2H_5OH:HClO_4 - 4:1$ . Отново е извършено електрохимично израстване на плътен и порьозен оксид. Направени са по десет теста за всеки от типовете електроди (покрит с плътен оксид, с порьозен оксид и чист алуминий). Съществена разлика при получените стойности на пробивните напрежения за полирани и неполирани електроди няма.

Същият експеримент е повторен и с електроди с чела от чист алуминий (99,999%). При електроди от чист алуминий, средно и за трите вида електроди , имаме по-високо пробивно напрежение. Тази разлика може да се дължи на два ефекта – намалено изкривяване на полето при чистия алуминий поради закритите странични стени и по-малка концентрация на локални дефекти в самия оксид, което е по-вероятно.

Извършен е и микроскопски анализ на кратерите получени получени в оксида в следствие на разряда. Образците са изследвани и на електронен микроскоп (фигури 24).



Електронномикроскопска снимка на пробив в плътен оксид върху технически алуминий.



Електронномикроскопска снимка на характерен пробив в порьозен оксид върху технически алиминий с образувана алуминиева сферичка на дъното на кратера





EDX анализ на повърхността на пробив в порьозен оксид върху технически алуминий.



EDX анализ на пробив в плътен оксид върху технически алуминий



Повърхност на плътен оксид технически алуминий след пробиви. Пробивите не са в структурния дефект (1), а в равнината (2).

#### Фигури 24

При електронномикроскопския анализ е констатирана разлика между пробивите при плътен оксид и при нанопорьозен. При плътния оксид кратерите са с неправилна форма, а при порьозния с по-равномерни стени.

При последвалия EDX анализ е констатирано, че при пробив нямаме изхвърляне на алуминий върху периферната диелектрична повърхност. Наличието на злато е в следствие от метализацията направена с цел предпазване от натрупването на електрони при анализа. Алуминий има върху всички площи. Кислород не се наблюдава вътре в пробива, което говори, че там оксида е напълно разрушен. Няма завишена концентрация на алуминий по периферията на кратера, което означава, че там няма изхвърлен разпрашен алуминий.

Пробивите при порьозен оксид са със значително по-равномерен ръб. Характерно за пробивите в порьозен оксид е образуването на алуминиева сферичка на дъното на кратера. Както споменахме по-горе, при плътния оксид върху технически алуминий се наблюдават повърхностни дефекти. След провеждането на експеримента и след анализ на електродите се установи, че пробиви в плътния оксид настъпват в равнината между дефектите но не и в самите дефекти.

В резултат на проведените експерименти в постояннотокова плазма, е потвърдено, че използването на сондата като подложка, позволява да се проследява процесът на израстване на плътен оксид на алуминия с малка дебелина. Промяната на напрежението на подложката при зададен постоянен ток през нея е параметър, позволяващ ни да следим израстването на слоя Тока подаден към подложката е параметър позволяващ ни да управляваме скоростта на израстване на слоя. При използване на подложки с определена чистота е възможно прилагането на метода като технологичен.

Експерименталното изследване на запалването на разряда при електроди покрити с оксид показа две зависимости: Очаквано междинно положение на пробивното напрежение

при нанопорьозен оксид, което дава възможност за управление на напрежението на запалване на разряда чрез управление дебелината на този оксид; Специфичен разряд при запалване на плазмата и характер на пробивите. Това би позволило създаване на контролируеми елементи с разрядно действие.

## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Като обобщение на изложеното в дисертационен труд може да се каже следното:

В Увода са разгледани най-общо основните типове плазма и някои техни приложения. Изяснено е, че за получаване на пълна информация за поведението на плазмата е необходимо да се знае функцията на разпределение на различните по вид частици по енергии. Посочено е, че един от основните методи за измерване на функцията на разпределение на електроните по енергии (ФРЕЕ) е сондовият метод и са разгледани условията за приложение на "класическата" сондова теория. Разгледани са насоките за понататъшното и развитие.

На тази база е формулирана и основната цел на дисертационното изследване като изследване параметрите на плазма чрез микросонди когато плазмата се намира в магнитно поле и когато на повърхността на сондата протичат плазмохимични реакции.

Въз основа на това са формулирани и задачите за изпълнение на основната цел на дисертационното изследване.

В Глава 1 са представени някои основни понятия от физика на плазмата.

