

Table des matières

Travail de bachelor	1
Diplôme 2016	1
<i>Source de plasma ponctuelle</i>	1
2	
1 Introduction.....	6
1.1 Descriptif	6
1.2 Cahier des charges.....	7
2 Rappel source de plasma.....	8
3 Origine du projet.....	9
3.1 Principe de la cathode creuse avec électrode en aluminium	9
3.2 Principe de la cathode creuse avec électrode usinée sur PCB.....	10
3.3 Avec électrode à plusieurs trous submillimétriques.....	11
4 Conception Mecanique.....	12
4.1 Généralité	12
4.2 Electrode à trou submillimétrique en aluminium.....	13
4.3 Electrode à trou usinée sur PCB	15
4.4 Problèmes survenus et corrections apportées	16
5 Mesures et tests	17
5.1 Alimentation KHz basse tension	17
5.1.1 Descriptif.....	17
5.1.2 Tests et mesures effectués.....	18
5.1.3 Résultats obtenus	19
5.2 Alimentation MHz.....	23
5.2.1 Descriptif	23
5.2.2 Tests et mesures effectués.....	25
5.2.3 Résultats obtenus	25
5.2.4 Observations.....	28
5.2.5 Problèmes rencontrés.....	29
5.3 Alimentation KHz Haute tension	30
5.3.1 Descriptif.....	30
5.3.2 Tests et mesures effectués.....	31
5.3.3 Résultats obtenus	31
5.4 Schéma électrique équivalent du dispositif avec transformateur KHz	49
5.5 Comparaison du comportement en fréquence	50
5.6 DC continu et DC pulsé	51
6 Orientations futures	52
6.1 Mécanique	52
6.1.1 Dispositif avec électrode céramique	52
6.1.2 Dispositif avec mise sous vide	52
6.2 Alimentation MHz.....	52

6.2.1	Obtenir un claquage en MHz	52
6.2.2	Obtenir un plasma dans plusieurs trous simultanément	52
7	Conclusion.....	53
8	REMERCIEMENTS	54
9	Date et signature	54
10	References	54
11	Annexes	55



1 INTRODUCTION

1.1 Descriptif

De nos jours, les sources de plasma sont utilisées par de nombreuses technologies issues de la production industrielle, par exemple : pour la production de semi-conducteur, le traitement des matériaux, la découpe du verre ou la séparation des molécules composant un gaz. Le premier objectif de ce travail de diplôme est de designer et concevoir la mécanique d'un dispositif permettant la génération de plasma dans une source ponctuelle. Pour ce projet, des trous submillimétriques sont utilisés comme source ponctuelle afin d'exploiter le principe de cathode creuse. C'est une technologie encore nouvelle et peu explorée, quelques études ont été réalisées sur ce procédé et ces études déclarent qu'avec cette source ponctuelle, la puissance nécessaire pour générer un plasma serait plus basse qu'avec les sources de plasmas déjà existantes dans l'industrie. Les tests et les mesures réalisés lors de ces études n'ont été faits qu'avec un certain nombre de gaz et avec une plage de fréquence spécifique. L'objectif de ce projet est d'expérimenter cette technologie avec une mécanique plus adaptée, des flux de gaz différents et une plage de fréquences plus large. La mécanique de ce système doit être compacte, résistante en température et doit permettre le passage d'un flux de gaz dans le plasma. Mais surtout, le montage du dispositif doit permettre la possibilité de changer facilement le support à trou submillimétrique dans lequel va être généré le plasma. La suite du projet consiste à réaliser une multitude de tests et mesures sur les plasmas générés dans différents supports à trou submillimétrique. Ces mesures permettent d'obtenir la valeur de la puissance nécessaire pour générer un plasma et de déterminer en fonction des différents paramètres de réglage, quels sont la mécanique, le flux de gaz et l'électronique de puissance les plus adaptés pour optimiser cette puissance nécessaire.



Figure 1 : Source de plasma ponctuelle avec pointe

1.2 Cahier des charges

- Designer la mécanique du dispositif à trou submillimétrique sur Inventor
- Faire usiner et assembler le dispositif à l'atelier mécanique
- Commander le matériel nécessaire
- Mesurer l'impédance et le déphasage du dispositif à trou submillimétrique alimenté en kHz basse tension
- Déterminer le schéma électrique équivalent du dispositif à trou submillimétrique
- Tester l'alimentation MHz sur les dispositifs de plasma
- Mesurer la puissance dissipée dans les différents dispositifs lors des tests en MHz
- Déterminer s'il y a une résonance électrique sur les différents dispositifs lors des tests en MHz
- Tester l'alimentation kHz avec transformateur haute tension sur le dispositif à trou avec différents flux de gaz
- Déterminer s'il y a une résonance électrique sur les différents dispositifs lors des tests en kHz avec transformateur haute tension
- Mesurer la puissance dissipée dans les différents dispositifs lors des tests en kHz haute tension
- Déterminer le schéma électrique équivalent du dispositif à trou connecté au transformateur haute tension
- Simuler le comportement en fréquence du dispositif à trou connecté au transformateur haute tension sur LTspice
- Tester les alimentations DC et DC pulsé haute tension sur le dispositif à trou
- Mesurer la puissance dissipée dans les différents dispositifs lors des tests en DC et DC pulsé
- Comparer la valeur de la puissance nécessaire à générer un plasma dans les différents dispositifs.
- Déterminer quel est le meilleur design, la meilleure électronique de puissance et le meilleur flux de gaz pour optimiser l'efficacité énergétique
- Documenter le projet

2 RAPPEL SOURCE DE PLASMA

Le plasma se forme dans un gaz ou dans un isolant électrique lorsque celui-ci est soumis à une haute température (environ 2000°C) ou lorsqu'on applique une tension très élevée à ses bornes, c'est-à-dire lorsqu'on le soumet à un champ électrique intense. Le champ électrique dépend également de la distance entre les bornes. La pression environnante et le matériau ou le gaz dans lequel est généré le plasma influencent également les conditions pour obtenir un claquage.

Le fonctionnement est le suivant : on met deux électrodes aux bornes d'un gaz électriquement neutre. Grâce au champ électrique, on accélère les électrons d'une électrode à l'autre à travers le gaz. Ces mêmes électrons vont alors percuter les charges neutres composant le gaz. Si lors de cette collision, les électrons ont une énergie cinétique supérieure à l'énergie qui rattache les autres électrons à leur atome de charge neutre, ces même atomes de charge neutre vont perdre des électrons et vont être chargés positivement (on dit qu'ils se ionisent). Ces électrons perdus vont à leur tour percuter d'autres charges neutres qui vont à nouveau perdre des électrons, et ainsi de suite. On appelle cela l'effet avalanche. Lorsque l'ionisation est assez importante pour que le nombre d'électrons par unité de volume soit assez élevé par rapport à celui des molécules neutres, le gaz devient alors un fluide très conducteur que l'on appelle plasma.

Du fait de leurs propriétés réactives, les plasmas ont de nombreux domaines d'application : découpe du verre, traitement d'un gaz, séparation de molécules, traitement de surface des matériaux, etc.

Lors du projet de semestre [1] réalisé en début d'année, une source de plasma ponctuelle avec une pointe a été étudiée. Cette étude a permis de démontrer quelles sont les typologies d'électronique de puissance qui permettent la génération de plasma. Ce travail nous a également donné un ordre de grandeur sur la puissance nécessaire à générer un plasma et la valeur de la tension de claquage en fonction de la distance entre les électrodes.

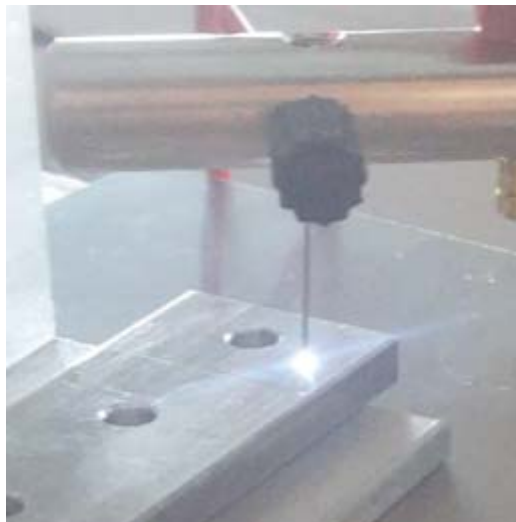


Figure 2 : Plasma entre une pointe et une plaque

3 ORIGINE DU PROJET

L'idée de ce projet est basée sur l'objectif d'obtenir un plasma peu onéreux. On entend par là que l'on voudrait un plasma généré avec une faible puissance.

Les études existantes [4][5][6] (disponibles en annexe) démontrent que la puissance nécessaire à générer un plasma est moins importante si celui-ci est généré dans un trou submillimétrique.

Dans ces documents, il a été expérimenté que le diamètre du trou afin d'y générer un plasma varie en fonction de la pression. Ces études décrivent alors la relation suivante : pour une pression de 0.1 bar, le diamètre optimal du trou pour obtenir un plasma est de 5 à 10mm. Comme dans ce projet, les expériences sont réalisées à pression atmosphérique (1 bar), le diamètre optimal du trou pour obtenir un plasma se situe aux environs de 0.2mm.

3.1 Principe de la cathode creuse avec électrode en aluminium

Le but est le suivant : on alimente deux électrodes en aluminium avec une haute tension afin de créer un plasma dans un trou submillimétrique usiné dans l'une d'entre elles. Les électrons vont se déplacer de l'électrode négative avec le trou jusqu'à la contre électrode positive. Les charges positives (charges neutres ionisées par l'effet avalanche) vont se déplacer de manière inverse aux électrons.

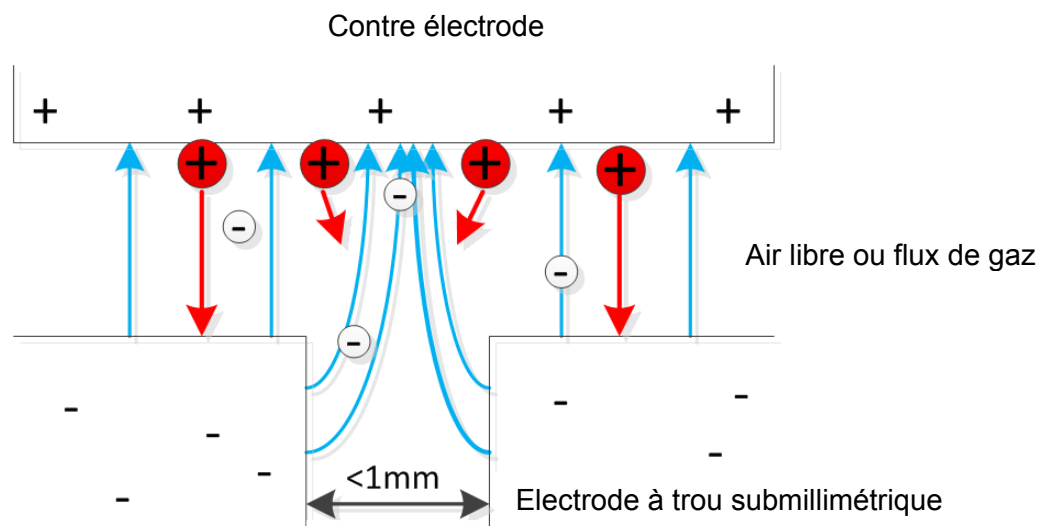


Figure 3 : Déplacement des électrons dans un trou submillimétrique en aluminium

Les charges positives, étant beaucoup plus lourdes que les électrons, vont se déplacer beaucoup plus lentement que ceux-ci. Le trou submillimétrique formé dans l'électrode négative va créer une agglomération des charges positives en forme de cône. Ce cône positif va attirer les électrons disposés à la surface du trou. Ceux-ci ne se déplaceront plus de manière verticale mais horizontale, ce qui devrait générer un plasma horizontal dans le trou. Ce phénomène à haute fréquence (jusqu'au MHz) devrait créer un effet pendulaire (résonance électrique) et permettre la génération d'un plasma avec une petite puissance. Bien entendu, ceci est théorique. Pour vraiment comprendre le phénomène et être sûr que cela fonctionne, il faut réaliser des mesures et des tests sur un dispositif réel.

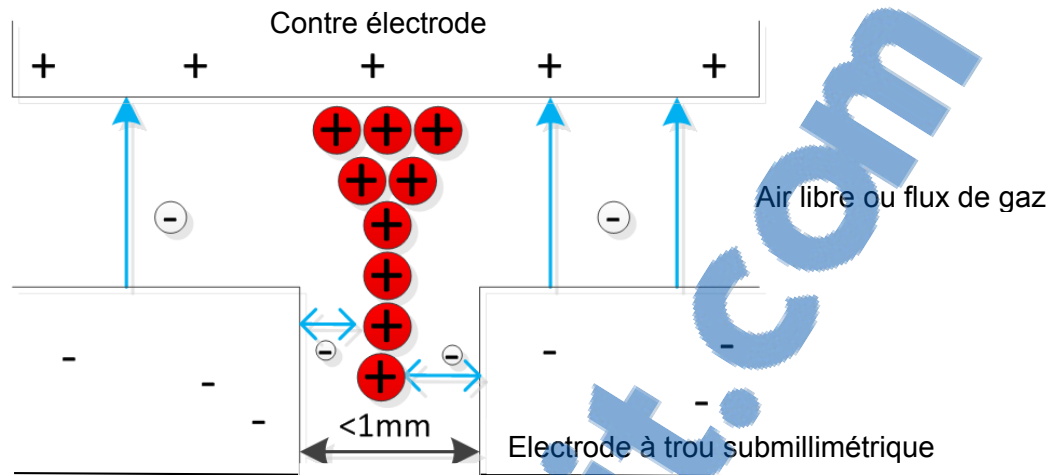


Figure 4 : Déplacement des électrons avec effet pendulaire

Les applications devraient être les mêmes qu'avec les autres sources de plasma traditionnelles (traitement de gaz, de surface, de matériau), mais avec une puissance nécessaire plus basse pour générer un plasma.

3.2 Principe de la cathode creuse avec électrode usinée sur PCB

On utilise deux électrodes en cuivre imprimées sur un PCB dans lequel est usiné un trou submillimétrique. On alimente ces électrodes avec une haute tension alternative (kHz, MHz) afin de créer un plasma dans le trou. Les électrons vont se déplacer de la contre électrode négative jusqu'à l'électrode positive et vis-versa. Les charges positives (charges neutres ionisées par l'effet avalanche), beaucoup plus lourdes que les électrons, vont se déplacer plus lentement. Lorsque l'on alimente avec une fréquence élevée (de kHz à MHz), le changement de polarité est tellement rapide que les charges positives n'ont pas le temps de changer de direction et vont donc rester à l'intérieur du trou. Par contre, le changement rapide de polarité va faire que les électrons vont se déplacer alternativement entre les électrodes de cuivre jusqu'à la colonne de charges positives créée au centre du trou. Ce déplacement à haute fréquence va créer un effet pendulaire qui devrait permettre la génération d'un plasma avec une puissance peu élevée.

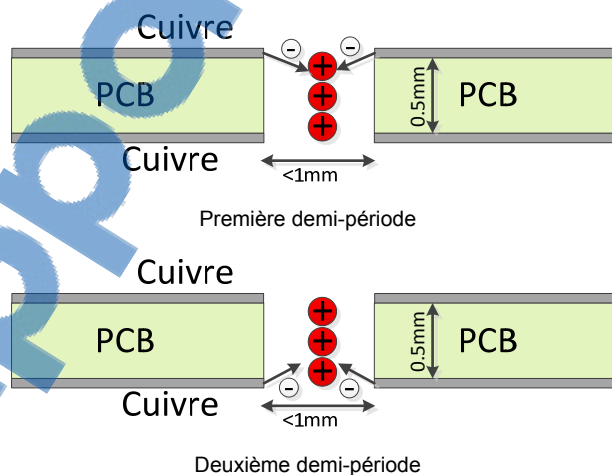


Figure 5 : Effet pendulaire dans un trou usiné sur PCB

3.3 Avec électrode à plusieurs trous submillimétriques

Si notre source de plasma est ponctuelle, toute l'énergie du système sera concentrée dans un même point. Une source de plasma à grande surface peut pallier ce problème. Une source de plasma à grande surface est composée d'une multitude de sources ponctuelles (par ex : trous submillimétriques) mises en parallèle.

Par exemple :

Si l'on veut séparer N molécules d'un gaz, il nous faudra une certaine quantité d'énergie. Si toute cette énergie est accumulée dans une seule source ponctuelle, celle-ci risque d'énormément chauffer. En créant une source de plasma grande surface, cette énergie et cette chaleur seront diluées entre les sources ponctuelles.

Pour notre projet, 5 trous sont percés dans une électrode usinée sur PCB avec une pastille de cuivre imprimée de chaque côté. C'est sur cette électrode que seront testés et mesurés les plasmas dans une source à grande surface.

4 CONCEPTION MECANIQUE

4.1 Généralité

L'un des objectifs de ce projet est de concevoir un dispositif de test permettant la génération de plasma dans les différents supports à cathode creuse et pouvant résister à des températures d'environ 100°C. Ce dispositif doit être compact afin d'optimiser le coup de fabrication et faciliter son déplacement. Le système doit être élaboré de façon à supporter le passage d'un flux de gaz et doit être conçu de manière à permettre une augmentation d'échelle sans pour autant devoir changer de design. Le dispositif doit être également facilement démontable car il faut que l'électrode à trou puisse être aisément changée selon les tests à faire. Un système pour l'alimentation électrique de l'électrode doit être également réalisé. Les pièces destinées à l'isolation électrique ont été usinées dans un matériau transparent afin de pouvoir mieux observer l'intérieur du système.

Le corps du dispositif se compose de plusieurs parties.

- 1) Tube $\varnothing 6\text{mm}$ pour le transport du gaz
- 2) Connecteur pour tube de gaz
- 3) Support en aluminium pour le connecteur
- 4) Support transparent pour isoler électriqulement le support en aluminium des électrodes à cathode creuse
- 5) Anneau avec connecteur pour alimenter l'électrode à trou
- 6) Anneau avec connecteur pour alimenter la contre électrode

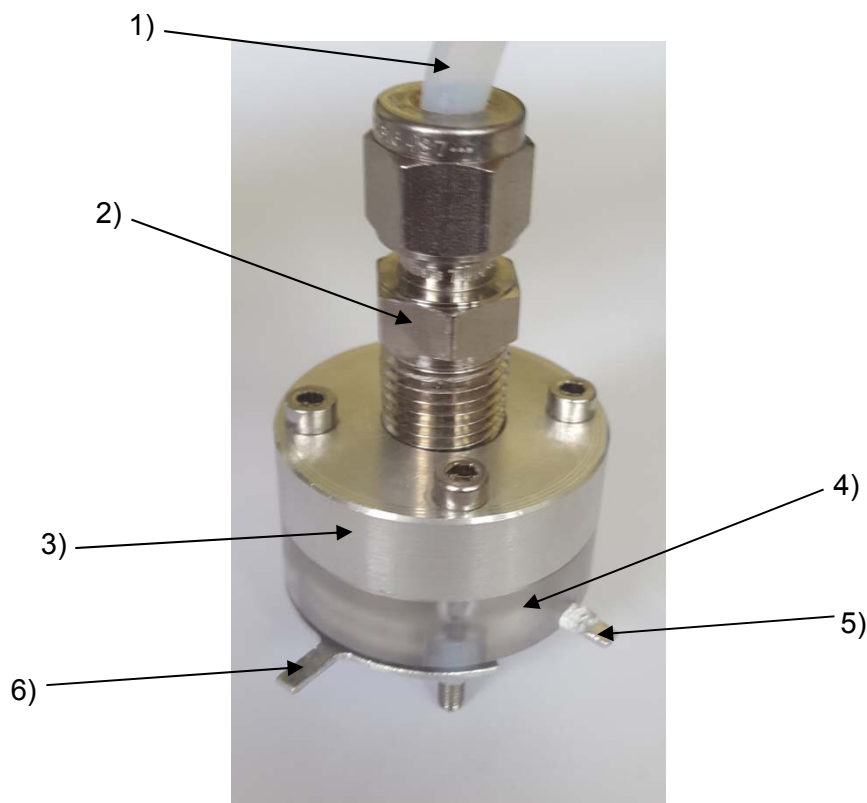


Figure 6 : Assemblage mécanique du dispositif

Ne sont présentés ici que les composants généraux du dispositif ; pour voir l'assemblage en détail et la liste de pièces, veuillez consulter les annexes 1,2 et 3

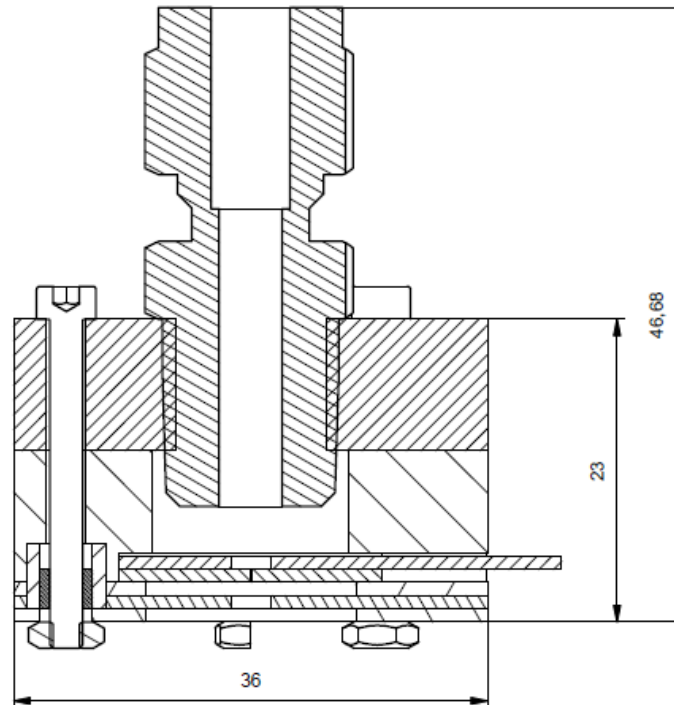


Figure 7 : Vue en coupe du dispositif entier
avec cathode creuse en aluminium

Le système peut être assemblé de deux manières différentes :

- Avec une électrode à trou en aluminium
- Avec une électrode à trou usinée sur PCB

Le design global reste le même entre les deux montages. Cependant, il y a une légère modification dans la façon de disposer l'électrode à trou.