В Глава 2 е направен обзор на класическия сондов метод за диагностика на плазамата. Осбено внимание е отделено на сондовите измервания при отклонение от изискванията на класическата теория, а именно на сондови измервания на ФРЕЕ при наличие на магнитно поле и влияние на замърсяването на повърхността на сондата, върху резултатите от измерванията на параметрите на електронната компонента на плазмата.

Глава 3 е посветена на сондови измервания в плазма за термоядрен синтез. На първо място са разгледани някои основни положения от изследванията за постигане на икономически изгоден управляем термоядрен синтез, основни сведения за устройствата от типа TOKAMAK и конкретно токамак COMPASS в Института по физика на плазмата на Чешката академия на науките, гр. Прага. За целите на сондови измервания на COMPASS е проектирана, реализирана и внедрена 60-канална електронна сондова система за измерване на волт-амперни характеристики.

С използването на създадената сондова система, за пръв път е показано, от научния колектив на доц. Цвятко Попов от Физическия факултет на СУ "Св. Климент Охридски", че в диверторната област на токамак COMPASS ФРЕЕ се различава от Максуеловата и може да се представи като би-Максуелова.

Глава 4 е посветена на сондови измервания в аргонова и кислородна газоразрядна плазма в магнитно поле на установката в лабораторията по Физика на плазмата в Jožef Stefan Institute, Любляна, Словения.

Разгледани са методите за измерване на втората производна на сондовия ток, както и влиянието на инструментална функция на избрания за работа метод на втората хармонична. За целите на експеримента е проектирана, реализирана и използвана електронна сондова система за измерване на волт-амперни характеристики и техните втори производни.

Въз основа на направените експерименти е показано, че за успешно измерване на концентрацията на отрицателните йони в кислородна газоразрядна плазма с успех може да се използва подходяща ориентация на ленгмюровата сонда при прилагане на относително слабо магнитно поле.

В Глава 5 е изследвано израстването на тънки оксидни слоеве на алуминия в постояннотокова плазма по метода на хоризонталните сечения. За целта беше създадена

опитна постановка (аналогична на тази в Любляна), позволяваща извършване на сондова диагностика на разряда, както с, така и без наличие на магнитно поле. Особено внимание е отделено на конструкцията на плазмо-химичния реактор за получаване на хомогенна плазма в радиално направление и работа във Фарадеевото тъмно пространство и образците за изследване - плоска алуминиева сонда. Ефектите на изкривяване на сондовата волт-амперна характеристика вследствие на израстването на оксиден слой по повърхността и' се използваха за изследването на динамиката на израстване на този слой.

Беше изследвано запалването на разряда през електроди покрити с плътен и нанопорьозен оксид на алуминия. Въз основа на направените експерименти бяха установени зависимости между стойностите на напрежението на запалване на разряда през плътен и нанопорьозен оксид на алуминия. Направените анализи на пробивите получени в оксида в следствие на разряда показаха закономерност между формата на разрушението настъпило в оксида и неговият тип.

#### Перспективи за по-нататъшно развитие на работата:

- Създадената сондова система за измервания в плазма за термоядрен синтез претърпя развитие по отношение на галванично развързване от сондовата верига и управление по Intranet за целите на новия токамак WEST, Кадараш, Франция. До края на м. декември 2016 год. предстои монтирането на едноканален прототип на WEST и тестването му през 2017 год.
- След получените първи резултати за кинетиката на израстването на тънки оксидни слоеве на алуминия в постояннотокова плазма по метода на хоризонталните сечения предстои много допълнителна работа при различни режими на плазмата и изясняване на детайли от кинетиката на израстването на тънки оксидни слоеве по повърхността на алуминия.

### НАУЧНО-ПРИЛОЖНИ И ПРИЛОЖНИ ПРИНОСИ

#### Приложни приноси:

1. За целите на сондови измервания на токамак COMPASS в Института по физика на плазмата на Чешката академия на науките, гр. Прага е проектирана, реализирана и внедрена 60-канална електронна сондова система за измерване на волт-амперни характеристики, от които да се извлече информация за реалната функция на разпределение на електроните по енергии в диверторната област на токамак COMPASS.

**2.** За целите на сондови измервания в аргонова и кислородна газоразрядна плазма в магнитно поле е проектирана, реализирана и използвана електронна сондова система за измерване на волт-амперни характеристики и техните втори производни.

#### Научно-приложни приноси:

**3.** Въз основа на направените експерименти в лабораторията по Физика на плазмата в Jožef Stefan Institute, Любляна, Словения е показано, че за успешно измерване на концентрацията на отрицателните йони в кислородна газоразрядна плазма с успех може да се използва подходяща ориентация на ленгмюровата сонда при прилагане на относотелно слабо магнитно поле.

**4.** За продължаване на експериментите в България, беше създадена опитна постановка, аналогична на тази в Любляна, позволяваща извършване на сондова диагностика на разряда, както с, така и без наличие на магнитно поле. На нея е изследвано израстването на тънки оксидни слоеве на алуминия в постояннотокова плазма по метода на хоризонталните сечения, използвайки ефектите на изкривяване на сондовата волтамперна характеристика вследствие на израстването на оксиден слой по повърхността и'.

**5.** Направено е сравнение на напреженията на запалване на постояннотоков газов разряд при използването на електроди покрити с плътен и нанопорьозен оксид (метаматериал) на алуминия. Установена е зависимост на напреженията на запалване на разряда от типа на оксидния слой. Извършено е оптично и електронномикроскопско изследване на разрушенията настъпили в оксидните слоеве в следствие на разряда. Установена е закономерност на формата на разрушенията от типа на оксида. Направен е EDX анализ на зоните с разрушен оксид, посредством който, е установено пълно разрушаване на оксида и липса на разпрашен алуминий в околността на разрушението.

# СПИСЪК НА ПУБЛИКАЦИИТЕ ПО ДИСЕРТАЦИОННИЯ ТРУД

# I Публикации в международни списания:

**1.** Tsv K Popov, M Mitov, A Bankova, P Ivanova, M Dimitrova, S Rupnik, J Kovačič, T Gyergyek, M Čerček, F M Dias, "Langmuir Probe Method for Precise Evaluation of the Negative Ion Density in Electronegative Gas Discharge Magnetized Plasma", 2013 *Contrib. Plasma Phys.* **53**, No. 1, 51-56 / DOI 10.1002/ctpp.201310009, Online ISSN: 1521-3986, IF=0.934

**2.** M. Mitov, A. Bankova, M. Dimitrova, P. Ivanova, K. Tutulkov, N. Djermanova, Tsv.K. Popov, J. Stöckel, R. Dejarnac, "Electronic system for Langmuir probe measurements", 2012 *Journal of Physics: Conference series* **356** 012008

**3.** Mitov M., V. Videkov, Tsv. Popov and M. Dimitrova, "Investigation of radial and axial plasma potential distribution in plasma chemistry prototype reactor", *THE XXII INTERNATIONAL SCIENTIFIC CONFERENCE ELECTRINICS ET2013*, Sozopol 2013, Proceedings, p.45-47, ISSN 1313-1842

**4.** Popov Tsv. K., Kovachev H., Dimitrova M., Mitov M., "A computerized experimental set-up for second derivative Langmuir probe measurements", *Journal of Physics: Conference series* **44** (2006) 191–195.

## II Публикации в национални издания:

**1.** Младен МИТОВ, "МИКРОСОНДОВА СИСТЕМА ЗА ИЗСЛЕДВАНЕ НА ПЛАЗМЕНИ ПАРАМЕТРИ", *НАЦИОНАЛЕН ФОРУМ ЕЛЕКТРОННИ, ИНФОРМАЦИОННИ И КОМУНИКАЦИОННИ СИСТЕМИ 2013*, 16-17 Май ,2013, София, България, Доклади, 236-241, ISSN: 1314-8605

# РЕЗУЛТАТИ ОТ ПУБЛИКАЦИИТЕ СА АПРОБИРАНИ НА СЛЕДНИТЕ КОНФЕРЕНЦИИ:

## Пленарни доклади на международни и национална конференции:

1. R. Dejarnac, J. Horacek, Tsv. Popov, J. Adamek, K. Kovarik, M. Dimitrova, M. Mitov, C. Costin, J. Gunn, J. Stockel and the COMPASS team, "OVERVIEW OF PROBE MEASUREMENTS IN COMPASS TOKAMAK", *V International Workshop and Summer School on Plasma Physics*, 25-30 June, 2012, Kiten, Bulgaria

**2.** M Mitov, A Bankova, P Ivanova, M Dimitrova, Tsv K Popov, S Rupnik, J Kovačič, T Gyergyek, M Čerček, F M Dias, "Langmuir Probe Measurements in Argon and Oxygen Magnetized Gas Discharge Plasma", *9th International Workshop on Electrical Probes in Magnetized Plasmas (IWEP2011)*, 21-23 September, 2011, Iasi, Romania