4.2 Electrode à trou submillimétrique en aluminium

Pour ce support, une pastille en aluminium de 20mm de diamètre et de 1mm d'épaisseur est utilisée comme électrode creuse. Un trou submillimétrique est usiné au centre de celle-ci. Quatre électrodes à trou en aluminium ont été usinées et testées. Le diamètre de l'électrode ainsi que son épaisseur restent identiques. Leur position dans le montage reste la même. Seul le diamètre du trou submillimétrique change (0.1, 0.15, 0.2 et 0.3mm) afin de pouvoir tester le plasma dans différentes conditions. La distance entre l'électrode à trou et la contre électrode est de 1mm.



Figure 8 : Electrode avec un trou de 0.2mm de diamètre en aluminium

Le montage de ce type de support est le suivant :

- 1) Anneau avec connecteur pour alimenter l'électrode à trou
- 2) Electrode en aluminium avec un trou de 0.2mm dans lequel doit apparaître le plasma
- 3) Anneau isolant de 1mm d'épaisseur
- 4) Contre électrode de 1mm d'épaisseur avec connecteur d'alimentation
- 5) Anneau isolant pour le serrage du système
- 6) Espace de 1mm dans un flux de gaz ou à l'air libre pour isoler entre elles les deux électrodes et pour permettre la ionisation du gaz

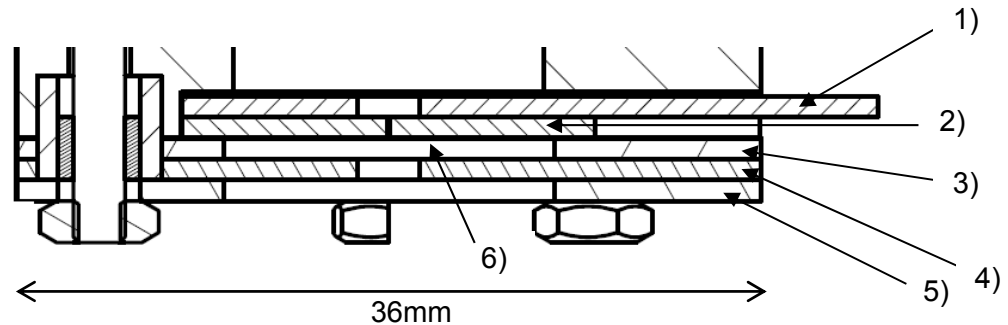


Figure 9 : Vue en coupe partielle du montage avec électrode à trou en aluminium

Le plasma est censé se générer horizontalement dans le trou usiné dans la pièce 2).

4.3 Electrode à trou usinée sur PCB

On utilise un PCB rond de 20mm de diamètre comme électrode à trou submillimétrique. Sur ce PCB on imprime un disque de cuivre de 15mm de diamètre de chaque côté du PCB. Ces pastilles de cuivre sont nos électrodes. Un trou submillimétrique dans lequel doit apparaître un plasma est usiné au centre du PCB. Plusieurs électrodes à trou submillimétrique sur PCB ont été usinées et testées. Elles font toutes un diamètre de 20mm et tous les perçages pour les trous submillimétriques ont été faits à 0.2mm de diamètre.

Voici les différents formats testés:

- 1.5mm d'épaisseur avec disques de cuivre de 15mm de diamètre avec un trou
- 1mm d'épaisseur avec disques de cuivre de 15mm de diamètre avec un trou
- 1mm d'épaisseur avec disques de cuivre de 8mm de diamètre avec un trou
- 0.5mm d'épaisseur avec disques de cuivre 15mm de diamètre avec un trou
- 0.5mm d'épaisseur avec disques de cuivre 15mm de diamètre avec 5 trous

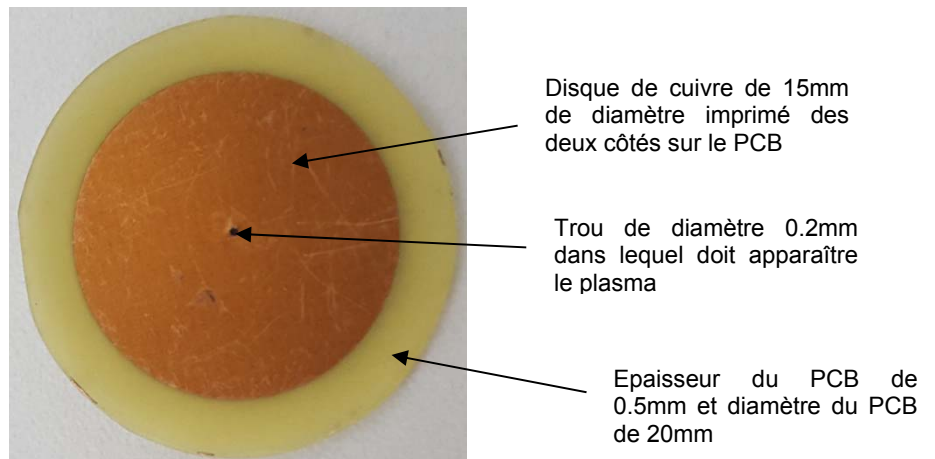


Figure 10 : Electrode à trou usinée sur PCB

Le PCB a soit un seul trou, soit cinq. Lorsqu'il en a cinq, ils sont disposés de la manière suivante :

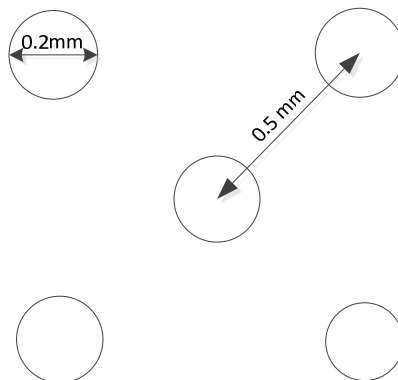


Figure 11 : Disposition des 5 trous sur le PCB avec le perçage central usiné au centre du PCB

Le montage de ce type de support est le suivant :

- 1) Anneaux avec connecteur pour alimenter la première électrode en cuivre
- 2) Assiette pour l'isolation des anneaux d'alimentation
- 3) PCB de 0.5mm d'épaisseur avec des électrodes de cuivre imprimées des deux côtés et avec un trou de 0.2mm de diamètre au centre dans lequel doit apparaître le plasma
- 4) Anneau avec connecteur pour alimenter la deuxième électrode en cuivre
- 5) Anneau isolant pour le serrage du système

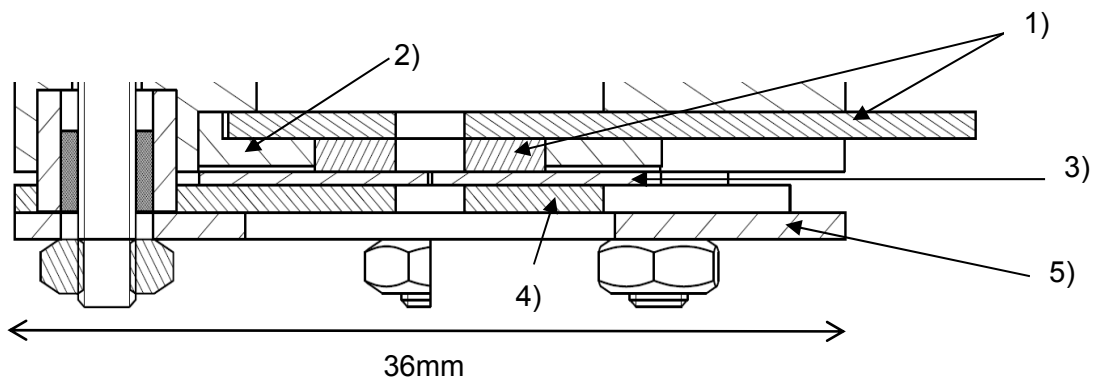


Figure 12 : Vue en coupe partielle de montage avec électrode à trou usinée sur PCB

4.4 Problèmes survenus et corrections apportées

- Lors de la conception du premier dispositif, les pièces isolantes ont été usinées en PMMA (Plexiglas). Durant les tests en kHz haute tension sur l'électrode en aluminium, ces pièces ont fondu. De ce fait, elles ont été réusinées en polycarbonate qui résiste mieux la chaleur (120°C pour la température d'utilisation du polycarbonate contre 70°C pour le PMMA).
- Durant les tests en kHz haute tension sur l'électrode à trou usinée sur PCB, le plasma ne se générait pas au bon endroit. Le claquage se produisait entre les anneaux d'alimentation (1 et 4 sur figure 12) en passant par le bord du PCB. Pour pallier ce problème, une assiette d'isolation (2 sur figure 12) a été ajoutée au système.

5 MESURES ET TESTS

Les tests et les mesures ont été faits à pression atmosphérique avec différentes alimentations et différents dispositifs.

- Les différentes alimentations :
 - Alimentation kHz basse tension
 - Alimentation MHz
 - Alimentation kHz avec transformateur haute tension
 - Alimentation DC haute
 - Alimentation DC pulsé
- Avec des dispositifs différents :
 - Electrode à trou en aluminium
 - Avec un trou de différents diamètres
 - Electrode à trou usinée sur PCB
 - Avec différentes épaisseurs
 - Avec différents diamètres de cuivre
 - Avec un ou plusieurs trous de 0.2mm de diamètre

5.1 Alimentation KHz basse tension

5.1.1 Descriptif

Avant le claquage, un dispositif de plasma est l'équivalent électrique d'une capacité. Cette capacité est souvent couplée avec une résistance d'isolation élevée (la résistance d'isolation est la résistance électrique équivalente de l'air ou d'un isolant électrique). Cependant, il faut vérifier si cette résistance est, dans notre dispositif à trou, en parallèle ou en série avec cette capacité.

Exemple de résistance d'isolation en série avec la capacité, dans le dispositif de plasma à pointe.

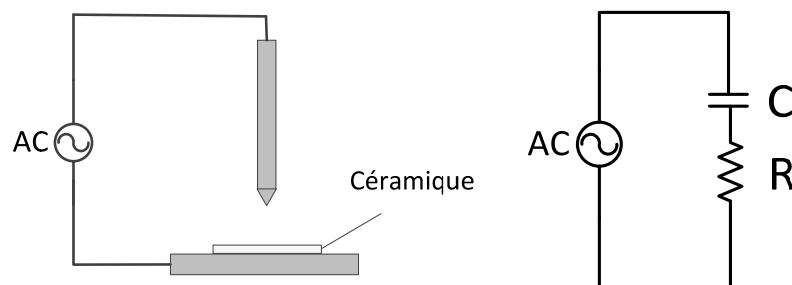


Figure 13 : Schéma du montage réel du dispositif à pointe et son schéma électrique équivalent

La capacité est l'équivalent de l'air entre la pointe et la plaque, tandis que la résistance est l'équivalent de la céramique. La valeur de capacité est faible (entre des pF et des nF) tandis que la valeur de résistance d'isolation est élevée (plusieurs M Ω).

Le but de ce test est donc de mesurer le déphasage et l'impédance du dispositif à trou usiné sur PCB et de comparer les valeurs mesurées avec celles obtenues sur un montage RC série monté sur plaque d'expérimentation. On veut également comparer ces mesures avec des valeurs calculées sur un modèle RC série et RC parallèle. Ces comparaisons permettront de définir le schéma électrique équivalent du dispositif.

Pour ce test, les mesures ont été faites sur le dispositif à plasma sur PCB de 0.5mm d'épaisseur avec un seul trou.

On utilise un générateur de fonction Topward 6303D comme alimentation kHz basse tension. On alimente en basse tension car on ne veut pas générer de plasma.

Pour mesurer le courant sur le dispositif à trou ainsi que sur la plaque d'expérimentation, une résistance série a été ajoutée au montage. On effectue une mesure de la tension aux bornes de la résistance avec une sonde Pewatron. Cette tension est ensuite divisée par la valeur de la résistance série et le résultat nous donne le courant.

Un oscilloscope Tektronix TDS 2014B affiche la tension d'entrée, la tension aux bornes de la résistance et affiche leur déphasage.

Pour mesurer la norme de l'impédance, on divise la tension d'entrée par le courant mesuré.

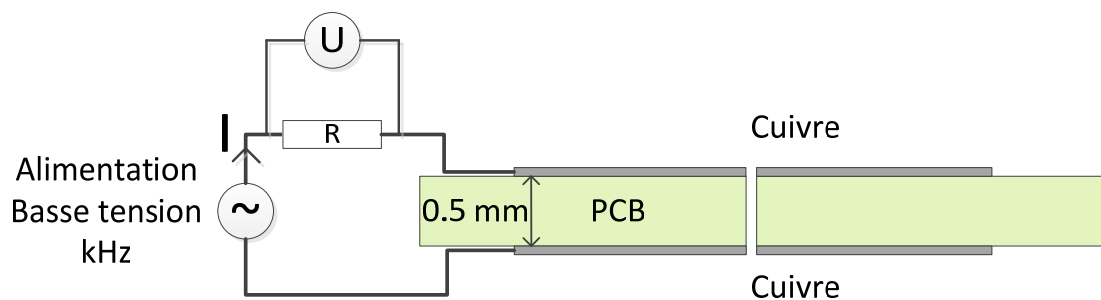


Figure 14 : Schéma de mesure simplifié avec R série = 36kΩ

5.1.2 Tests et mesures effectués

- Mesure de l'impédance et du déphasage sur dispositif à trou usiné sur PCB
- Mesure de l'impédance et du déphasage sur une plaque expérimentation avec un montage RC série
- Calcul de l'impédance et du déphasage pour un modèle RC série
- Calcul du déphasage pour un modèle RC parallèle
- Comparaison des valeurs obtenues
- Mesure de la résistance d'isolation du dispositif à trou
- Calcul et mesure de la valeur de la capacité du dispositif à trou

5.1.3 Résultats obtenus

Dans un premier temps, les valeurs de déphasage et d'impédance mesurées sur le dispositif à trou ont été comparées avec les valeurs mesurées sur le montage RC série de la plaque d'expérimentation et avec les valeurs calculées sur le modèle RC série.

Le dispositif à trou et la plaque d'expérimentation sont alimentés par une tension sinusoïdale 20Vp-p avec une fréquence de 0 à 50 kHz.

La résistance série ajoutée sur le dispositif à trou et la résistance utilisée pour le montage RC série sur la plaque d'expérimentation ont une valeur de 36kΩ. Ce choix est arbitraire.

La capacité utilisée sur la plaque d'expérimentation a une valeur de 1.1nF. On utilise cette valeur car c'est celle qui se rapproche le plus de la valeur de capacité calculée sur le dispositif à pointe.

Les calculs ont été faits avec les mêmes valeurs de fréquence, de résistance et de capacité que celles de la plaque d'expérimentation.

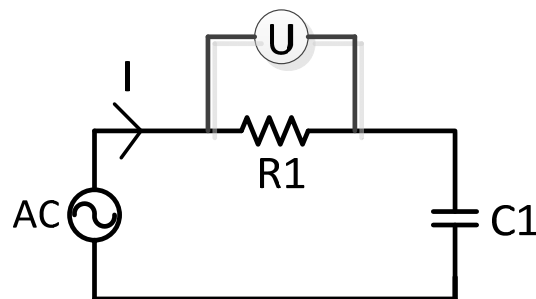


Figure 15 : Schéma de mesure de la plaque d'expérimentation RC série avec R1 = 36kΩ et C1 = 1.1nF

$$|Z| = \sqrt{R1^2 + \left(\frac{1}{2 \cdot \pi \cdot f \cdot C1}\right)^2}$$

Figure 16 : Calcul impédance RC série avec R1 = 36kΩ et C1 = 1.1nF

$$\varphi = \sin^{-1}\left(\frac{\left(\frac{1}{2 \cdot \pi \cdot f \cdot C1}\right)}{|Z|}\right)$$

Figure 17 : Calcul déphasage RC série avec C1 = 1.1nF

Lorsque l'on compare les mesures et les calculs effectués on obtient :

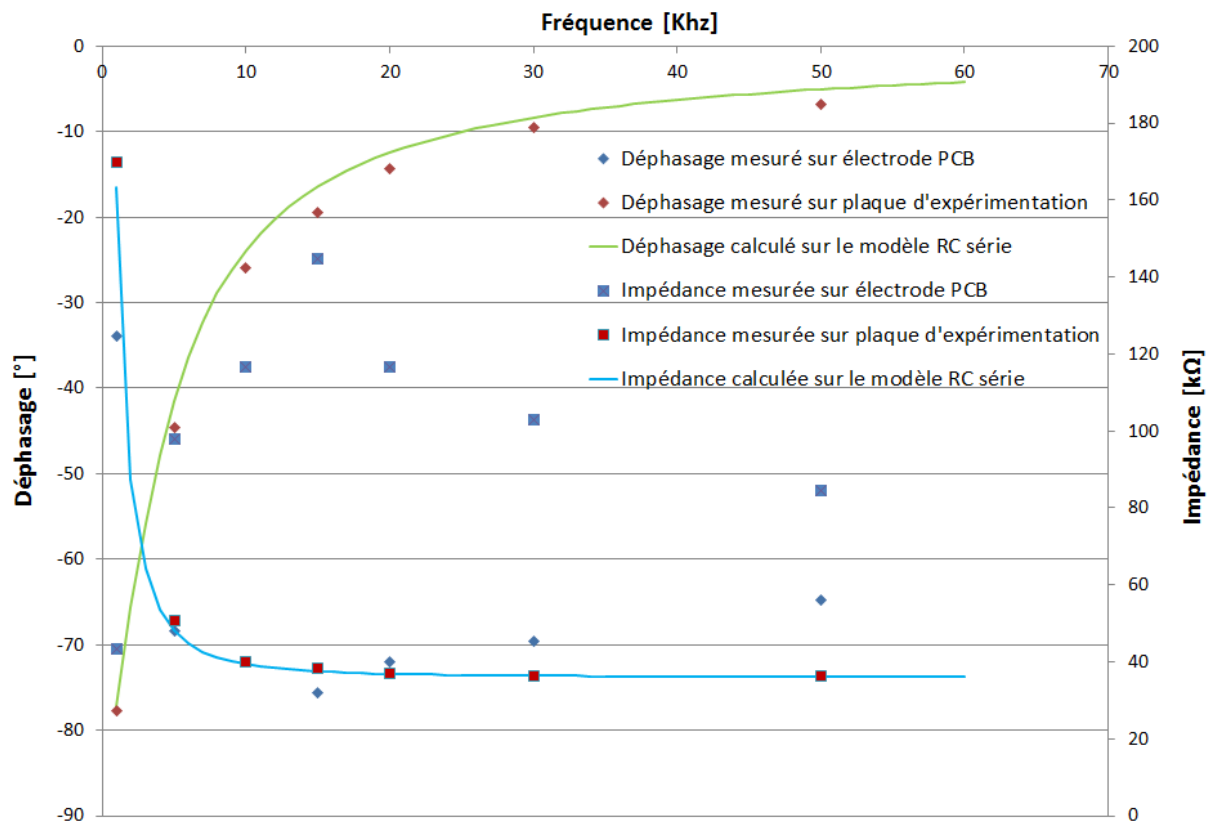


Figure 18 : Mesures et calcul des impédances et déphasages en fonction de la fréquence

Comme on peut voir sur ce graphe, les mesures faites sur la plaque d'expérimentation avec le montage RC série se comporte de la même façon que le calcul fait sur le modèle RC série.

Par contre, le dispositif à trou usiné sur PCB ne se comporte pas du tout comme un circuit RC série. La résistance d'isolation n'est donc pas en série à la capacité dans le schéma électrique équivalent.

Afin de vérifier que la résistance d'isolation est bien en parallèle à la capacité, on compare les mesures de déphasage effectuées sur le dispositif à trou avec celles calculées sur le modèle RC parallèle.

Pour cette mesure, la résistance série pour la mesure du courant sur le dispositif à trou a une valeur de 0.7Ω afin de la rendre négligeable et de ne pas la prendre en compte pour le calcul du déphasage sur le modèle RC parallèle.

Les fonctions complexes Excel IMARGUMENT et IMDIV ont été utilisées pour le calcul de l'impédance et du déphasage sur le modèle RC parallèle.

Pour le calcul du modèle RC parallèle, on utilise une valeur de capacité de 1.1nF et de $50\text{k}\Omega$ pour la résistance.

Voici ce qu'on obtient :

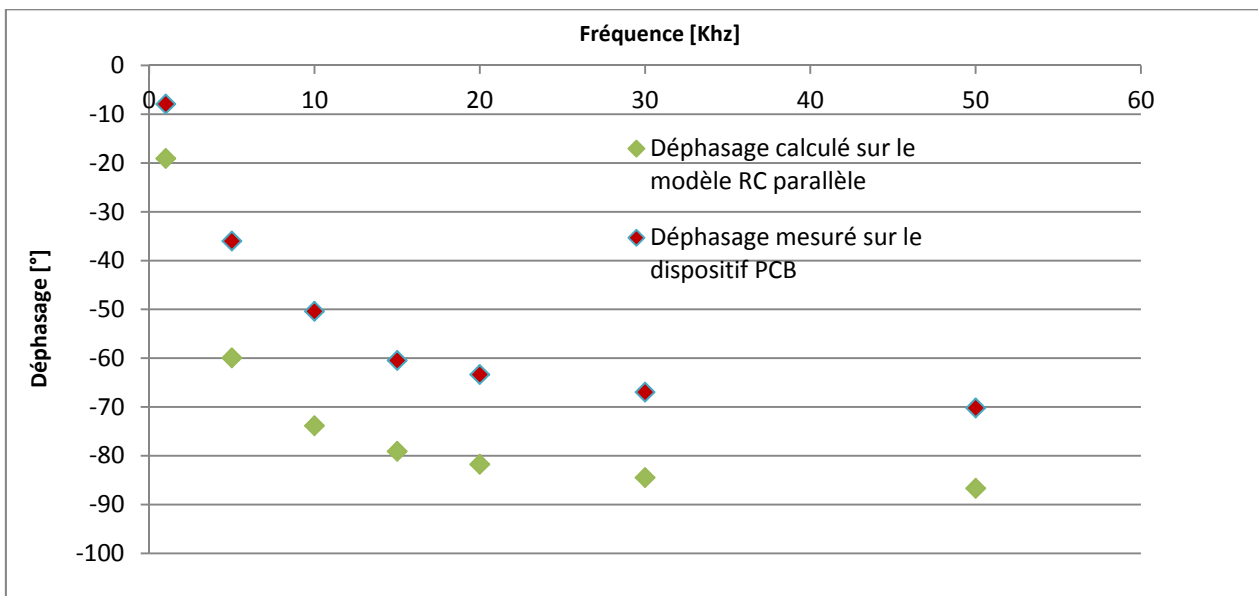


Figure 18 : Mesure et calcul du déphasage en fonction de la fréquence

On constate que le comportement est qualitativement semblable. Ce qui confirme le fait qu'on a une résistance d'isolation élevée en parallèle à la capacité. Maintenant il ne reste plus qu'à déterminer les valeurs réelles de la capacité et de la résistance.

Un testeur d'isolation Fluke 1507 a permis la mesure de la résistance parallèle. On obtient une valeur supérieure à 220MΩ.

Un capacimètre Agilent U1733C a permis la mesure de la capacité équivalente. On obtient une valeur d'environ 15pF.

Maintenant que l'on sait les valeurs réelles du modèle RC parallèle de notre dispositif à trou sub-millimétrique, on recompare les valeurs du déphasage mesurées sur notre dispositif à trou submillimétrique avec celles calculées. En changeant les valeurs de R et C dans le calcul, on obtient:

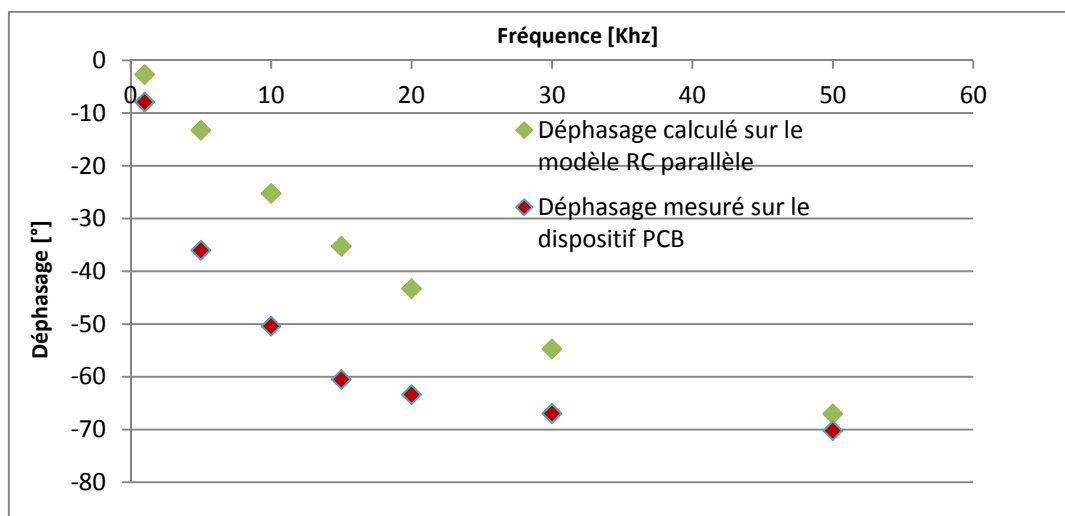


Figure 19 : Mesure et calcul du déphasage en fonction de la fréquence

On peut voir que le comportement des courbes est semblable. Cela veut dire que notre dispositif à trou est bien un circuit RC parallèle et que les valeurs de résistance et de capacité mesurées sont assez justes. Le petit écart sur le graphe est sûrement dû à des erreurs de mesure et à l'incapacité du testeur d'isolation de mesurer au-delà de $220\text{M}\Omega$.

Le schéma électrique équivalent du dispositif à trou usiné sur PCB est donc le suivant :

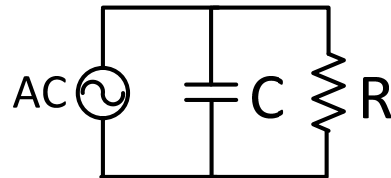


Figure 20 : Schéma électrique équivalent du dispositif à trou usiné sur PCB avec $C \approx 15\text{pF}$ et $R > 220\text{M}\Omega$

Ce schéma est important, il nous permet de pouvoir prédire le comportement en fréquence du système et il nous permet de pouvoir l'implémenter dans un autre schéma utilisant un transformateur.

Lorsqu'il y a un plasma, le schéma électrique équivalent est complexe à quantifier. On sait seulement qu'une résistance de faible valeur apparaît en parallèle à la capacité. C'est dans cette résistance que va circuler le courant durant le plasma et provoquer une chute de tension.

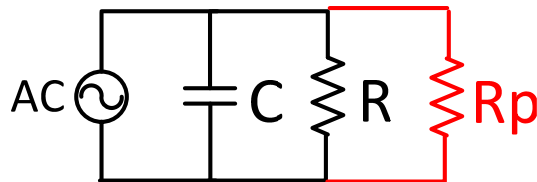


Figure 21 : Schéma électrique équivalent du dispositif à trou avec la résistance de plasma R_p en parallèle

Le schéma électrique équivalent lorsqu'il y a un plasma ne nous étant pas utile pour nos recherches, la valeur de la résistance R_p ne sera pas étudiée au sein de ce projet.

5.2 Alimentation MHz

5.2.1 Descriptif

L'alimentation vient du fabricant Barthel HF-technique. Elle est composée d'un générateur radio-fréquence RFG-10/70-400 ainsi que d'une match box Mci-600. Les valeurs de tension aux bornes du plasma et le courant traversant celui-ci sont mesurées avec la sonde Solayl vigilant-sensor et affichées sur l'oscilloscope Lecroy wave runner 6050. Un séparateur est utilisé à la sortie de la sonde de mesure afin de séparer le câble coaxial en deux fils distincts (un pour la masse et un pour le signal).

Le schéma d'alimentation est le suivant :

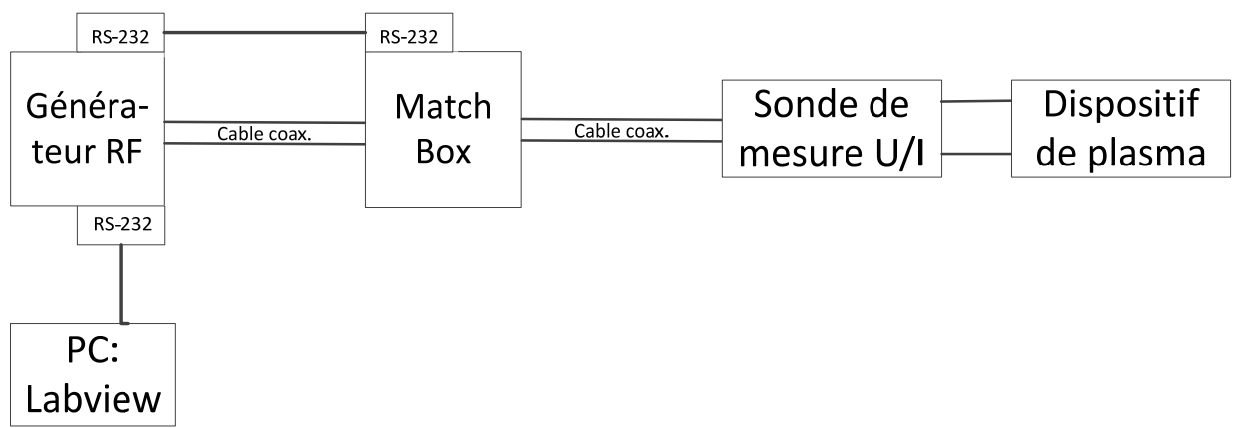


Figure 22 : Schéma d'alimentation pour les tests en MHz

Le générateur RF permet de choisir la forme, l'amplitude et la fréquence du signal. La match box est constituée d'un circuit LC. Elle permet d'obtenir la mise en phase du courant et de la tension à sa sortie en modulant les valeurs des capacités et de l'inductance.

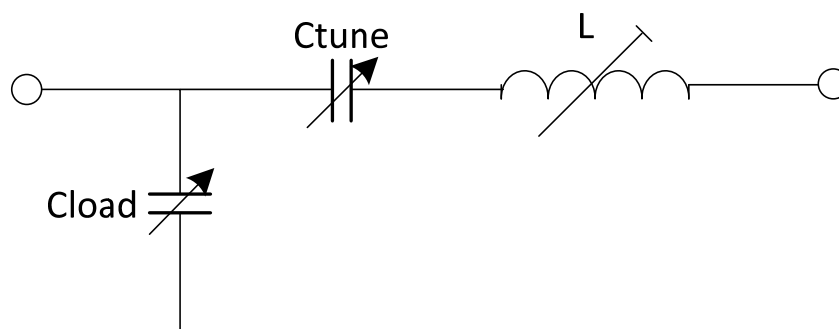


Figure 23 : Circuit interne de la Match box

Le pilotage du générateur RF et de la match box se font sur une page Labview réalisée par la HES-SO sur un PC connecté à l'alimentation MHz via un port série RS-232



Figure 24 : Page Labview pour le contrôle l'alimentation MHz

Pour les tests réalisés dans ce projet, la match box a été utilisée en mode Auto-Match. De ce fait, les valeurs des capacités sont régulées de manière automatique (quelques tests ont cependant été faits en changeant manuellement les valeurs de capacité pour essayer d'obtenir un claquage spontané mais n'ont aboutis à rien). Le générateur RF ne génère pas un courant ou une tension fixe mais une puissance fixe.

Seule la valeur des paramètres suivants a été changée :

- Fréquence d'alimentation [MHz]
- P fwd SP [W] : C'est la puissance qu'on désire envoyer dans le dispositif de plasma
- P fwd [W] : C'est la puissance réellement envoyée dans le dispositif de plasma
- P ref [W] : C'est la puissance réfléchie, c'est-à-dire la puissance qui retourne au générateur à la sortie du dispositif de plasma. Elle correspond à la puissance envoyée moins la puissance dissipée dans le plasma.
- Max Ref P [W] : C'est la valeur maximale de puissance réfléchie que l'on tolère. Si la puissance réfléchie va au-delà de cette valeur, le générateur se met en défaut.

Pour les mesures du comportement en fréquence du système, la sonde ACA-100 RF Network Analyser du fabricant AD-Tec a été utilisée.

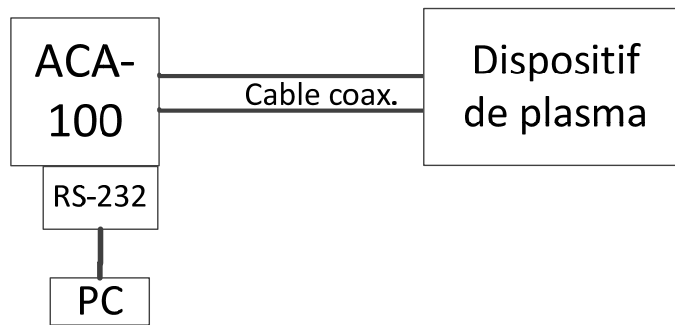


Figure 25 : Schéma câblage de l'ACA-100

Dans un premier temps, on mesure le comportement en fréquence uniquement du câble coaxial pour calibrer la sonde. Ensuite, on peut brancher le dispositif de plasma afin de faire la mesure. Un séparateur est utilisé à la fin du câble coaxial afin d'avoir deux fils distincts.

5.2.2 Tests et mesures effectués

- Test de claquage sur la pointe
- Mesure du comportement en fréquence sur la pointe
- Test de claquage sur l'électrode en aluminium
- Test de claquage sur l'électrode usinée sur PCB
- Mesure de la tension aux bornes de l'électrode usinée sur PCB et du courant traversant celle-ci

5.2.3 Résultats obtenus

- Comportement en fréquence avec et sans dispositif à pointe

Cette mesure a été faite sur le dispositif à pointe, avec la pointe en tungstène située à 1mm de la contre plaque avec une céramique de 0.5mm d'épaisseur

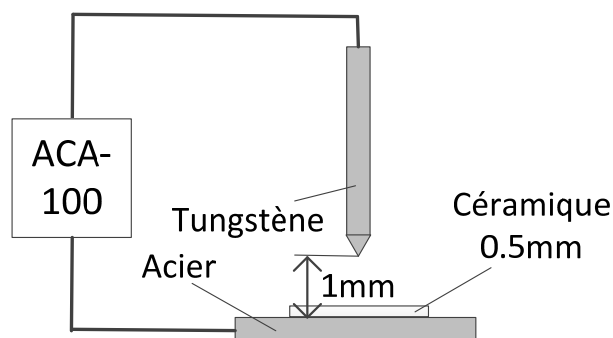


Figure 26 : Schéma du dispositif à pointe

Voici la courbe du comportement en fréquence de la réactance :

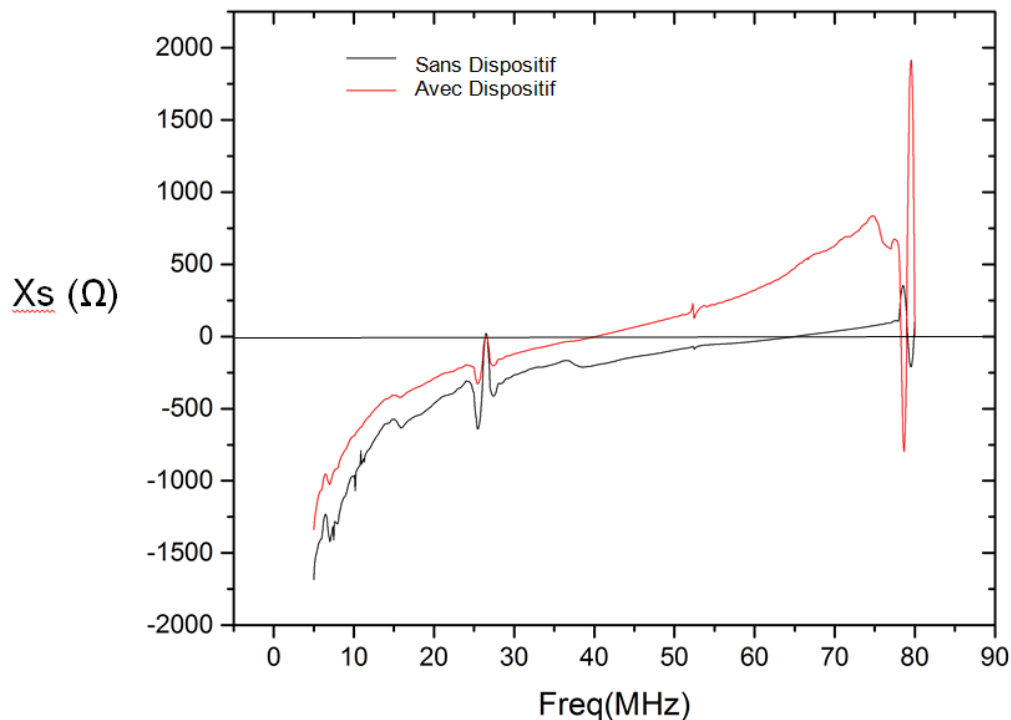


Figure 27 : Valeur de la réactance en fonction de la fréquence

On remarque que de manière qualitative, le système a, à peu près, le même comportement jusqu'à 75MHz avec ou sans le dispositif de plasma. Ça veut dire que le dispositif de plasma n'influence pas le comportement en fréquence en dessous de cette valeur. Cependant, on constate que la valeur de réactance est légèrement supérieure lorsque l'on fait la mesure avec le dispositif de plasma, ce qui signifie que la capacité avec le dispositif est plus grande. On peut expliquer cela par le fait que les câbles du signal et de la masse sont éloignés d'une dizaine de cm pour la mesure sans dispositif, contre seulement 1mm de distance entre la pointe et la plaque lors de la mesure avec le dispositif. Plus la distance entre les électrodes diminue, plus la capacité augmente.

Comme à 26MHz et à 40MHz la réactance du dispositif de plasma vaut zéro, il est intéressant d'alimenter le dispositif de plasma avec ces fréquences. Le générateur RF ne va pas plus haut que 70MHz, il est donc impossible de tester les autres fréquences où la valeur de réactance vaut zéro.

- Mesure du courant traversant le dispositif à trou usiné sur PCB et de la tension à ses bornes

La mesure du courant et de la tension a été prise sur un PCB de 0.5mm d'épaisseur, avec les pastilles de cuivre imprimées de 15mm de diamètre et avec 5 trous

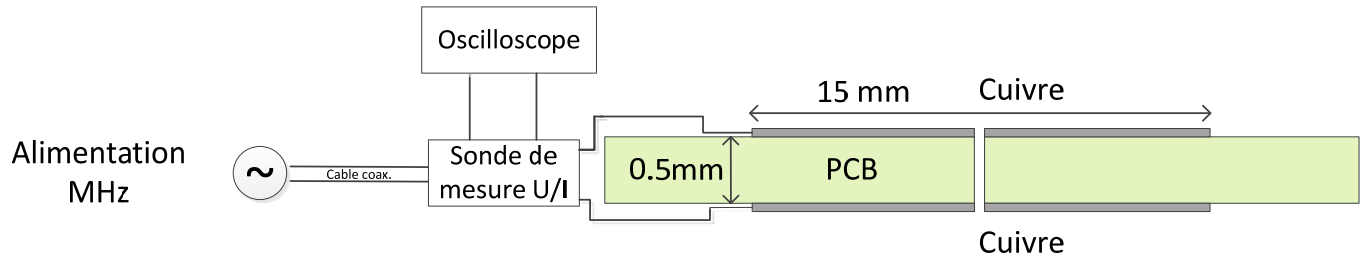


Figure 28 : Schéma de mesure simplifié du dispositif à 5 trous usinés sur PCB

Le dispositif est alimenté avec une puissance (P_{fwd}) de 50 W à 15MHz. Voici la tension et le courant mesurés par la sonde :

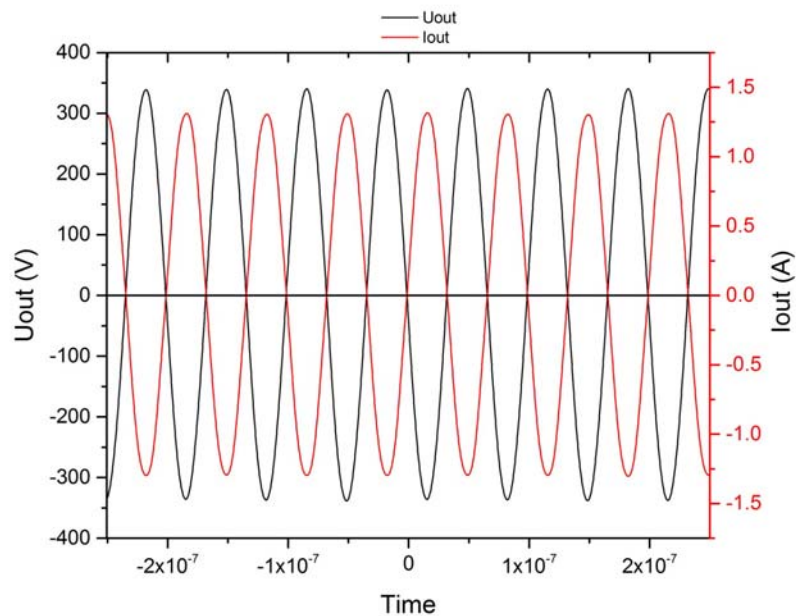


Figure 29 : Tension et courant mesurés sur le dispositif usiné sur PCB

On constate que la tension crête (350 V) n'est pas assez haute pour obtenir un claquage.

On observe également que le courant est en opposition de phase, c'est dû au fait que la sonde a été placée à l'envers lors de la prise de mesure.

On constate aussi sur ce graphe que si on moyenne la puissance instantanée obtenue en multipliant le courant par la tension, on a une valeur de puissance plus élevée que la puissance envoyée (P_{fwd}). On peut expliquer ce phénomène comme ceci : le générateur reçoit 0% de puissance réfléchie, cela veut dire que les 30W envoyés ont été dissipés sous forme de chaleur dans le dispositif. Par contre, la puissance instantanée mesurée pourrait résulter de l'oscillation provoquée par la capacité du dispositif.

5.2.4 Observations

- A pression atmosphérique, la tension fournie par le générateur RF est trop basse pour obtenir un plasma spontané avec n'importe quel dispositif même si on alimente le système avec les valeurs de fréquence où la réactance vaut zéro.
- On peut obtenir un plasma sur le dispositif à pointe et sur l'électrode en aluminium si on amorce le claquage avec une électrode flottante (pour nos tests, un tournevis a servi comme électrode flottante).

Plasma obtenu sur le dispositif à pointe amorcé avec une électrode flottante :

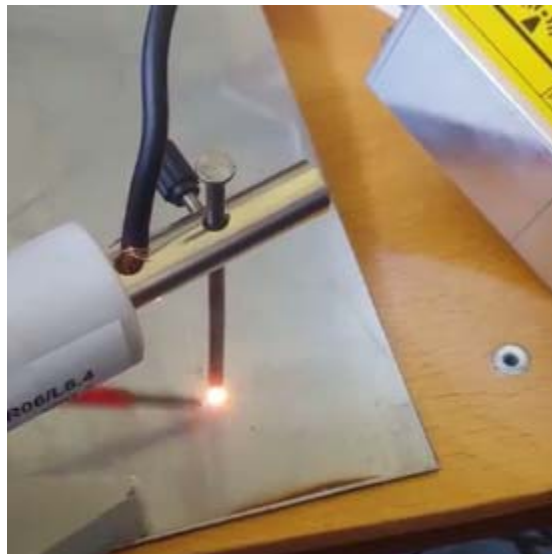


Figure 30 : Plasma obtenu entre la pointe et la plaque à l'aide d'un tournevis

Si on glisse une barrière diélectrique entre la pointe et la plaque, le plasma s'éteint. Comme le plasma ne peut pas être obtenu de manière spontanée et qu'il ne peut pas être généré avec une barrière diélectrique, aucune mesure n'est relevée en MHz sur le dispositif à pointe.