**3.** Младен МИТОВ, "МИКРОСОНДОВА СИСТЕМА ЗА ИЗСЛЕДВАНЕ НА ПЛАЗМЕНИ ПАРАМЕТРИ", *НАЦИОНАЛЕН ФОРУМ ЕЛЕКТРОННИ, ИНФОРМАЦИОННИ И КОМУНИКАЦИОННИ СИСТЕМИ 2013*, 16-17 Май ,2013, София, България

#### Постерни доклади на международни конференции:

**1.** H. Y. Kovachev, Tsv. K. Popov, M.B. Mitov, M. Dimitrova, "A computerized experimental set-up for second derivative Langmuir probe measurements", *First International Workshop and Summer School on Plasma Physics*, June 8–12th, 2005, Kiten, Bulgaria.

**2.** Tsv. K. Popov, M. Dimitrova, M. Mitov, A. Bankova, N. Djermanova, P. Ivanova, J. Stöckel and R Dejarnac, "Langmuir Probe Measurements in Divertor Area in Compass Tokamak", *16th International Summer School on Vacuum, Electron and Ion Technologies*, 28 September – 2 October 2009, Sunny Beach, Bulgaria

3. P. Ivanova, M. Dimitrova, M. Mitov, A. Bankova, T. Bogdanov, E. Benova, Tsv. K. Popov, J. Stöckel, R. Dejarnac, "On the Plasma Potential Evaluation in Langmuir Probe Measurements in Tokamak Edge Plasma", *Fourth International Workshop & Summer School on Plasma Physics*, 05-10 July 2010, Kiten, Bulgaria.

**4.** M. Mitov, A. Bankova, P. Ivanova, M. Dimitrova, Tsv. K. Popov, J. Stöckel, R. Dejarnac, "New Langmuir Probe Circuits for IV Measurements in COMPASS Tokamak Edge Plasma", *Fourth International Workshop & Summer School on Plasma Physics*, 05-10 July 2010, Kiten, Bulgaria.

**5.** M. Mitov, A. Bankova, M. Dimitrova, P. Ivanova, K. Tutulkov, N. Djermanova, Tsv.K. Popov, J. Stöckel, R. Dejarnac, "Multichannel electronic system for Langmuir probe measurements", *17th International Summer School on Vacuum, Electron and Ion Technologies*, 19 - 23 September 2011, Sunny Beach, Bulgaria

**6.** M. Mitov, A. Bankova, P. Ivanova, M. Dimitrova, Tsv.K. Popov, J. Kovačič, S. Rupnik, T. Gyergyek, M. Čerček, F.M. Dias, "Langmuir probe measurements in magnetized argon and oxygen gas discharge plasma", *17th International Summer School on Vacuum, Electron and Ion Technologies*, 19 - 23 September 2011, Sunny Beach, Bulgaria

**7.** M. Dimitrova, R. Dejarnac, Tsv. K. Popov, J. Stöckel, J. Havlicek, F. Janky, P. Ivanova, K. Tutulkov, N. Djermanova, M. Mitov, A. Bankova, "Determination of the edge plasma parameters by divertor probes in the COMPASS tokamak", *V International Workshop and Summer School on Plasma Physics*, 25-30 June ,2012, Kiten, Bulgaria

8. Tsv K Popov, M Mitov, A Bankova, P Ivanova, M Dimitrova, S Rupnik, J Kovačič, T Gyergyek, M Čerček, F M Dias, "Langmuir Probe Evaluation of the Negative Ion Density in Oxygen Gas Discharge Magnetized Plasma", *XXI Europhysics Conference on Atomic and Molecular Physics of Ionized Gases (ESCAMPIG)*, 10-14 July, 2012, Viana do Castelo, Portugal
9. M. Mitov, V. Videkov, A. Bankova, M. Dimitrova, Tsv. Popov, "Automated Langmuir probe system for plasma diagnostics and EEDF determination using the second-derivative probe technique", *18th International Summer School on Vacuum, Electron and Ion Technologies*, 7 - 11 October 2013, Sozopol, Bulgaria

**10.** Mitov M., V. Videkov, Tsv. Popov and M. Dimitrova, "Investigation of radial and axial plasma potential distribution in plasma chemistry prototype reactor", *THE XXII INTERNATIONAL SCIENTIFIC CONFERENCE ELECTRONICS ET2013*, 18-20 September, 2013, Sozopol, Bulgaria