On veut un plasma sur le dispositif à pointe pouvant se générer avec une barrière diélectrique car la technologie du plasma est couramment utilisée dans des applications sur le traitement de diélectrique (exemple : pour la découpe du verre).

Plasma obtenu sur le dispositif à trou en aluminium amorcé avec une électrode flottante :

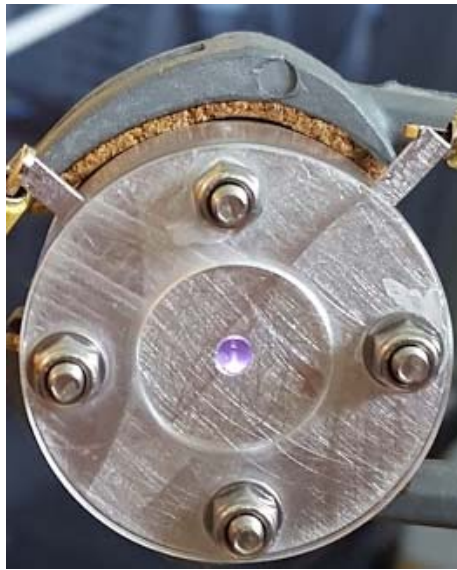


Figure 31 : Plasma obtenu entre les deux électrodes à l'aide d'un tournevis

Le plasma est stable entre les deux électrodes, mais il n'est pas dans le trou. Comme le plasma n'est pas dans le trou, le dispositif agit comme si c'était deux plaques mises en parallèle. Ce système ayant déjà été le sujet de nombreuses études, il ne nous intéresse pas. De ce fait, aucune mesure n'est relevée en MHz sur l'électrode à trou en aluminium.

Sur le dispositif usiné sur PCB, aucun plasma n'a pu être amorcé.

5.2.5 Problèmes rencontrés

Lors des tests sur l'électrode en aluminium, la puissance envoyée par le générateur RF était trop élevée. Du coup, lorsque l'on a amorcé un plasma à l'aide du tournevis entre les électrodes, le courant a circulé dans la faible résistance provoquée par le plasma. De ce fait, la puissance envoyée n'a quasiment pas été dissipée dans le dispositif. Le générateur n'a alors pas supporté la puissance réfléchie et a donc été endommagé. Il a été envoyé chez le fabricant pour réparation et nous est revenu seulement la dernière semaine du projet. De ce fait, nous n'avons pas plus en explorer d'avantage en MHz.

5.3 Alimentation KHz Haute tension

5.3.1 Descriptif

Ces tests sont réalisés à l'aide d'un générateur de fonctions Titan Compact Power qui délivre une tension sinusoïdale modulable en amplitude et en fréquence. Ce générateur vient se brancher sur un transformateur élévateur de tension. Ce même transformateur vient alimenter notre dispositif à trou.

Une sonde Pewatron mesure la tension en entrée du transformateur (U_{in}).

Deux sondes Pearson current monitor mesurent le courant d'entrée et de sortie du transformateur (I_{in} , I_{out}).

Une sonde Testec pour haute tension mesure la tension entre la terre et l'électrode à trou (U_{out}).

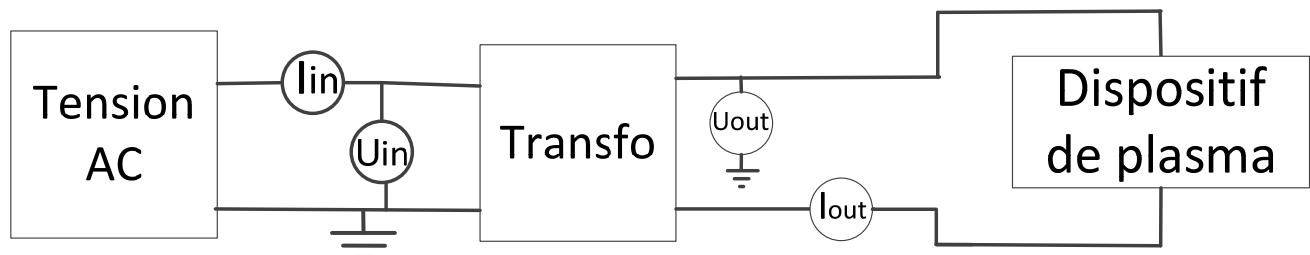


Figure 32 : Schéma de mesure pour alimentation kHz haute tension sans mise à terre du dispositif

L'objectif est d'observer le comportement du plasma et prendre des mesures du courant et de la tension afin de déterminer la puissance nécessaire pour générer un plasma en fonction des différents paramètres suivants :

- Le dispositif à trou utilisé :
 - Electrode à trou en aluminium
 - Avec un trou de diamètre 0.1, 0.15, 0.2, ou 0.3mm
 - Electrode à trou usinée sur PCB
 - Avec des épaisseurs de 1.5, 1 ou 0.5mm
 - Avec un diamètre de cuivre de 15 ou 8mm
 - Avec un ou cinq trous de 0.2mm de diamètre
- Le flux de gaz utilisé :
 - De l'air fixe
 - Un flux d'argon 4.6
 - Un flux d'hélium pur
 - Un flux 99% hélium – 1% oxygène
 - Un flux d'air comprimé

A part pour la mesure du comportement en fréquence, les tests ont été faits à **8kHz**, cette fréquence étant celle fonctionnant le mieux avec la majorité des paramètres.

5.3.2 Tests et mesures effectués

- Test de claquage sur le dispositif à électrode en aluminium et sur celui usiné sur PCB avec différents paramètres
- Mesure des tensions et courants pour le dispositif à électrode usinée sur PCB avec différents paramètres
- Mesure de la puissance nécessaire pour générer un plasma sur l'électrode usinée sur PCB avec différents paramètres
- Comparaison des différences de puissance nécessaire pour générer un plasma et de l'intensité énergétique en fonction des paramètres appliqués
- Mesure du comportement en fréquence du dispositif avec le transformateur
- Etablissement du schéma équivalent du dispositif à trou avec le transformateur
- Simulation sur LTspice du comportement en fréquence du dispositif à trou avec le transformateur

5.3.3 Résultats obtenus

- Electrode avec trou en aluminium

La génération d'un plasma a été testée sur le dispositif à trou en aluminium. Peu importe avec quel diamètre du trou on testait, le plasma généré était instable et pas dans le trou. Comme pour les mesures en MHz, le dispositif agit comme si c'était deux plaques mise en parallèle. Ce système ayant déjà été le sujet de nombreuses études, il ne nous intéresse pas. De ce fait, les tests sur l'électrode à trou en aluminium ont été arrêtés et plus aucune mesure n'a été relevée en kHz.

- Electrode avec trou usinée sur PCB

Pour les tests sur le dispositif usiné sur PCB, les mesures ont été prises avec et sans la contre électrode mise à terre.

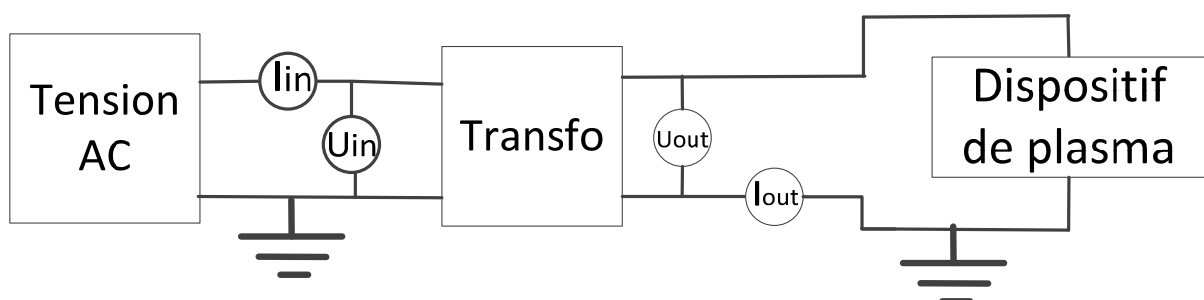


Figure 33 : Schéma de mesure lorsque le dispositif est mis à la terre

Au fil des expériences, on remarque que le comportement du plasma n'est pas le même si on relie la contre électrode à la terre ou si on la laisse flottante.

- Tests sans flux de gaz

Lors du premier test effectué, un plasma est généré dans un PCB avec un seul trou. La contre électrode n'est pas reliée à la terre. Le dispositif n'est soumis à aucun flux de gaz, uniquement l'air ambiant. On obtient un plasma intense à l'intérieur du trou.

Pour acquérir les mesures, l'oscilloscope est réglé pour trigger sur le courant. Dès que le premier pic de courant apparaît lors de la génération du plasma, l'oscilloscope prend la mesure. Le temps zéro correspond au moment où le claquage apparaît et que la tension chute.

Voici les mesures de courant et tension obtenues :

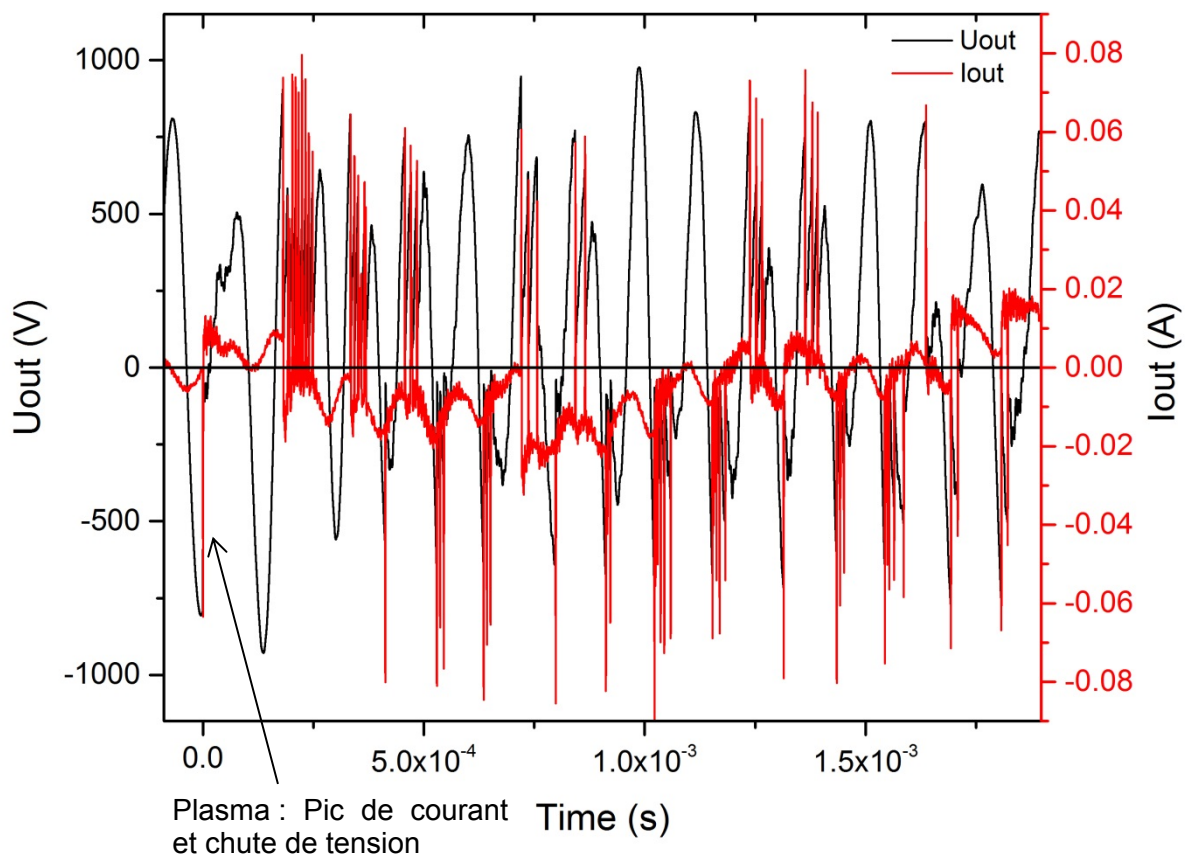


Figure 34 : Mesures sur un trou, sans mise à terre et sans flux de gaz

La génération de ce plasma intense ne dure qu'un très court instant (quelques ms). Après cela le PCB brûle et le trou est bouché. Le fait que le trou se détériore peut expliquer pourquoi la tension et le courant deviennent moins réguliers. On peut observer une tension de claquage située à 800V au temps zéro. Les pics de courant en rouge sont dus à la bonne conductivité du plasma lorsqu'il est généré. Lorsque le courant peut circuler dans le plasma, la tension chute.

Dans un premier temps, on ne savait pas qu'il était bouché, alors on a refait la génération d'un plasma dans ce même PCB.

Voici le résultat obtenu :



Figure 35 : Test de génération de plasma dans un PCB bouché

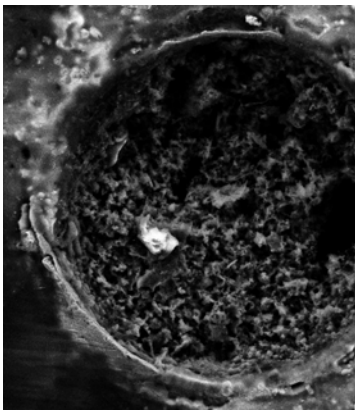
On croyait que le point rouge était un plasma.

Cependant, une mesure de résistance électrique entre les deux électrodes de cuivre a conclu que lorsqu'il a brûlé, le trou s'est bouché avec un mélange de PCB et de cuivre fondus, ce qui a court-circuité les deux électrodes. Il y a donc un courant qui passe dans ce trou. Le courant, en passant, a fait chauffer le cuivre disséminé dans le trou bouché, ce qui a provoqué cette lumière rouge.

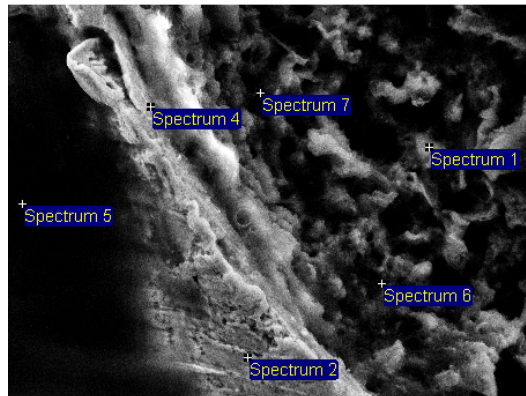
Résistance entre les électrodes du PCB	
PCB vierge	OL
PCB bouché	environ 500 Ohms

Figure 36 : Tableau de mesures de résistances entre les électrodes du PCB

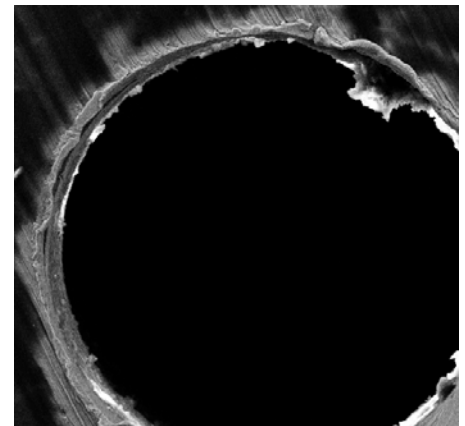
Une photo au microscope électronique a permis de valider le fait que le PCB est bien bouché et que la matière qui a bouchée le trou contient bien du cuivre.



PCB bouché agrandi 1000 fois



PCB bouché agrandi 5000 fois



PCB vierge agrandi 1000 fois

Figure 37 : Photos au microscope électronique validant le fait que le PCB est bouché

Spectrum	% C	% O	% Si	%Cu
Spectrum 6	69.93	18.09	1.99	9.99
Spectrum 7				100.00

Figure 38 : Tableau d'analyse au spectromètre qui démontre qu'il y a bien du cuivre présent dans la matière qui a bouché le trou

Lors de la génération d'un plasma dans un trou sur PCB, sans flux de gaz, à l'air ambiant et sans mise à terre, le PCB se bouche et n'est donc plus utilisable. Pour pouvoir faire plus de tests, le personnel de l'atelier d'électronique a réalisé une vingtaine d'électrodes sur PCB supplémentaires.

Sur le même test, mais avec 5 trous, un plasma intense ne se génère que dans un ou deux trous, suite à cela ces mêmes trous se bouchent et le PCB devient également inutilisable.

Lorsque l'on essaye de générer un plasma dans un PCB avec un seul trou, avec la mise à terre et sans flux de gaz, aucun plasma intense n'apparaît, mais seulement de petites décharges régulières dans le trou. Sur un PCB avec 5 trous, ces petites décharges n'apparaissent que dans un seul trou.

Voici les mesures de courant et tension obtenus :

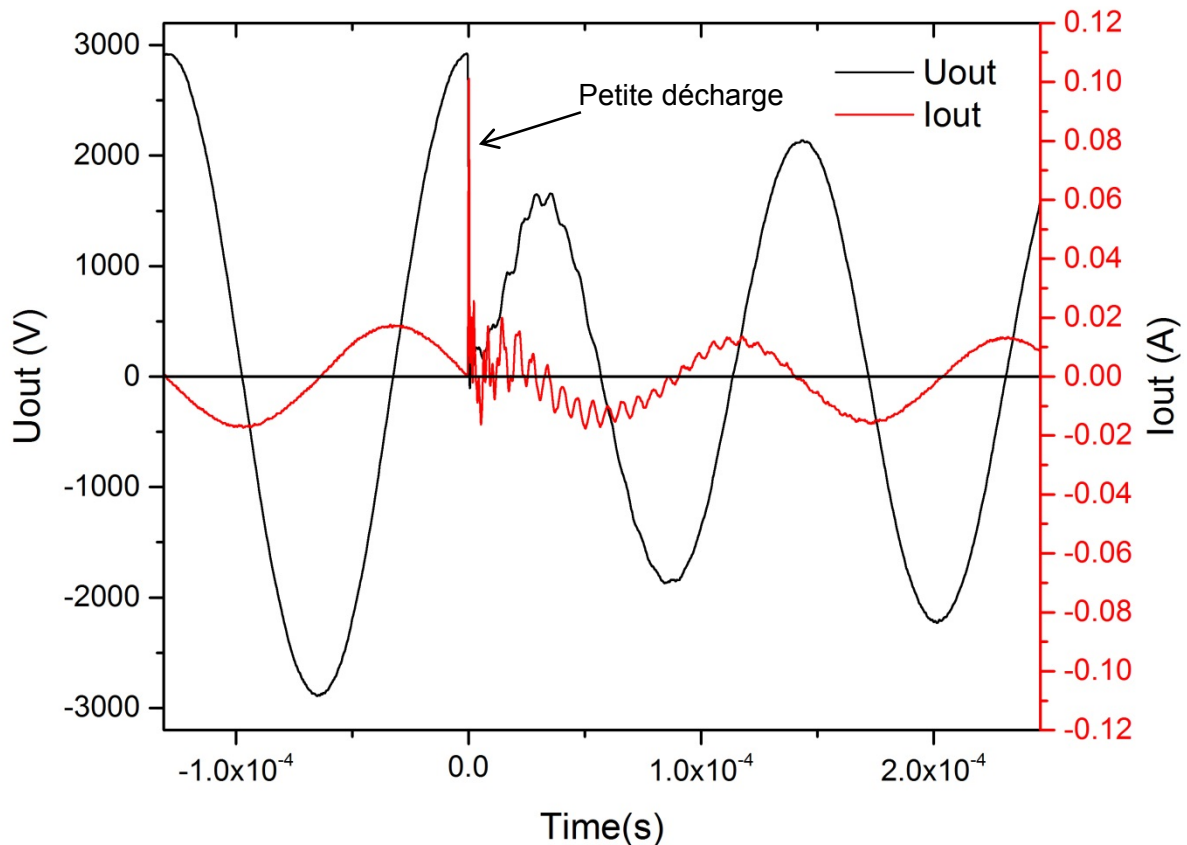


Figure 39 : Mesures sur un trou, avec mise à terre et sans flux de gaz

La génération de ces petites décharges ne détériorent et ne bouchent pas le PCB. Il peut être réutilisé à nouveau. On peut voir au temps zéro que la tension de claquage pour la petite décharge est de 3000V. On remarque aussi une différence de tension de claquage entre une contre électrode mise à la terre et une contre électrode flottante. Cette différence est due au fait que la contre électrode, si elle est flottante, n'a pas un référentiel de mesure fixe contrairement à lorsqu'elle est mise à la terre. Il est intéressant de comparer le comportement qualitatif entre un dispositif avec une électrode mise à la terre et un dispositif sans, mais pas le comportement quantitatif.

Des tests ont également été réalisés sans flux de gaz avec les électrodes de 1.5 et 1mm d'épaisseur avec les pastilles de cuivre de 15mm de diamètre et un seul trou. Mais le plasma se génère d'une électrode à l'autre en passant par le bord du PCB et non pas par le trou.

Pour pallier ce problème, des tests ont été réalisés avec une électrode de 1mm d'épaisseur avec des pastilles de cuivre de 8mm de diamètre et un seul trou. Avec ce dispositif le plasma se comporte de la même manière qu'avec un PCB de 0.5mm d'épaisseur, sauf qu'il faut une valeur de tension plus élevée pour obtenir un claquage.