**11.** M. Mitov, V. Videkov, Tsv. Popov, B. Tzaneva K. Raykov, A. Bankova, "Influence of an anodic aluminum oxide, grown on the cathode, on the ignition voltage of DC gas discharge and effects caused by the plasma in the brake points", *7th International Workshop & Summer School on Plasma Physics* 26 June – 2 July 2016, Kiten Bulgaria

**12.** M. Mitov, Tsv. Popov, V. Videkov, A. Bankova, K. Raykov, K. Popov, "GROWTH OF NANOSCALE OXIDE FILMS ON ALUMINUM IN DC GAS DISCHARGE REACTOR", *7th International Workshop & Summer School on Plasma Physics* 26 June – 2 July 2016, Kiten Bulgaria

# СПИСЪК НА ИЗПОЛЗВАНАТА В АВТОРЕФЕРАТА ЛИТЕРАТУРА

[1] Kagan Y.M., Perel V.I., 1964 Sov. Phys. Usp., 6, 767.

- [2] Godyak V A and Demidov V I 2011 J. Phys. D: Appl. Phys. 44 233001
- [3] Демидов В.И., Колоколов Н.Б., Кудрявцев А.А., "Зондовые методы исследования низкотемпературной плазмы", Москва: Энергатомиздат 1996.
- [4] Langmuir I., Mott-Smith H., "The theory of collectors in gaseous discharges", Phys. Rev. 1926, 28, 727-763.
- [5] Bohm D., *The characteristics of electrical discharge in magnetic fields*. (N.Y.:McGraw-Hill, 1949), 13-27.
- [6] Каган Ю.М., Перель В.И., Зондовые методы исследования плазмы, 1963 Успехи физ. наук., 81, 409-452.
- [7] Каган Ю.М., Распределение электронов по скоростям в положитильном столбе разряда, *Спектроскопия газоразрядной плазмы*, ред. Фриш С.Э., Ленинград: Наука, 1970, 201-223.
- [8] Druyvesteyn M.J., "Der Niedervoltbogen", 1930 Ztschr. Phys. 64, 781-798.
- [9] Arslanbekov R R at al 1994 Plasma Sources Sci. Technol.3 528
- [10] Demidov V I, Ratynskaia S V, Armstrong J, Rypdal K 1999 Phys. Plasmas 6 350-358
- [11] Demidov V I, Ratynskaia S V, Rypdal K 2001 Contrib. Plasma Phys. 41 443-448
- [12] Demidov V I, Ratynskaia S V, Rypdal K 2002 Rev Sci Instruments 73 3409-39
- [13] Popov Tsv K at al 2009 Plasma Phys. Control. Fusion 51 065014
- [14] Mal'kov M A 1991 High Temp. 29 429
- [15] Popov Tsv K at al 2014 Contrib. Plasma Phys. 54, No. 3, 267
- [16] Klagge S. "Zur Anwendungder Sondendiagnostik in einem polymerisierenden Plasma." 1975 *Beitr. Plasmaphys.* **B15**, S. 309-314.
- [17] Виноградов Г.К., Иванов ЮА. "О механизме плазмохимической полимеризации." В кн.: Плазмохимические процесси. М.: Наука, 1979, с. 64-83.
- [18] Виноградов Г.К., Иванов Ю.А. "Кинетика роста тонких полимерных пленок в тлеющем разряде." 1978 Химия високих знергий **12** 542-546.
- [19] Виноградов Г.К., Иванов Ю.А., Полак Л.С. "О зондовом методе исследования пленкообразования в плазме пониженного давления." 1979 *Химия высоких знергий* **13** 84-85.
- [20] Виноградов Г.К., Иванов Ю.А., Полак Л.С., Тимакин В.Н. "Пространственные распределения и кинетика пленкообразования в тлеющем разряде." *Плазмохимия* 79: Тез. докл. 3-го Всесоюз. симпоз. по плазмохимии, Москва, 1979. М.: Наука, 1979 1 20-24.
- [21] M Mitov, A Bankova, M Dimitrova, P Ivanova, K Tutulkov, N Djermanova, R Dejarnac, J Stöckel, Tsv K Popov, 2011 IoP *Journal of Physics: Conference series*.
- [22] Tsv Popov at all, 2016 Plasma Sources Sci. Technol. 25 033001
- [23] Branner G.R., Friar E.M., Medicus G., 1963 Rev. Sci. Instrum. 34, 231-237.
- [24] Каган Ю.М., Колоколов Н.Б., Петрнькин М.А., Праматаров П.М., 1977 Журн. Техн. Физ. 47 1160-1168.
- [25] Корн Г., Корн Т., Справочник по математике, Пер. с англ. Москва: Наука, 1970.
- [26] Dias F.M., 1995 Plasma Sources Sci. Technol. 4 86.
- [27] Благоев А.Б., Каган Ю.М., Колоколов Н.Б., Лягущенко Р.И., 1975 ЖТФ XLV 333.
- [28] Dias F.M., Popov Tsv.K., 2003 Vacuum 69 159-163.
- [29] Благоев А.Б., Каган Ю.М., Колоколов Н.Б., Лягущенко Р.И., 1974 ЖТФ 44 333.
- [30] Godyak V A and Demidov V I. 2011 J Phys. D: Appl. Phys. 44 233001
- [31] Amemiya H 1990 J. Phys. D: Appl. Phys. 23 999
- [32] Amemiya H 2000 Vacuum **58** 100
- [33] Popov Tsv K, Ivanova P, Dimitrova M, Kovacic J, Gyergyek T and Cercek M 2011 *Plasma Sources Sci. Technol.* **20**
- [34] Popov Tsv K, Dimitrova M, Dias F M, Tsaneva V N, Stelmashenko N A, Blamire M G and Barber Z H 2006 *J. Phys. Conf. series* **44** 60–9
- [35] Thompson J B 1959 Proc. Phys. Soc. 73 818