Mesures de courant et tension sur le PCB avec une épaisseur de 1mm, avec les pastilles de cuivre de 8mm de diamètre, un seul trou, sans mise à terre et sans flux de gaz :

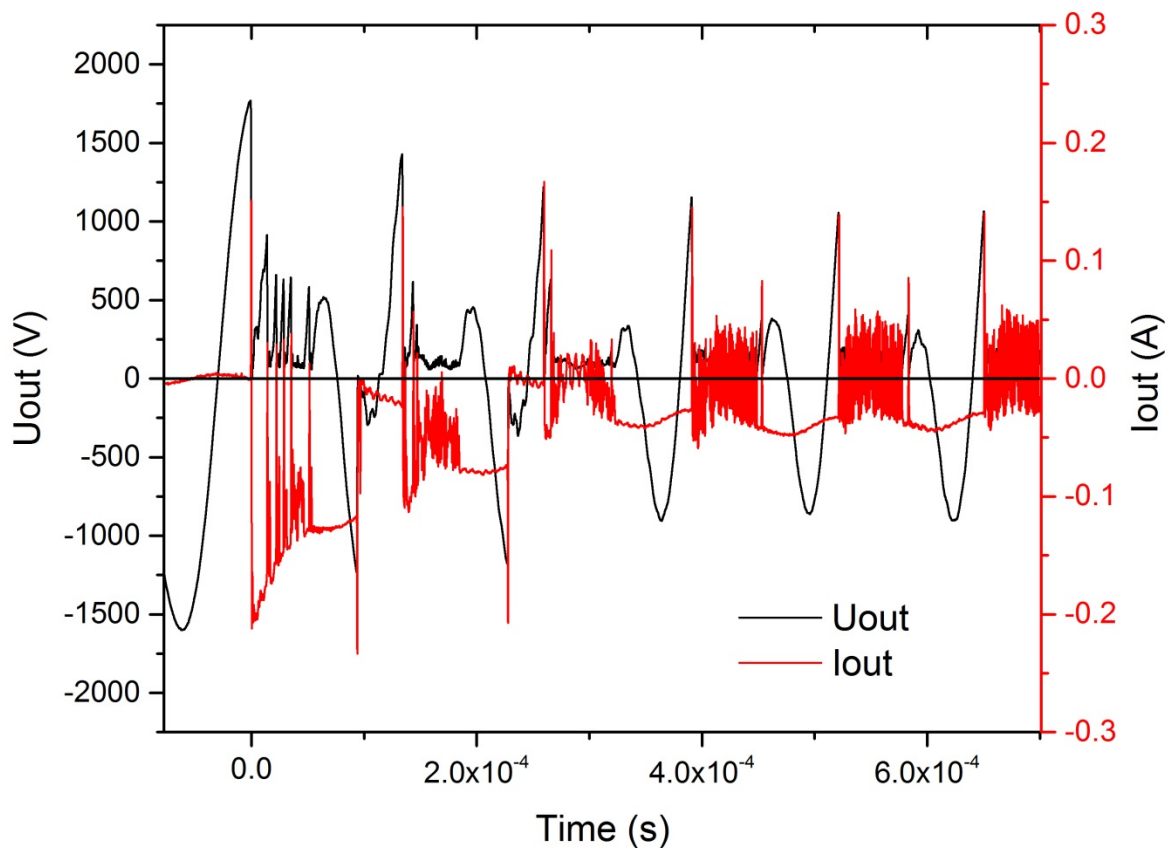


Figure 40 : Plasma sur un trou, sans mise à terre et sans flux de gaz avec un PCB de 1mm d'épaisseur

On remarque une tension de claquage de 1600V pour un PCB de 1mm d'épaisseur contre 800V pour un PCB de 0.5mm d'épaisseur. Comme la distance entre les électrodes a doublée et que la pression est restée pareille (1 bar), la tension de claquage double aussi. C'est la loi de Paschen [2] qui démontre que la tension de claquage est proportionnelle à la distance pour une pression constante. Toutefois, il y a une distance minimale à avoir entre les électrodes pour permettre la génération d'un plasma (quelques μm pour l'air à 1bar).

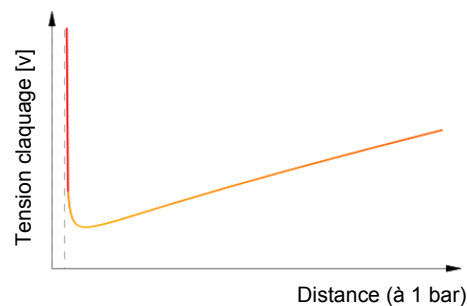


Figure 41 : Démonstration de la loi de Paschen

- Tests avec flux d'air comprimé

Des tests ont été réalisés avec flux d'air comprimé pour voir si on pouvait générer un plasma sans boucher le trou.

Les tests ont été faits uniquement sur un seul PCB avec un seul trou, avec et sans la mise à terre. La pression à la sortie du compresseur est de 4 bars.

Avec ou sans la mise à terre, on obtient uniquement des petites décharges régulières dans un trou mais pas de plasma intense. Sans la mise à terre, si on diminue la pression de l'air comprimé jusqu'à 0.5bars, un plasma intense se génère et le trou se bouche comme lors du test sans flux de gaz. Par rapport à un plasma sans flux de gaz, le flux d'air comprimé empêche la génération d'un plasma intense et empêche le PCB de se boucher.

- Tests avec flux d'argon

Pour pouvoir espérer obtenir un plasma intense dans un trou sans le boucher, des tests de claquage avec un flux d'argon ont également été réalisés.

Le premier test réalisé avec argon a été fait sur un PCB avec un seul trou, avec la contre électrode pas mise à la terre. On utilise pour cette mesure un débit d'argon de 5l/m. On obtient un plasma intense et constant dans le trou. Ce plasma ne détériore et ne bouche pas le trou.



Figure 42 : Plasma constant obtenu dans le trou avec flux d'argon

Voici les mesures de courant et tension obtenus :

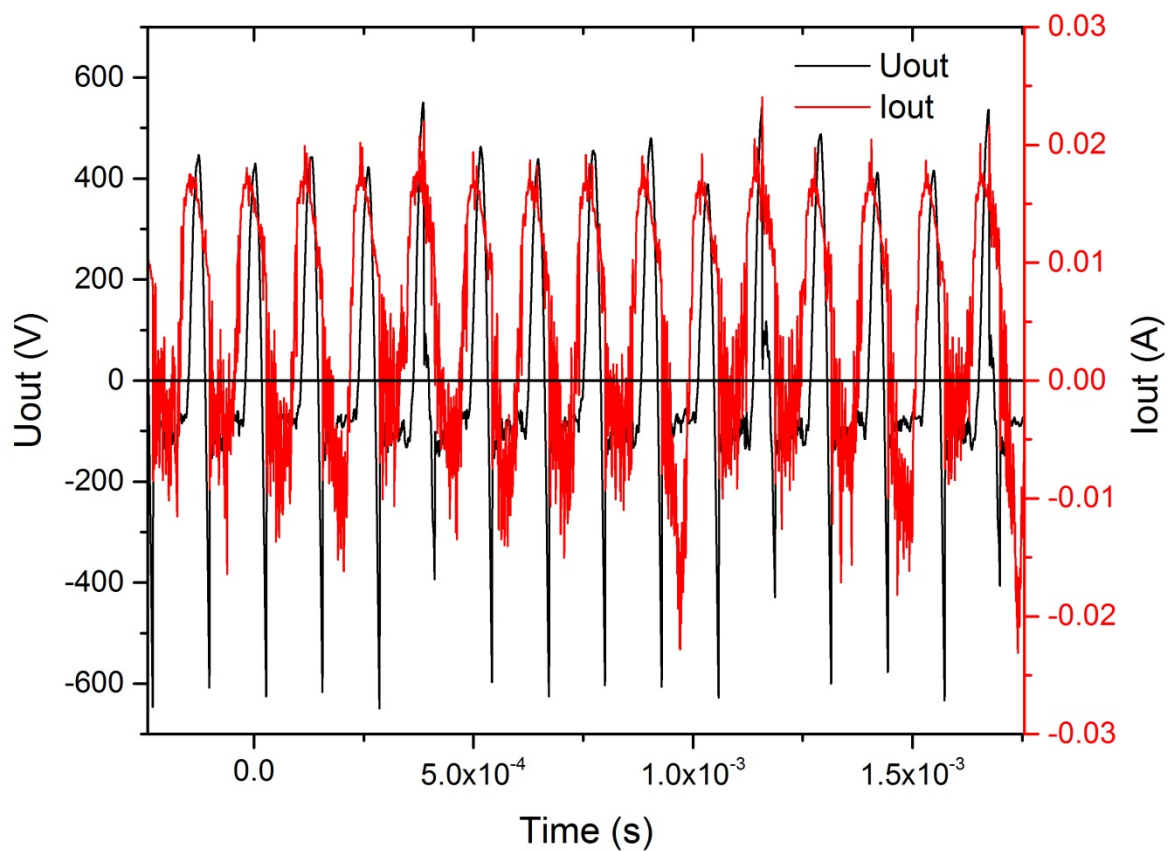


Figure 43 : Plasma obtenu dans un trou, sans mise à terre et avec un flux d'argon

On remarque que l'on n'obtient pas des pics de courant mais bien un courant de forme légèrement sinusoïdale. Cette différence, par rapport à la mesure faite sans flux de gaz, résulte de la formation d'atomes métastables dans l'argon, un phénomène propre à ce gaz noble. Les atomes neutres de l'argon, avant de pouvoir être ionisés, doivent être excités. Le processus d'excitation est le même que celui de ionisation. Une fois excités, les électrons oscillent en s'éloignant du noyau de l'atome, cet éloignement permet de pouvoir les ioniser ces atomes avec une faible tension de claquage. C'est pourquoi un courant circule dans le plasma même à basse tension après la génération du premier plasma.

On a réalisé le même test avec le flux d'argon, sauf en mettant la contre électrode à la terre. Le comportement visuel du plasma reste le même que sans mise à terre.

Voici les mesures de courant et tension obtenues :

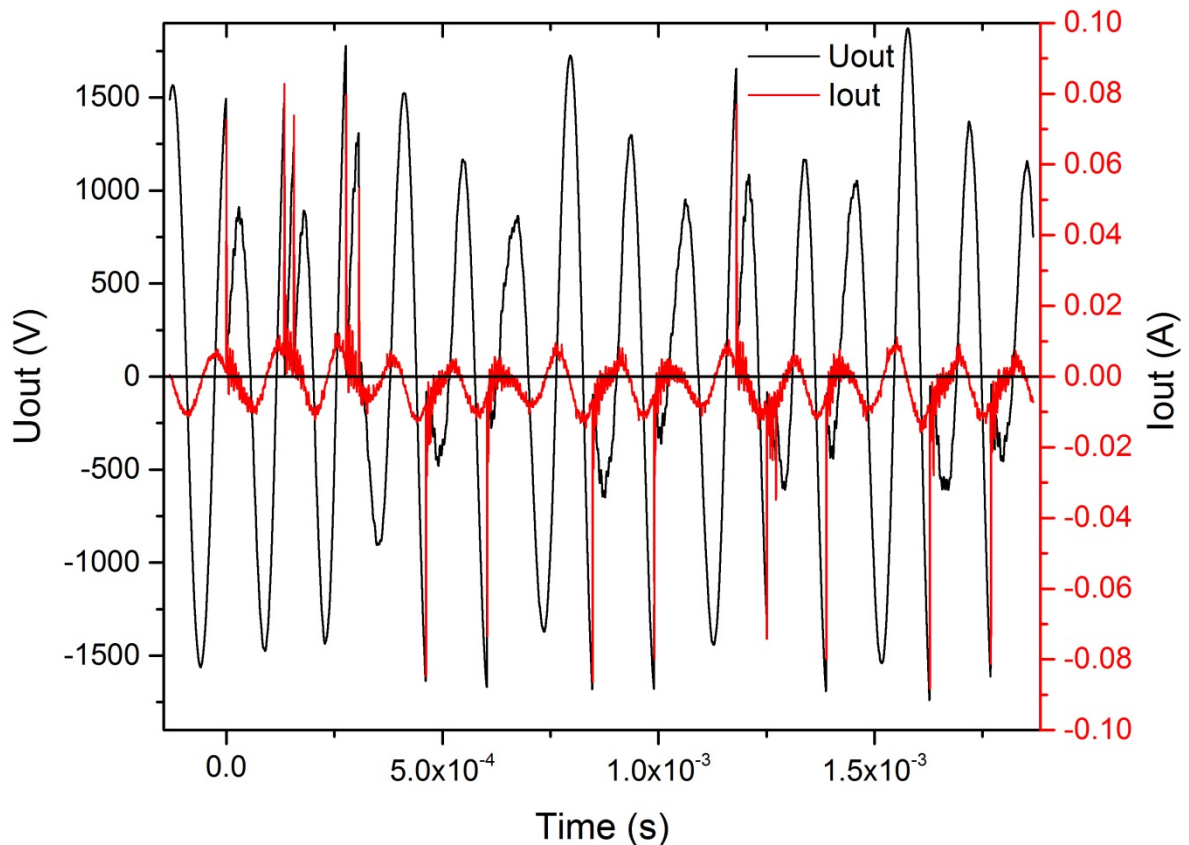


Figure 44 : Mesures sur plasma généré dans un trou, avec mise à terre et avec flux d'argon

On remarque que l'on n'a pas de phénomène d'atomes métastables et on observe une tension de claquage de 1500V au temps zéro.

Remarques : Avec de l'argon, le système a tendance à claquer plus facilement au mauvais endroit qu'avec de l'air et de l'hélium et lors des tests avec cinq trous, le plasma ne s'est généré que dans un seul trou.

- Tests avec flux 99% d'hélium – 1% d'oxygène

Ces tests ont été faits afin de voir si on arrive à obtenir un plasma intense et constant dans les cinq trous.

Un premier test a été réalisé avec ce flux, dans un trou et sans la mise à terre. Le flux est à une pression de 2bars à la sortie de la bonbonne. On obtient un plasma constant dans le trou. Ce plasma ne détériore pas le trou. Si on met la mise à terre, on obtient également un plasma constant dans le trou.

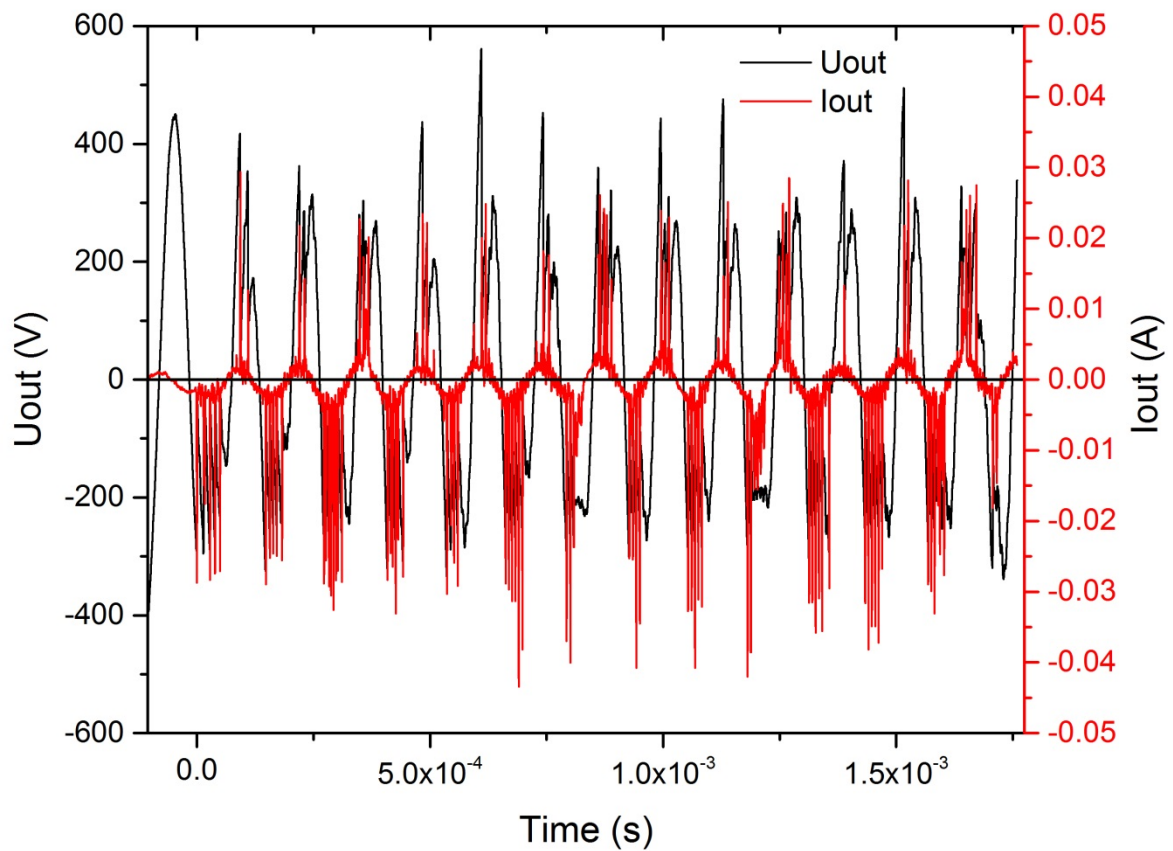


Figure 45 : plasma dans un trou, sans mise à terre avec un flux 99%He-1%O

On observe une tension de claquage à 300V.

Ces tests ont été refaits mais sur un PCB avec 5 trous.

On obtient un plasma intense constant dans les cinq trous.

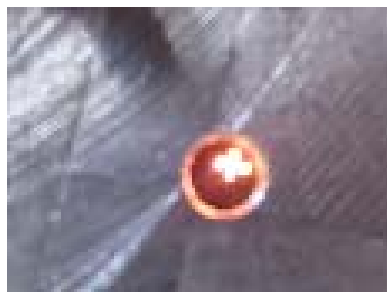


Figure 46 : Plasma obtenu dans les 5 trous avec flux 99%He-1%O

Voici les mesures de courant et tension obtenues :

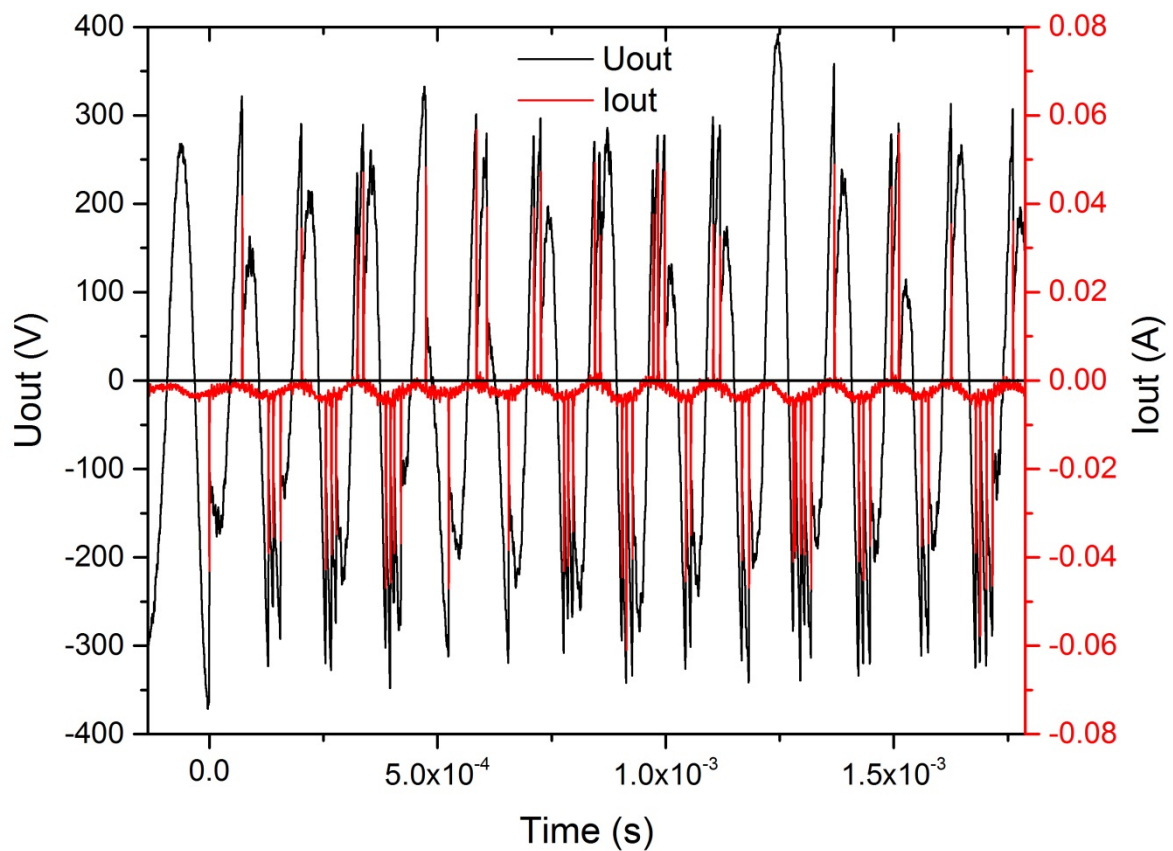


Figure 47 : Mesures sur un plasma généré dans 5 trous, sans mise à terre et avec un flux 99%He-1%O

La tension de claquage est la même que lorsqu'il n'y a qu'un seul trou. Il y a légèrement moins de pics de courant qu'avec un seul trou.

A l'œil nu, le plasma semble constant et réparti dans les cinq trous :

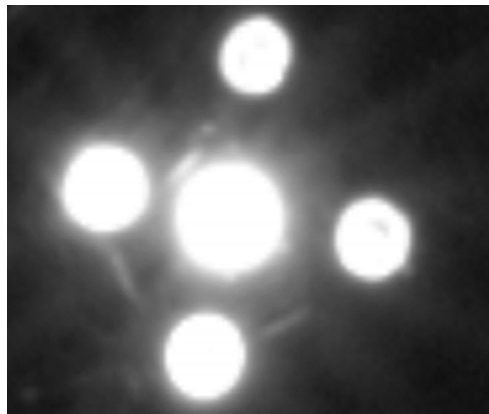


Figure 48 : Vision du plasma à l'œil nu dans les cinq trous



Alors qu'en fait, si une caméra haute vitesse (120'000 images/sec) filme le plasma au ralenti, on remarque que le plasma «clignote» et se génère alternativement dans un seul trou à la fois. Le modèle de caméra utilisée est une Phantom V411.

Les images suivantes démontrent le comportement temporel du plasma entre les 5 trous lorsque l'on filme au ralenti. Dû à la difficulté de lecture des images suivantes, les points de plasmas observés à la caméra ont été marqués d'un point rouge.

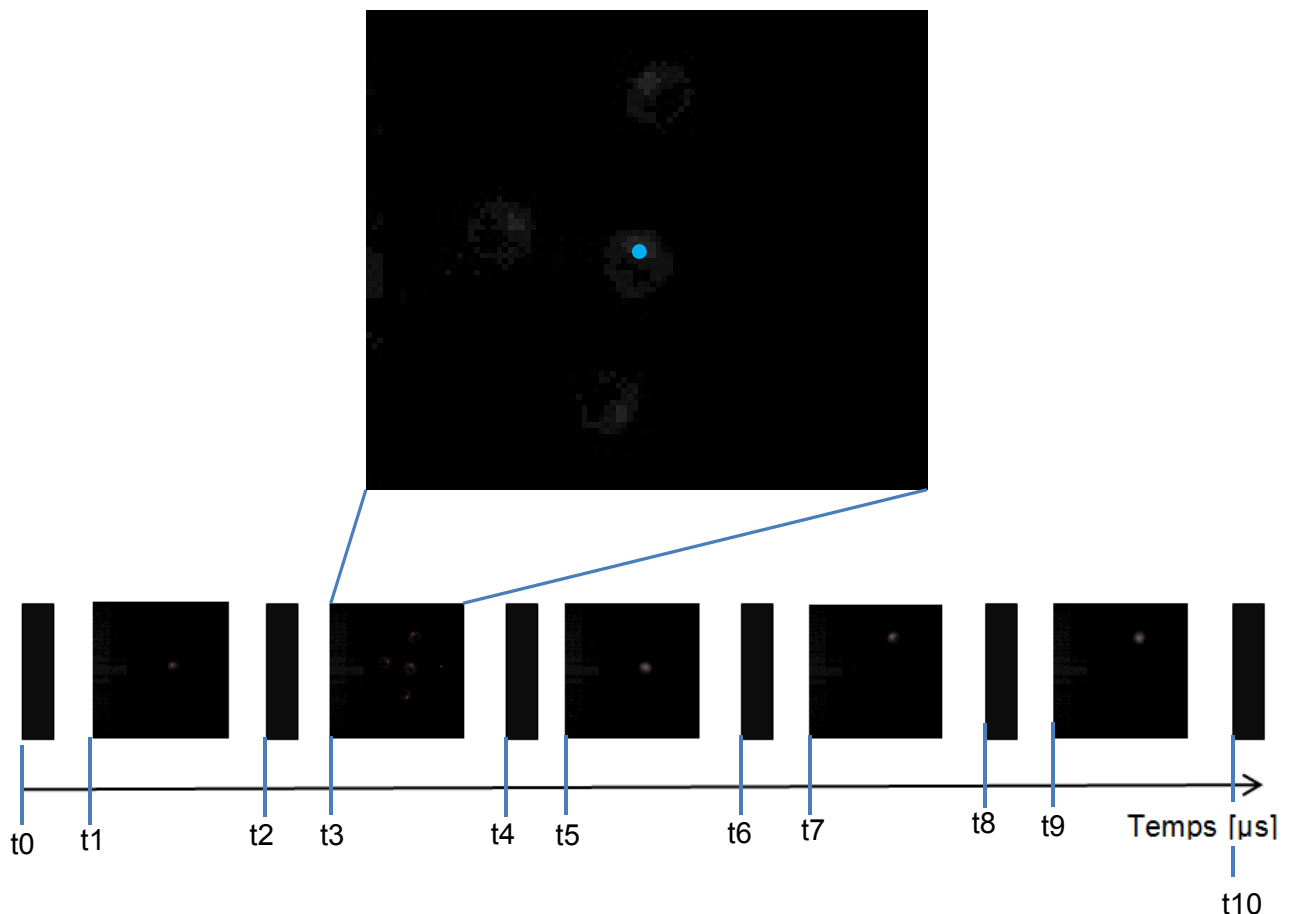


Figure 49 : Evolution du plasma dans les cinq trous en fonction du temps

t0 : 0 μ s → Le plasma est éteint

t1 : 8.32 μ s → La plasma s'allume dans le trou central

t2 : 66.53 μ s → Le plasma s'éteint

t3 : 74.84 μ s → Malgré le fait que l'on observe sur l'image les cinq trous éclairés, le plasma a lieu uniquement dans le trou central (point bleu). Le claquage s'étend d'une électrode à l'autre de manière diagonale, de ce fait il éclaire les autres trous. C'est un plasma particulier.

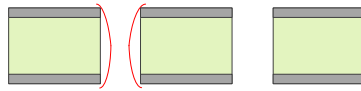


Figure 50 : Forme du plasma de manière générale

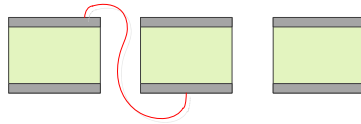


Figure 51 : Forme du plasma particulière

- t4 : 124.74 μs → Le plasma s'éteint à nouveau
- t5 : 133.02 μs → Le plasma s'allume dans le trou central
- t6 : 199.58 μs → Le plasma s'éteint à nouveau
- t7 : 207.9 μs → Le plasma s'allume dans le trou du haut
- t8 : 257.79 μs → Le plasma s'éteint à nouveau
- t9 : 266.11 μs → Le plasma s'allume dans le trou du haut
- t10 : 324.32 μs → Le plasma s'éteint à nouveau

Il aurait été intéressant d'observer avec la caméra si le plasma généré dans un trou à la fois clignote au même rythme que les pics de courant mesurés. Mais comme on peut observer sur l'image ci-dessous, la durée du pic de courant est de $2.5 \mu\text{s}$. Tandis que la caméra a un temps d'exposition de $7.67 \mu\text{s}$ et un temps où le réticule doit s'ouvrir et se fermer d'une durée de $0.65 \mu\text{s}$. De ce fait lorsqu'on prend une image avec la caméra, on prend plusieurs pics de courant en photo. Pour pouvoir observer ce clignotement, il faudrait une caméra plus rapide.

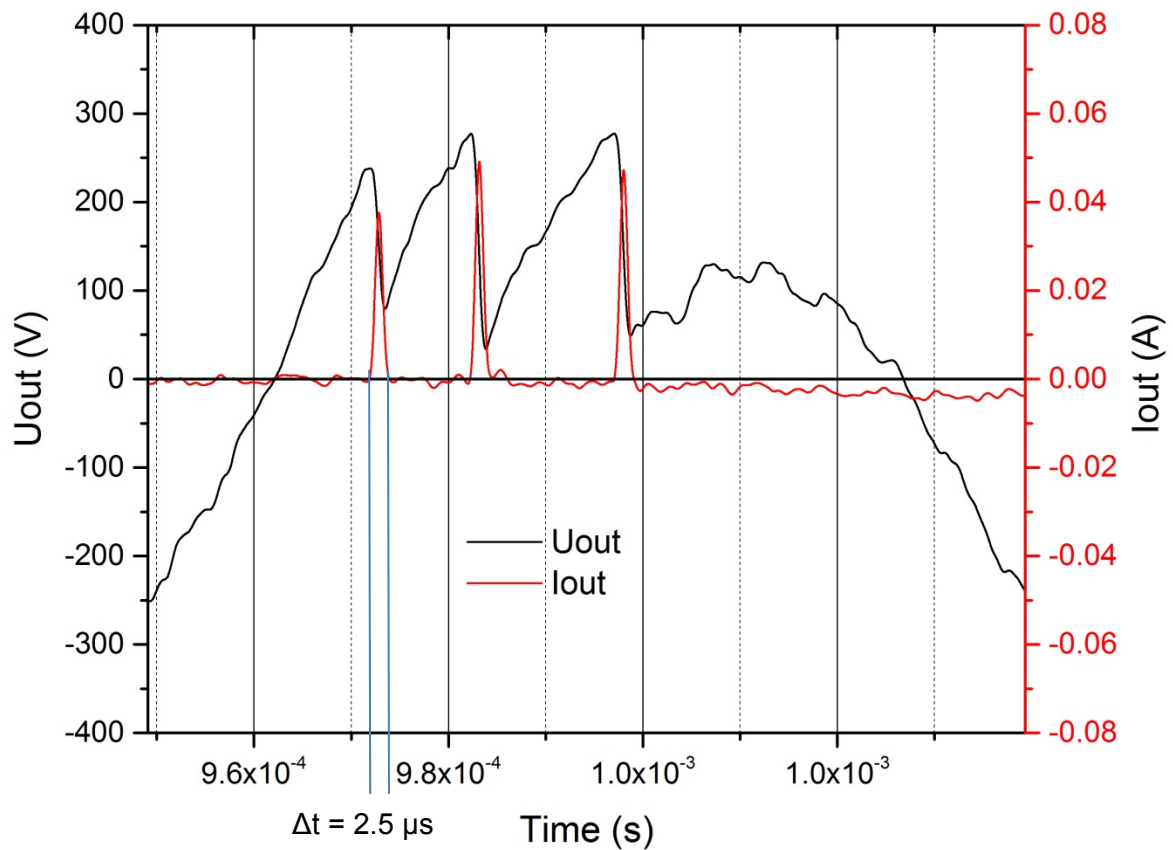


Figure 52 : Mesure du delta t d'un pic de courant

- Détérioration du PCB

Pour être sûr que les plasmas intenses générés avec un flux d'argon et d'hélium n'ont pas détérioré le PCB, des photos au microscope électronique ont été faites.

Ces photos nous ont permis de comparer l'état d'un PCB qui a généré plusieurs plasmas pour une durée totale d'environ 5 minutes avec un PCB vierge.

Les voici :

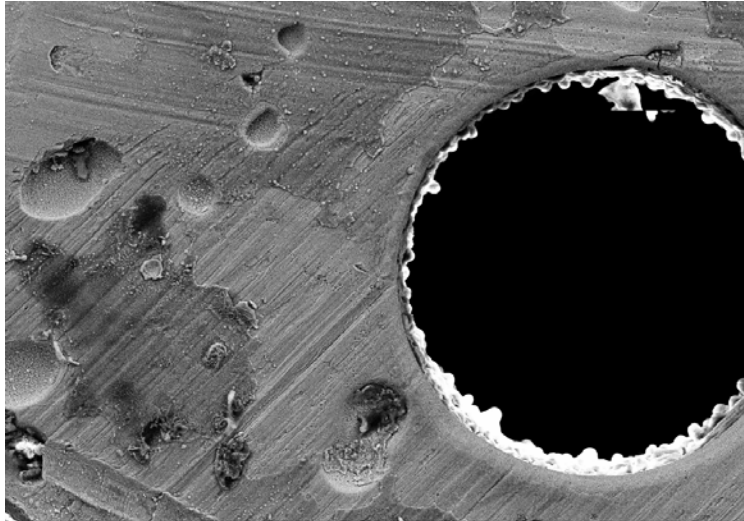


Figure 53 : Etat du PCB après utilisation agrandi 1000 fois

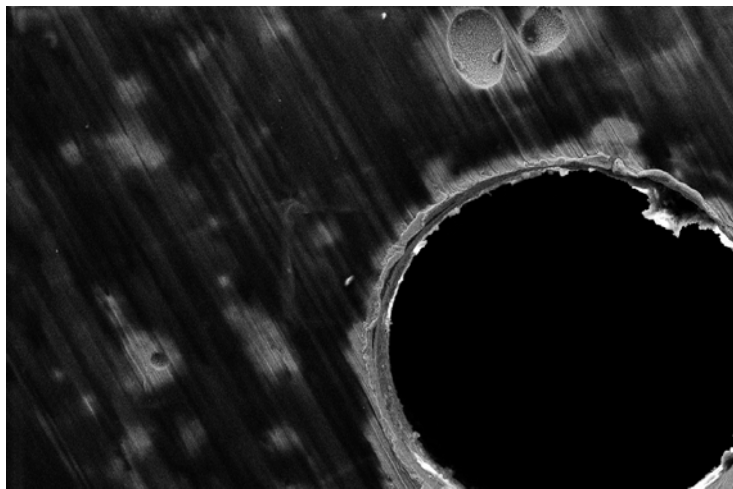


Figure 54 : Etat d'un PCB vierge agrandi 1000 fois

On peut observer sur ces images que l'état du trou sur le PCB vierge est le même que sur le PCB utilisé. Le plasma n'a donc pas endommagé l'usinage du trou. Par contre, le cuivre avoisinant est plus clair sur le PCB utilisé, ça signifie que le plasma a enlevé une petite couche d'oxydation autour du trou.

- Comparaison des puissances,

Peu importe le flux de gaz utilisé, la puissance dissipée dans un ou cinq trous est la même, la seule différence est que la chaleur dissipée par le plasma est répartie entre les 5 trous au lieu de chauffer qu'un seul trou.

La puissance instantanée a été obtenue en faisant la valeur absolue de la multiplication du courant et de la tension mesurés.

La puissance moyenne dissipée dans le plasma résulte de l'intégrale de la puissance instantanée mesurée.

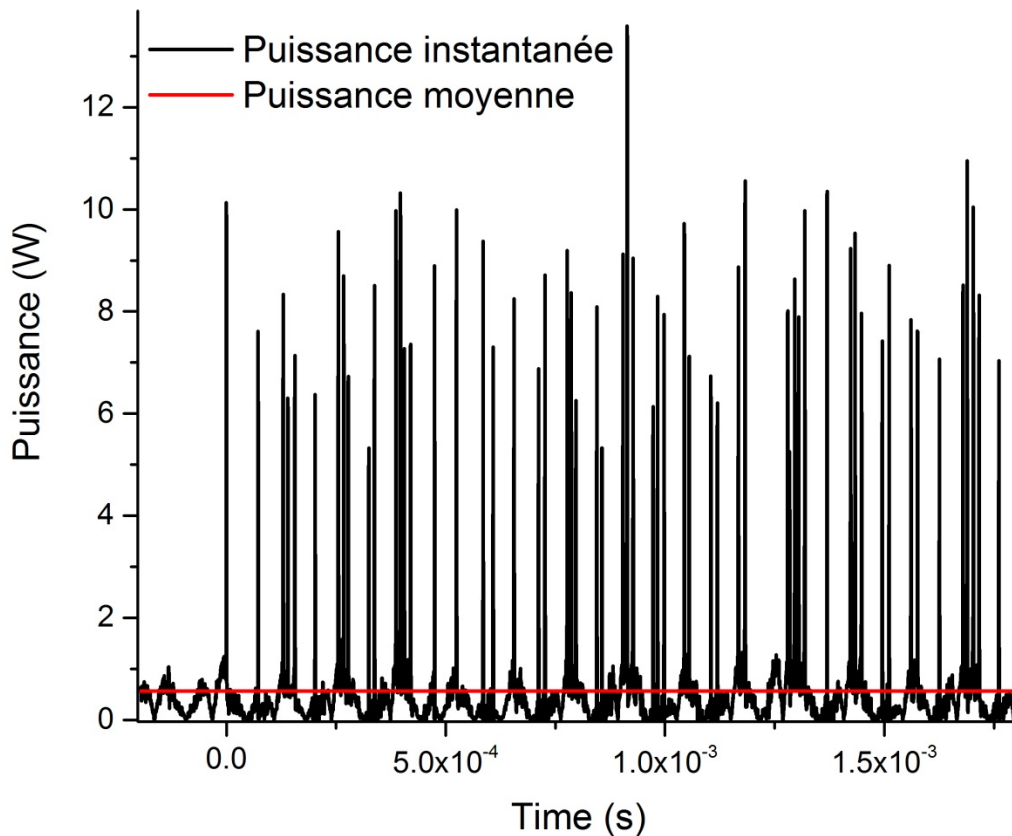


Figure 55 : Puissance instantanée et moyenne dissipée dans un plasma généré avec un flux $99\% \text{He}-1\% \text{O}$

Une comparaison des puissances nécessaires à générer un plasma a été faite entre différents flux de gaz. Ces mesures de puissances ont été faites sans la mise à terre.

On obtient :

Flux	Puissance moyenne nécessaire à générer un plasma [W]
Pas de flux	2.996
Argon	1.725
90%Ar-10%N2O2	1.438
95%He-5%N2O2	0.735
99%He-1%O	0.568
Hélium pur	0.353

Figure 56 : Tableau de comparaison de la puissance nécessaire pour générer un plasma en fonction du flux de gaz utilisé

Le meilleur gaz pour générer un plasma est l'hélium, car il ne nécessite que 0.35W contre 1.72 pour l'Argon.

Une mesure de la puissance nécessaire à obtenir un plasma en fonction du pourcentage d'hélium présent dans un gaz argon-hélium a été faite :

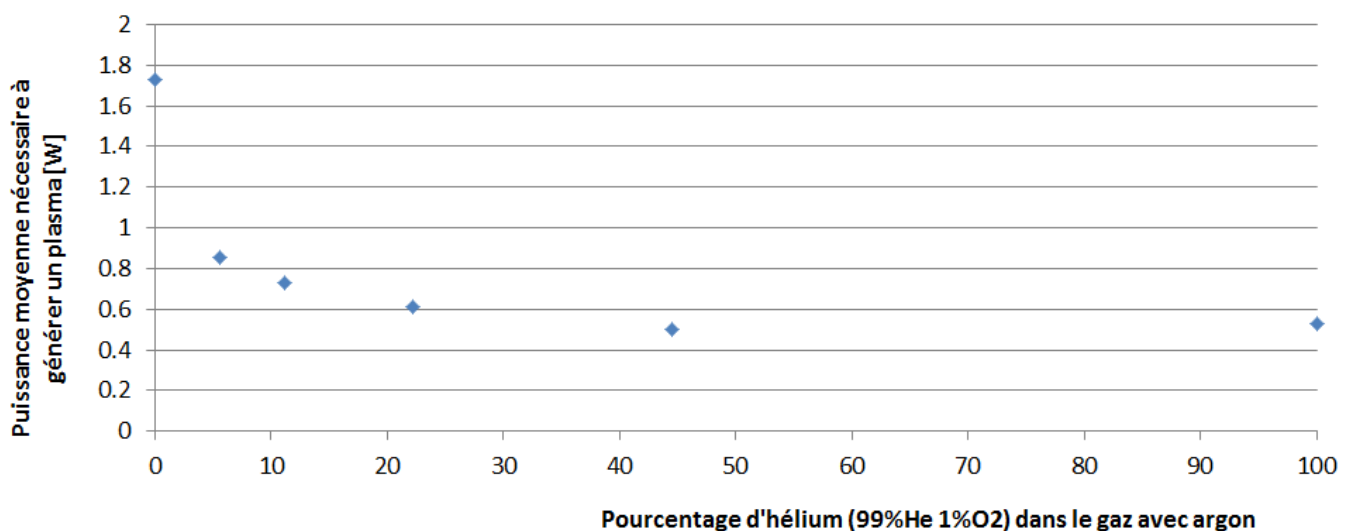


Figure 57 : Evolution de la puissance en fonction du pourcentage d'hélium

Cette courbe démontre que, plus on a d'hélium dans le gaz avec argon, moins il faut de puissance pour générer un plasma.

Avec les valeurs de puissance nécessaire à générer un plasma, l'intensité énergétique du plasma généré avec chaque flux de gaz a pu être mesurée.

Avec la formule suivante :

Intensité énergétique = Puissance du plasma/ surface du trou [W/m^2]

voici les résultats obtenus :

Flux	Intensité énergétique [MW/m^2]
Pas de flux	95.36
Argon	54.92
90%Ar-10%N ₂ O ₂	45.78
95%He-5%N ₂ O ₂	23.40
99%He-1%O	18.06
Hélium pur	11.24

Figure 58 : Tableau de comparaison de l'intensité énergétique du plasma en fonction du flux de gaz utilisé

En comparaison, la valeur de l'intensité énergétique du soleil exercée sur terre est uniquement de $1000\text{W}/\text{m}^2$

- Calcul de la capacité du diapositif à pointe

Une mesure intéressante prise sur le dispositif à pointe nous démontre bien le fonctionnement d'un plasma et la manière de calculer la capacité entre la pointe et la plaque. Cette mesure a été prise sur le dispositif avec la pointe à 1mm de la contre-plaque, sans céramique et sans mise à terre.

La voici :

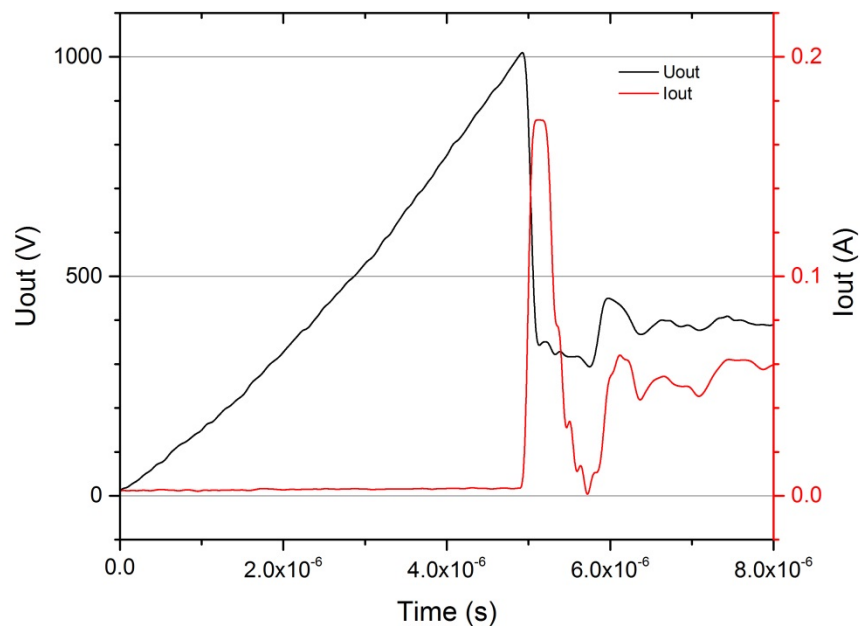


Figure 59 : Plasma sur dispositif à pointe, sans mise à terre de la contre plaque

On voit nettement la chute de tension à 1000V (tension de claquage) lorsqu'il y a un pic de courant.