### SUMMARY

#### Investigation of plasma parameters with microprobes Author: Dipl. Eng. Mladen Mitov

In technology and in scientific research various kinds of plasma are used. Those are primarily stationary pulse, high frequency (HF) and ultra-high frequency (UHF) gas discharges and arc discharges characterized by high currents and strong heating of the electrodes. The gas discharges have been used for a long time in radio, when switching large currents, as well as for treatment of materials. Discharge plasma sources (plasmotrons) nowadays are widely spread in a number of processes for carrying out chemical reactions at different temperatures (i.e. Plasma chemistry). The modification of surfaces with plasma discharge plays a key role in the microelectronic industry. One third of process steps in the manufacture of integrated circuits are based on plasma technology.

In recent years, the problems related to the controlled thermonuclear fusion conducted to intensive research of plasma confinement in a magnetic field, its heating, and the development and use of various diagnostic methods.

However, in many cases, optimization of technological processes is carried out using the method of the "black box" - changing external parameters, and monitoring the results of the process. Regarding this, the development of methods and techniques for diagnostics of plasma parameters is particularly important.

Complete information about the behavior of the plasma is provided by the energy distribution function of the different types of particles. One of the main methods for the measurement of the electron energy distribution function (EEDF) is the probe method. The development of probe methods occurs in two main directions: improvement of the probe measuring electronics and abandoning of the requirements of the "classical" theory and creating probe theories for the more complex cases of practical implementation.

The aim of the dissertation is investigation of plasma parameters with microprobes. Different types of plasma have been investigated with the electronic probe systems that have been developed. The electronic system for Langmuir probe measurements in the divertor of tokamak COMPASS has been put into service. Using this probe system, the research team of Prof. Tsviatko Popov from the Faculty of Physics of the "St. Kliment Ohridski"University demonstrated for the first time, that EEDF in the divertor region of tokamak COMPASS differs from Maxwellian distribution and can be presented as bi-Maxwellian.

Measurements in argon and oxygen gas discharge plasma in a magnetic field have been made in the experimental setup of the laboratory of Plasma Physics in Jožef Stefan Institute, Ljubljana, Slovenia, with a specially developed for this purpose electronic system. Based on the experiments, it was shown that for the successful measurement of the concentration of negative ions in oxygen gas discharge plasma, a suitable orientation of the Langmuir probe may be used together with a relatively low magnetic field.

A study of the growth of thin oxide layers of aluminum in direct current plasma with the method of the horizontal sections was made. For this purpose was created experimental setup (similar to that in Ljubljana) allowing the probe diagnostic of the discharge with and without the presence of a magnetic field.

The ignition of the gas discharge was examined, when using electrodes covered with dense and nanoporous oxide of aluminum. Based on the experiments were established correlations between the values of the ignition voltage of the discharge in dense and nanoporous oxide of aluminum. The analyses of breaches resulting in the oxide due to the discharge showed a pattern between the forms of the destruction occurred in the oxide and its type.