En mesurant avant la génération du plasma la valeur du courant constant, la différence de tension ainsi que la différence de temps, on peut déterminer la capacité entre la pointe et la plaque par la formule suivante :

$$C = I \cdot \frac{\Delta t}{\Delta U}$$

Figure 60 : Formule de calcul de la capacité

Avec : $I = 0.002 \text{ A}$; $\Delta t = 5 \text{ } \mu\text{s}$ et $\Delta U = 1000 \text{ V}$ on obtient $C = 10 \text{ pF}$

5.4 Schéma électrique équivalent du dispositif avec transformateur KHz

Le fabricant nous a fourni le schéma et les valeurs des composants du transformateur.

Les capacités parasites des enroulements ne figurant pas sur le schéma, il a fallu les mesurer. Avec les valeurs de capacités parasites, la valeur de la capacité du trou et la résistance d'isolation de notre dispositif à trou obtenues, le schéma équivalent du dispositif avec le transformateur a pu être établi.

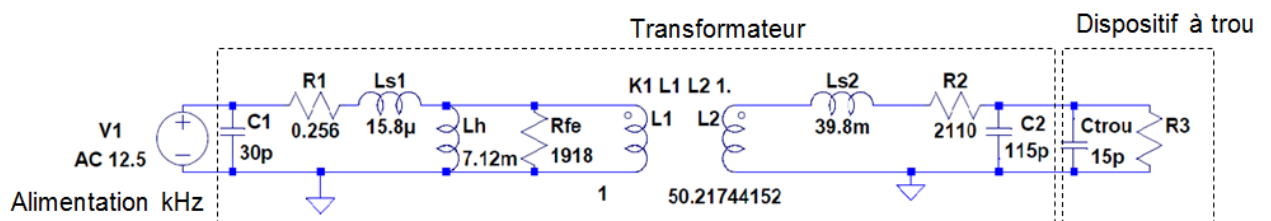


Figure 61 : Schéma équivalent du dispositif et du transformateur

Avec C1 : capacité parasite de l'enroulement au primaire

C2 : capacité parasite de l'enroulement au secondaire

Ctrou : capacité équivalente du trou

R3 : Résistance d'isolation du trou ($R3 > 220 \text{ M}\Omega$)

5.5 Comparaison du comportement en fréquence

Réponse en fréquence du dispositif avec transformateur sur LTspice

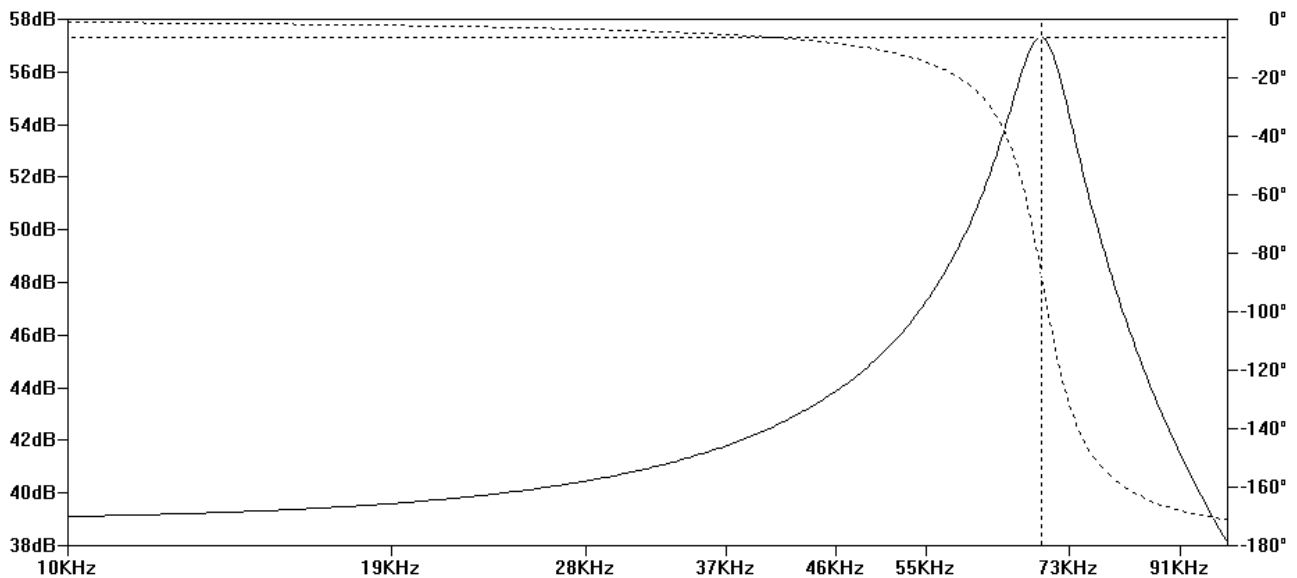


Figure 62 : Comportement en fréquence sur LTspice

Il y a une résonance électrique à 70kHz ainsi qu'un gain de 56dB pour cette fréquence

Réponse en fréquence du diapositif avec transformateur dans la réalité :

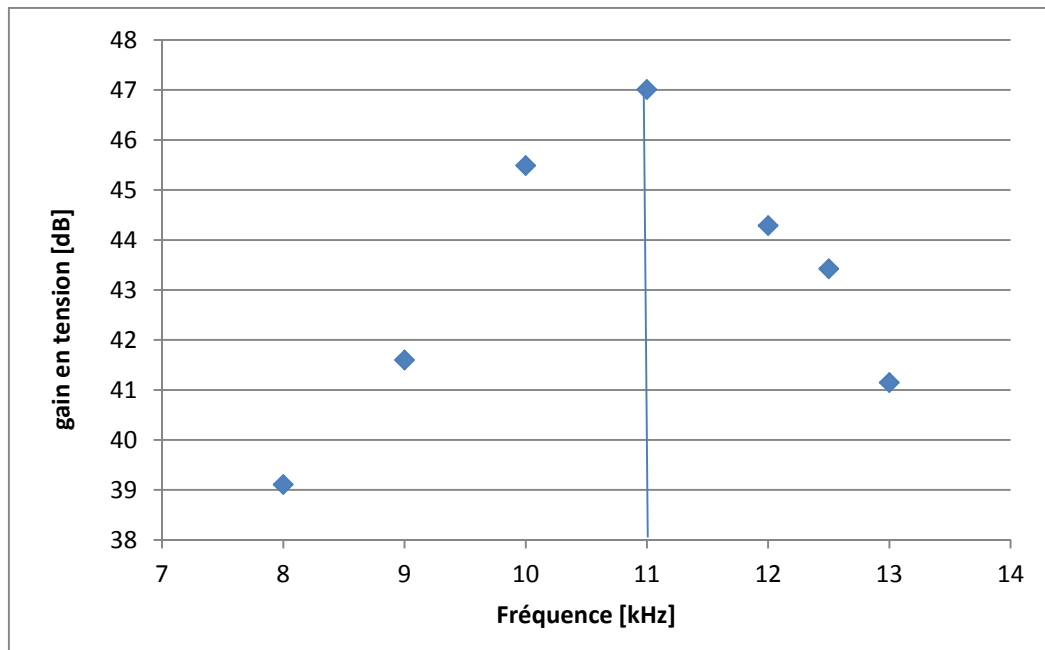


Figure 63 : Comportement en fréquence sur le dispositif avec transformateur réel

Il y a une résonance électrique à 11 kHz ainsi qu'un gain de 47dB pour cette fréquence.

La différence de gain entre la simulation et la mesure réelle peut s'expliquer du fait que la tension d'entrée est fixe pour le comportement en fréquence sur simulation, alors qu'elle change sur chaque mesure sur le comportement réel car la tension doit être diminuée au fur et à mesure qu'on approche de la résonance pour éviter de générer un plasma.

La différence de fréquence de résonance peut s'expliquer par le fait qu'avec le dispositif, la valeur de capacité totale change et que les câbles utilisés pour alimenter le trou peuvent également influencer cette valeur. Des erreurs de mesures sont également à prendre en compte.

Cependant on constate que le comportement de manière qualitative est le même sur la simulation que dans la réalité.

5.6 DC continu et DC pulsé

Des tests ont été réalisés en DC et DC pulsé haute tension sur le dispositif à trou usiné sur PCB.

L'alimentation DC pulsée a été utilisée avec une fréquence de pulsation de 8kHz ainsi qu'un rapport de modulation de 50%.

On arrive à obtenir un plasma constant dans le trou avec un flux d'hélium avec l'alimentation DC et DC pulsé

Par contre sur un PCB avec 5 trous, avec l'alimentation DC et DC pulsé, on obtient un plasma uniquement dans 3 trous.

Une puissance de 0.65W est nécessaire pour générer un plasma dans un PCB avec un seul trou sans flux de gaz.

6 ORIENTATIONS FUTURES

6.1 Mécanique

6.1.1 Dispositif avec électrode céramique

Afin d'éviter un échauffement trop important de l'électrode à trou, celle-ci pourrait être usinée dans une céramique.

6.1.2 Dispositif avec mise sous vide

Pour pouvoir générer des plasmas avec des tensions de claquage plus basses, afin notamment de pouvoir obtenir des plasmas spontanés en MHz, un système de pompe à vide pourrait être designé sur le dispositif de manière à obtenir une pression plus basse.

6.2 Alimentation MHz

6.2.1 Obtenir un claquage en MHz

Plusieurs améliorations pourraient permettre d'obtenir un plasma spontané dans le trou sur PCB avec l'alimentation MHz, afin de voir si à cette fréquence la puissance nécessaire à générer un plasma diminue encore. Pour obtenir ce claquage en MHz, le design et la conception d'un système de mise sous vide du dispositif pourraient être envisagés ainsi que le développement d'un transformateur élévateur de tension conçu pour MHz.

6.2.2 Obtenir un plasma dans plusieurs trous simultanément

La génération d'un plasma dans plusieurs trous en même temps, et non pas en clignotant comme on l'a aperçu à la caméra haute vitesse, devrait permettre la diminution de la puissance nécessaire à générer un plasma. Pour cela il faudrait essayer d'améliorer la précision de l'usinage des trous et tester dans différents matériaux comme dans une céramique par exemple. Il faudrait également réussir à obtenir un claquage en MHz.

7 CONCLUSION

- 1) Un montage permettant l'alimentation et la génération de plasma dans différents supports facilement interchangeables a été réalisé. Il permet également le passage de différents flux de gaz et il est résistant en température. Il peut être facilement alimenté par toute sorte d'alimentation (MHz, kHz, DC, DC pulsé,...). Il a également été conçu afin d'empêcher un maximum de claquages non désirés.
- 2) Le schéma équivalent électrique du dispositif à trou ainsi que celui du transformateur haute tension utilisé ont pu être établis.
- 3) Le comportement en fréquence (kHz) du dispositif accouplé au transformateur haute tension a pu être simulé et comparé avec celui obtenu sur le montage réel.
- 4) L'observation à la caméra haute vitesse a pu dévoiler que le plasma obtenu dans les 5 trous n'est en fait qu'un plasma qui se génère alternativement d'un trou à l'autre. Chose que les études déjà existantes [4][5][6] ne dévoilent pas.
- 5) Les expériences ont démontré qu'en fonction du gaz qu'on utilise et selon que le dispositif est mis à la terre ou non, le plasma ne se comporte pas de la même manière et qu'il peut ou non détériorer le trou du support.
- 6) Les tests exécutés sur les différents flux de gaz nous permettent de savoir avec quel gaz on a la puissance nécessaire pour générer un plasma la plus basse.
- 7) On connaît l'intensité énergétique des plasmas générés pour chaque flux de gaz.
- 8) On sait maintenant les avantages et les désavantages de chaque alimentation utilisée pour la génération de plasma.
 - a. kHz : Permet la génération de plasma dans un grand nombre de support en pouvant moduler un nombre de paramètres conséquents. La variation de la fréquence et l'accouplement du système à un transformateur permet l'apparition d'une résonance
 - b. MHz : Ne permet pas pour l'instant la génération spontanée de plasma. Cependant, lorsqu'un moyen d'obtenir un claquage sera disponible (à l'aide d'un transformateur par exemple), il serait intéressant d'étudier le comportement des plasmas générés
 - c. DC et DC pulsé : Facilement transportable et relativement bon marché, permettent la génération de plasma dans un grand nombre de supports. Cependant aucun plasma dans les 5 trous n'a été obtenu et cette alimentation ne permet pas l'apparition d'une résonance.

8 REMERCIEMENTS

Je tiens à remercier :

- M. Christoph Ellert pour sa proposition de sujet et son suivi durant tout le projet
- M. David Martinet pour son aide et ses conseils lors des mesures du dispositif
- Le personnel de l'atelier mécanique et de l'atelier d'électronique pour le travail effectué sur la conception du dispositif.

9 DATE ET SIGNATURE

Sion, le 15 juillet 2016.

Yohan Cordonier

10 REFERENCES

Bibliographie :

- [1] Y. Cordonier, «Travail de semestre : source de plasma ponctuelle» 2016.
- [2] https://fr.wikipedia.org/wiki/Loi_de_Paschen
- [3] Indrek Jogi. 2011. Trainings course and Summer school. Methods of plasma generation and plasma sources. University of Tartu
- [2] Liangliang Lin, Qi Wang. 2015. Microplasma: A new generation of technology or functional nanomaterial synthesis. University of Eindhoven
- [4] Adam Lodes, Randy Curry. 2009. Atmospheric glow discharge plasma using a microhollow cathode device. University of Missouri-Columbia
- [5] H. Barankova and L.Bardos.1999.Fused hollow cathode cold atmospheric plasma. University of Uppsala
- [6] Cordula Meyer, Richard Heming, Evgeny L. Gurevich, Ulrich Marggraf, Michael Okruss, Stefan Florek and Joachim Franzke. 2010. Radiofrequency driven and low cost fabricated microhollow cathode discharge for gaseous atomic emission spectrometry.

11 ANNEXES

Annexe 1 : Liste des pièces

Annexe 2 : Assemblage mécanique avec électrode en aluminium

Annexe 3 : Assemblage mécanique avec électrode usinée sur PCB

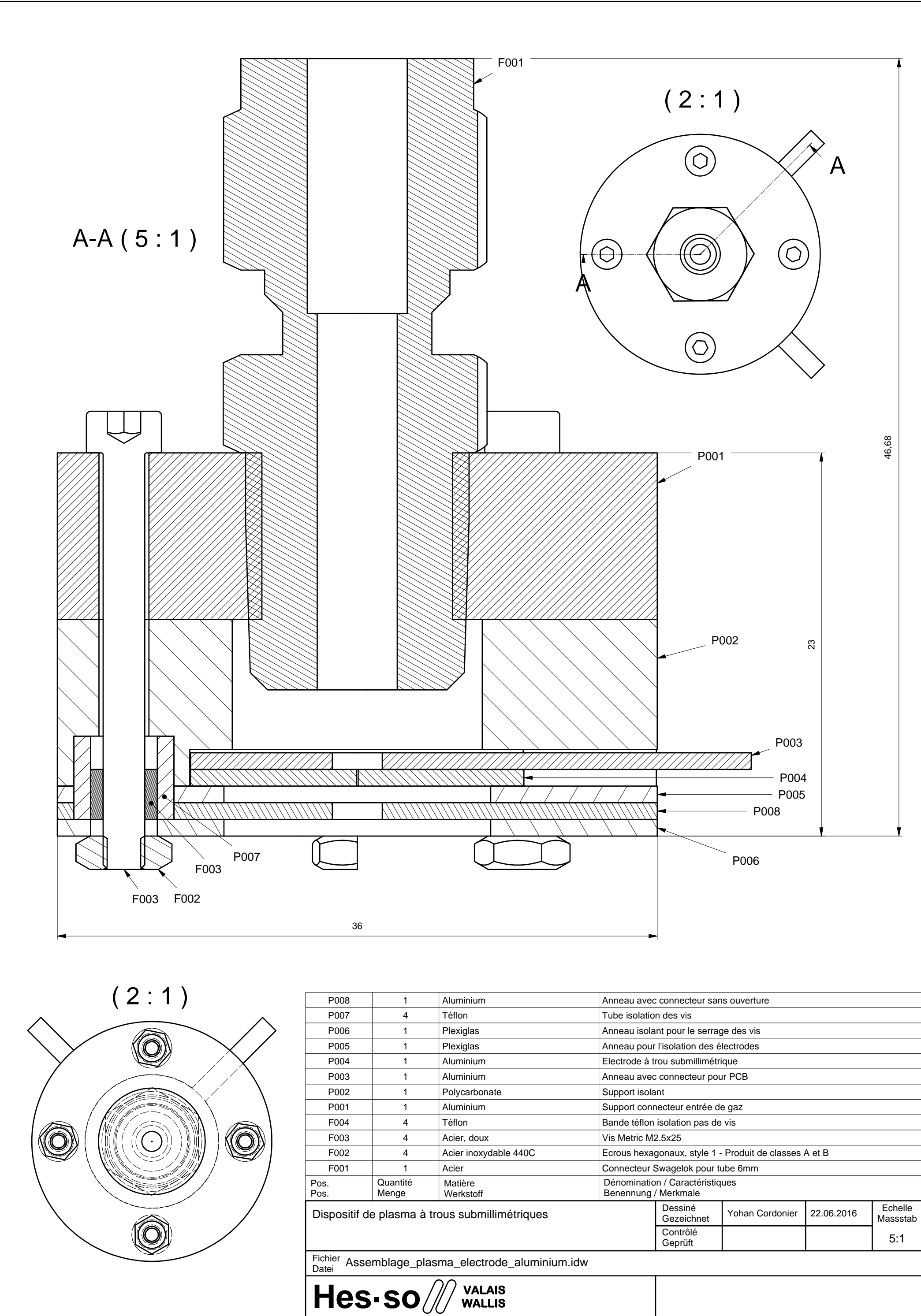
Annexe 4 : Document sur le principe de la cathode creuse (référence [4])

Annexe 5 : Document sur le principe de la cathode creuse (référence [5])

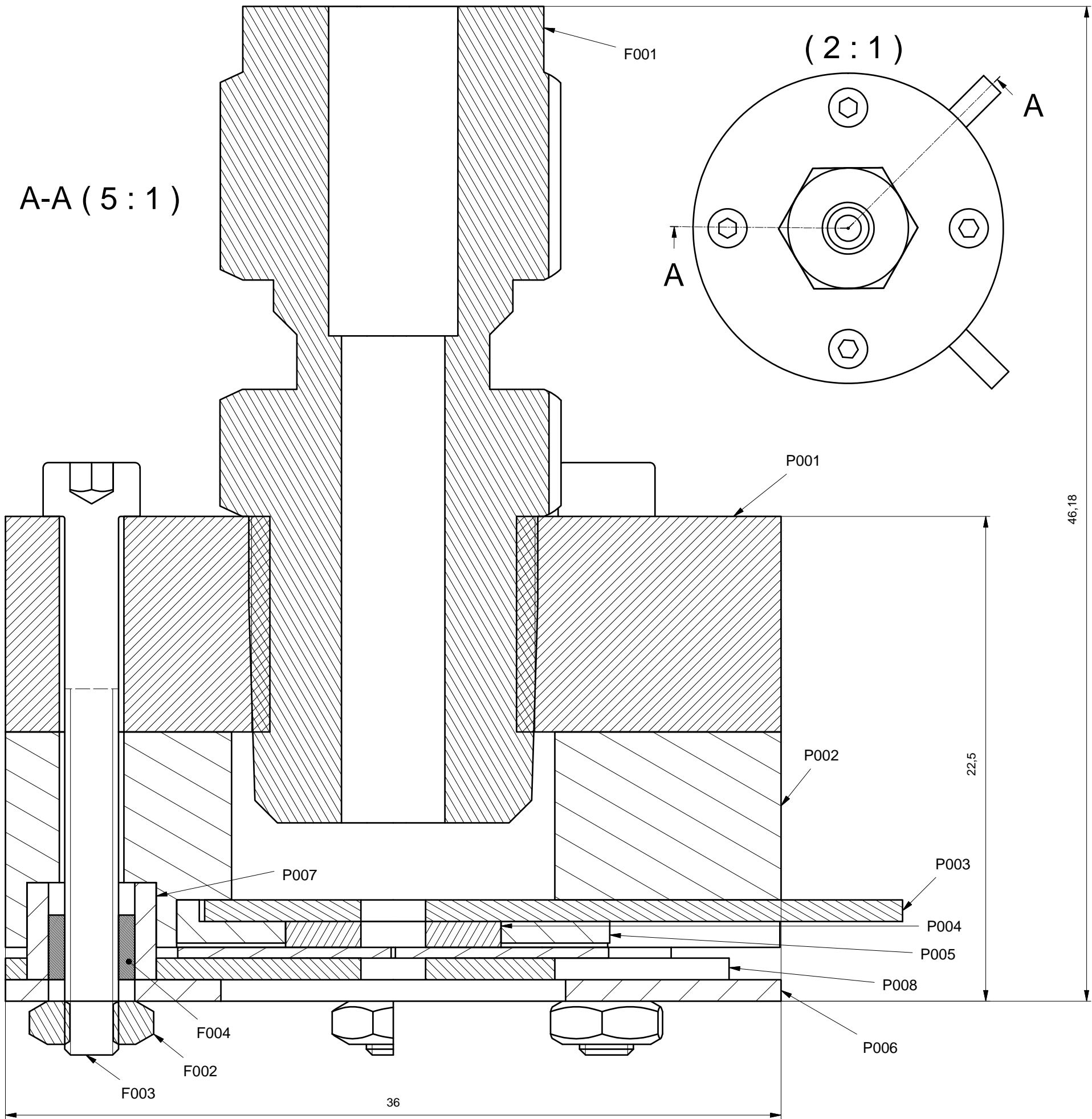
Annexe 6 : Document sur le principe de la cathode creuse (référence [6])

Annexe 1 : Liste des pièces

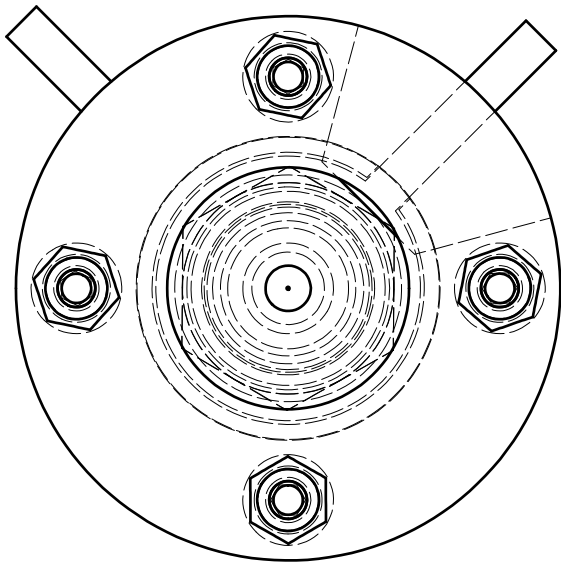
Liste des pièces usinées ou commandées pour le projet				
Numéro	Quantité	Matière	Dénomination/Caractéristiques	Disponible à l'HES ?
1	1	Acier	Connecteur Swagelog pour tube de gaz 6mm	non
2	1	Aluminium	Support pour connecteur tube de gaz	oui
3	1	Plexiglas	Support isolant pour entrée de gaz	oui
4	1	Polycarbonate	Support isolant pour entrée de gaz	oui
5	1	Aluminium	Anneau avec connecteur pour PCB, diamètre intérieur de 16mm	oui
6	1	Aluminium	Anneau avec connecteur pour PCB, diamètre intérieur de 3mm	oui
7	4	Aluminium	Electrode avec trou submillimétrique	oui
8	35	PCB	Electrode avec trou submillimétrique	oui
9	1	Aluminium	Anneau de contact pour le PCB, diamètre extérieur 20mm	oui
10	1	Aluminium	Anneau de contact pour le PCB, diamètre extérieur 10mm	oui
11	1	Polycarbonate	Assiette pour l'isolation de l'anneau de contact	oui
12	1	Plexiglas	Anneau pour l'isolation des électrodes	oui
13	1	Aluminium	Cathode avec connecteur pour PCB sans ouverture d'isolation	oui
14	1	Aluminium	Cathode avec connecteur pour PCB avec ouverture d'isolation	oui
15	1	Acier	Cathode découpée dans une grille	oui
16	4	Téflon	Tube pour l'isolation des vis	oui
17	1	Plexiglas	Anneau isolant pour le serrage des écrous	oui
18	4	Acier	Vis, Metric M2.5x25	oui
19	4	Acier sans étain, 440C	Ecrous hexagonaux, M2.5	oui
20	8	Acier	Rondelle, M2.5	oui



A-A (5 : 1)



(2 : 1)



P008	1	Aluminium	Cathode avec connecteur et ouverture
P007	4	Téflon	Tube isolation des vis
P006	1	Plexiglas	Anneau isolant pour le serrage des vis
P005	1	Polycarbonate	Assiette de support connecteur PCB
P004	1	Aluminium	Anneau de contact pour alimentation du PCB
P003	1	Aluminium	Anneau avec connecteur pour PCB
P002	1	Polycarbonate	Support isolant
P001	1	Aluminium	Support connecteur entrée de gaz
F004	4	Téflon	Bande téflon isolation pas de vis
F003	4	Acier	Vis Metric M2.5x25
F002	4	Acier sans étain, 440C	Ecrous hexagonaux, style 1 - Produit de classes A et B M2.5
F001	1	Acier	Connecteur Swagelok pour tube 6mm
Pos. Pos.	Quantité Menge	Matière Werkstoff	Dénomination / Caractéristiques Benennung / Merkmale
Dispositif de plasma à trous submillimétriques			Dessiné Gezeichnet
Travail de Bachelor			Yohan Cordonier
Fichier Datei			18.05.2016
R:\Diploma\TD2016\SYND\yohan.cordonie\Inventor\Dispositif_de_plasma\Assemblage_plasma_PCB.idw			Echelle Massstab
Hes-so VALAIS WALLIS			5:1

Cite this: *J. Anal. At. Spectrom.*, 2011, **26**, 505

www.rsc.org/jaas

PAPER

Radiofrequency driven and low cost fabricated microhollow cathode discharge for gaseous atomic emission spectrometry

Cordula Meyer, Richard Heming, Evgeny L. Gurevich, Ulrich Marggraf, Michael Okruss, Stefan Florek and Joachim Franzke*

Received 26th November 2010, Accepted 26th November 2010

DOI: 10.1039/c0ja00216j

The current research presents a microhollow cathode discharge (MHCD) used as an analytical microplasma gas detector combining the advantages of a hollow cathode geometry in a miniaturized system offering atmospheric pressure operation. The plasma is driven by a homemade resonant radiofrequency generator ($f = 1\text{--}10\text{ MHz}$) reducing the electrode sputtering by a factor of 6.5 compared to common direct current operation leading to an extension of the lifetime of the microplasma chip of the same range. This paper aims further for the development of a novel low priced and therefore replaceable MHCD chip exchanging formerly used Pt electrodes by thin Cu electrodes. The analytical performance of the low cost Cu-MHCD with lifetime enhancing radiofrequency operation is demonstrated by atomic emission spectrometry with halogenated hydrocarbons with the Cl emission line at 912.114 nm. This leads to an excellent detection limit of 15 ppb v/v gaseous Cl in He making this microplasma chip suitable for lab on a chip application.

Introduction

The interest in developing miniaturized discharges for different kinds of applications increased considerably due to several advantages, including low power consumption, high power densities, relatively high electron densities and moderate gas and electron temperatures. Besides many applications, microplasmas are employed in surface modification, as excimer radiation sources, for sterilization in medicine, as ionization sources for the protonation of organic molecules or as excitation and ionization sources in emission and mass spectrometry. Due to the growing demand for miniaturized instruments in analytical chemistry, in particular, for high-throughput analysis (lab on a chip), there is a significant interest in the development of small size plasmas which can be integrated into these chips as part of the detector as radiation source for optical emission spectrometry or ionization source for mass spectrometry. The demand is that the analytical figures of merit have to be comparable to larger size devices used in well established analytical techniques.

The interest in microplasmas for analytical spectrometry has been growing after the introduction of the so-called 'lab on a chip' concept,¹ where microplasmas are integrated as spectroscopic detection units. In such applications, the microplasmas have to be able to replace classical plasma sources. They should use reduced input power and operate at atmospheric pressures with low gas flow rates. Furthermore, they have to be able to

dissociate and excite any kind of molecular species but simultaneously be robust. Other important properties are that they should be made portable and easy to couple with any detection instrumentation.

Many research groups are following this concept and are developing microplasmas for analytical spectrometry.^{2–4} The detection instrumentation like mass spectrometers and emission spectrometers is already miniaturized as well. Different kinds of microplasmas, *e.g.*, direct current, inductively or capacitively coupled plasmas and microwave induced plasmas, have been investigated as sources for optical atomic and molecular emission spectrometry, atomic absorption spectrometry, mass spectrometry or as ionization source for the protonation of organic molecules.^{2,3,5–10}

One of these plasmas is the microhollow cathode discharge (MHCD) which was developed by the group of Schoenbach¹¹ characterized by diameters of the cathode in the μm regime. Besides spectrometry, there are other applications of MHCD involving light sources and detectors^{12–14} and material processing like etching and deposition.¹⁵ Analytical application of hollow cathodes for atomic emission spectrometry of elemental Cu and Na was demonstrated with hollow cathodes with larger i.d. of 2–7 mm.^{16,17} Further detection of S with hollow cathode glow discharges at 13.56 MHz excitation voltages was presented.¹⁸ A planar anode and a hollow cathode structure were used with an i.d. of 3 mm and low pressure operation. This work supports the application of hollow cathode structures for analytical chemistry.

The microhollow cathode discharge described in the present article, also called microstructured electrode discharge, is a multilayer system consisting of two metallic foils of Cu, Ni, Pt,

ISAS—Leibniz Institut für analytische Wissenschaften, Bunsen-Kirchhoff-Strasse 11, 44139 Dortmund, Otto-Hahn-Straße 6b, 44227 Dortmund, Albert-Einstein-Str. 9, 12489 Berlin, Germany

or W separated by an insulator like glass, mica or ceramic. The thickness of the layers is typically 30–150 μm .

A bore with a diameter of 10–500 μm is drilled through the structure. A plasma is produced between the electrodes in noble gases, gas mixtures or air using the direct current (dc) voltage. A very high current density is generated in the discharge due to the hollow cathode geometry. The reduced dimensions of the electrodes enable high-pressure operation according to the laws of similarity.¹⁹ Experiments dealing with the plasma physics of similar discharge types including excitation mechanism, spectrally resolved imaging and model results are presented in literature.^{20,21} A publication of a microstructure based on the hollow cathode made of copper clad polyimide for selective surface modification is further presented.²²

The MHCD presented in this article can be operated in the pressure range from 10 mbar up to 2 bars. The plasma parameters of a particular argon MHCD discharge operated with a dc current voltage were measured by diode laser atomic absorption spectrometry.²³ It could be shown that the gas temperature increases linearly from near room temperature at 50 mbar to about 1200 K at 400 mbar. The electron density also increases with pressure up to $5.3 \times 10^{15} \text{ cm}^{-3}$ at 400 mbar and a constant gas flow of 100 ml min^{-1} . The range of pressure was extended up to atmospheric pressure in Ar as well as in He for a microstructure with Pt electrodes and ceramic as the insulator.²⁴ It was found that the gas temperature increased in Ar from 500 K at 200 mbar to 2000 K at 1000 mbar. The electron density also increased from 2.3×10^{15} to $9.3 \times 10^{15} \text{ cm}^{-3}$ in the same pressure range. In He, the gas temperature reached values up to 800 K and the electron density increased up to $3.3 \times 10^{14} \text{ cm}^{-3}$ at atmospheric pressure. The MHCD operates in a stable dc mode for currents between 4 and 8 mA in He as well as in Ar in the pressure range from 10 mbar to atmospheric pressure. In this current range the gas voltage is constant and does not exceed 250 V. For the given geometric parameters and a current of 6 mA the current density and the input power density are about 60 A cm^{-2} and 1 MW per cm^3 , respectively. It can be concluded that the power density of an MHCD is three orders of magnitude higher than that of an ICP.²⁵ The high current density, gas temperatures and electron densities of the MHCD plasma suggest successful excitation and ionization for analytical spectrometry.

Atomic emission spectroscopy of the MHCD discharge was applied to the detection of chlorine and fluorine resulting from the decomposition of halogenated molecules (CCl_2F_2 , CHClF_2) introduced into the He plasma gas.²⁶ The intensities are linear over three orders of magnitude and the detection limits for CCl_2F_2 are 20 ppb v/v using Cl 912.114 nm line with a flow rate of 100 ml min^{-1} .

Besides coupling with the emission spectrometry, the microhollow cathode discharge was investigated as a promising miniaturized ionization source for mass spectrometry.²⁵ The plasma produced in the bore of the structure was expanded in a low pressure region, producing a supersonic plasma jet. The plasma jet reached the skimmer of the interface and the ions were selected and accelerated towards the quadrupole detector. Different sample introduction systems were used such as gas mixtures, coupling to gas chromatography or permeation bottles. With flow rates of 200 ml min^{-1} the microhollow cathode discharge-mass spectrometry delivers detection limits in the

pg s^{-1} range (corresponding to a few ppb v/v) for halogenated molecules in gaseous or volatile samples.

Potential application field of the presented MHCD system is the hyphenation with portable gas chromatographs (GC). Up to now, successful application of MHCD with GC was exemplarily shown in a previous publication.²⁷ Portable GC analysis systems exist already offering a high flexibility.

For industrial applications besides stable and reliable operation of the MHCD over a long period of time low cost of the production is also required to offer replaceable devices. In this paper a different fabrication method of the MHCD is presented, where Cu instead of Pt electrodes and glass instead of ceramics is used. Although literature reports drawbacks of Cu electrodes compared to noble metals,²⁸ this article points out the advantages of low fabrication costs, sufficient analytical suitability with regard to contamination and adequate lifetime for the analytical microplasma in the range of days.

A common drawback of analytical microplasmas is the limited lifetime. Therefore a homemade radiofrequency (rf) excitation source that can be powered by a battery is applied in order to reduce electrode erosion and the analytical performance is compared with that of a standard dc source.

Experimental

The microhollow cathode discharge shown in Fig. 1a is a multi-layer structure consisting of two electrode layers separated by an insulating layer and a hole inside the structure in which the plasma is ignited in a noble gas atmosphere. The insulating layer has a thickness of typically 150–300 μm and the hole diameter varies between 100 and 300 μm . The working regime concerning the breakdown voltage depends besides the discharge gas mainly on these two parameters. The experimental arrangement used for the lifetime study and analytical proof described below is schematically shown in Fig. 1b. The electrodes are either connected to

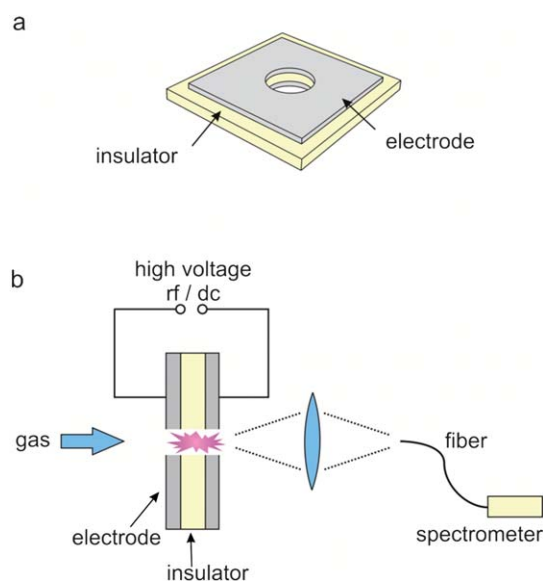


Fig. 1 (a) Design and geometry of the microhollow cathode discharge chip. (b) Experimental setup of the MHCD (cross-section) used for lifetime study and analytical proof.

a dc or to a rf high voltage source. The discharge gas is led perpendicular to the MHCD chip through the hole in which the plasma ignites. Further the emitted light is focused with a convex quartz lens (focal length 30 mm) onto a fiber (Ocean Optics, VIS, core diameter 600 μm) and analyzed with an optical spectrometer. Two different types were applied. The first is a commercial Ocean Optics USB 2000 system with a wavelength range of 250–840 nm and an optical resolution of 1 nm. The second is an Échelle spectrometer developed at the ISAS. It is optimized for the near infrared spectral range between 650 and 1000 nm with an optical resolution between 0.03 and 0.05 nm. This spectrometer was formerly applied successfully to the analysis of plasma emission in gas chromatography.²⁷ The Échelle spectrometer is used for calibration of different analyte concentrations. To achieve analyte concentration in the ppb range, an initial mixture was produced by mixing certain quantities of pure He and freon (CHClF_2) in order to get a ratio of 1.1 ppm v/v. The different concentrations for the calibration measurement are obtained by further diluting the initial mixture with pure He down to concentrations of the range of the detection limits.

To ensure an appropriate mounting the MHCD chip is contained between two PTFE disks and covered with a quartz window towards the front side. Due to electrode gap dimensions in the μm range plasma operation at atmospheric pressure with moderate breakdown voltages is possible in accordance to the Paschen law. Thus no vacuum technology is needed and for this discharge configuration no additional cooling is required.

To sustain a stable dc MHCD plasma in a normal glow discharge mode a commercially available generator (Knürr-Heinzinger PNC 1500-40 ump) is used with a plasma voltage of 240 V and currents between 1 and 4 mA leading to a usual plasma power of maximum 1 W. The rf generator for the MHCD plasma was developed at ISAS operating at resonance frequency of the MHCD capacitor.²⁹ This custom made rf excitation for microplasmas can be powered by a battery emphasizing 'lab to probe' concept. On both electrodes an inversely phased sinusoidal voltage is applied, hence the voltage across the microplasma is directly doubled. The rf generator provides voltages up to 900 V_{pp} at resonance frequency for ignition and operation of the plasma providing plasma powers of a few Watt. The resonance frequency of the generator varies between 2 and 10 MHz matching MHCD with different geometries and dimensions.

For an optimized manufacturing process regarding fabrication method and material costs two different electrode materials are examined. At first, a platinum MHCD consisting of a ceramic insulator (Al_2O_3) with a thickness of 170–380 μm and Pt electrodes with thicknesses up to 100 μm is used. The electrodes are fabricated using thick film technology and screen-printing and the hole is drilled by a femtosecond laser (Hurricane, Spectra Physics). With this electrode configuration the above mentioned research on the MHCD plasma was carried out regarding physical properties of the plasma.^{24,26}

To reduce costs of the electrode material and furthermore the complexity of the fabrication process thin copper electrodes are chosen with a glass insulator. The glass substrate (cover slips D263M, thickness 150 μm , Menzel Gläser, Germany) is coated with a copper layer of 5 μm by thin film technology on each side by means of sputtering process. To improve adhesion of copper on glass a 50 nm layer of titanium is additionally used. The

electrodes are patterned by standard photolithography processes using a backside alignment to adjust the electrode structures on both sides of the glass insulator precisely and etching of both metal layers with sodium persulfate and hydrofluoric acid. Afterwards the hole with a diameter of 200 μm for plasma ignition was drilled by a fs-laser. This new Cu-MHCD is well suited to be used as a replaceable microplasma chip for future lab on a chip application.

Results and discussion

RF excitation for an extended lifetime

The limited lifetime is a common drawback of analytical microplasma devices. Local heating and sputtering of the metal electrodes lead to the destruction of the microstructure. A consequence of the present hollow cathode discharge geometry is the high energy density inside the plasma which is advantageous for the spectroscopic point of view but on the other hand leads to heating of the gas and thus the microstructure. The gas temperature for atmospheric pressure operation of the MHCD plasma is found to be 800 K for a helium discharge.²⁴ Additionally, erosion of the electrodes occurs by sputtering. Ions produced in the discharge accelerate in the cathode fall and induce sputtering. The kinetic energy of the ions is transferred into a collision with the surface atoms which are ejected due to the ion bombardment. Consequently around the hole the metal electrode is removed up to a certain distance until a glow discharge cannot be sustained further and the microstructure is destroyed. To analyze and to decrease the cathode sputtering an investigation of different operating voltages for the MHCD plasma is carried out.

The usual operation mode of the microhollow cathode gas detector is a direct current voltage.^{23,24} Due to the constant electric field in this operation mode strong erosion of the cathode due to sputtering takes place. A long-term reliability of the microplasma can only be achieved by reducing the sputtering defects of the cathode. Therefore the dc supply of the MHCD is substituted by a sinusoidal radiofrequency voltage which inherently diminishes the sputtering to at least one half.

To compare sputtering of dc and rf excitation the damage to the electrodes is examined after long term plasma operation of 17 hours with helium gas (constant flow 100 ml min^{-1}). Therefore a MHCD device with platinum electrodes (thickness 20 μm) and a ceramic insulator (thickness 380 μm) is used. With dc operation the plasma power was 0.6 W and with rf operation at 6.76 MHz the average plasma power is estimated to be approximately 1 W.

Regarding the analytical aspects the emission spectra recorded with the Ocean Optics spectrometer of both rf and dc driven Pt-MHCD are shown in Fig. 2 revealing the excitation of identical species with both operation modes. Besides the typical helium lines at 501 nm, 587 nm and 728 nm emission lines of the second positive system of N_2 and the first negative system of N_2^+ are visible in the UV region due to impurities of the noble gas. Instead of equal plasma powers in both operation modes for the analytical point of view the comparable optical power is more important which is indicated by similar line intensities. The intensities of the rf plasma are slightly lower caused by the

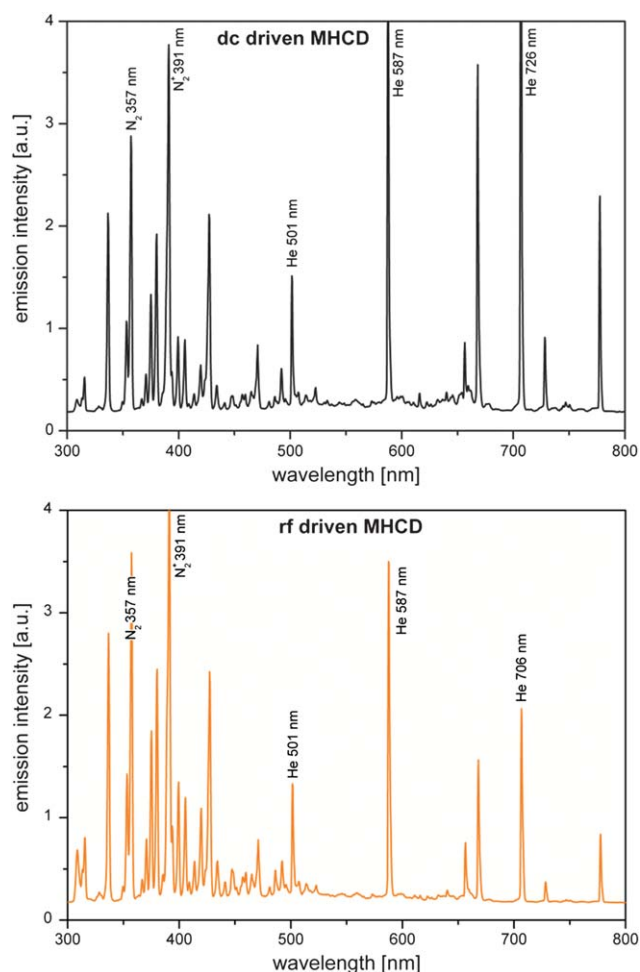


Fig. 2 Optical emission spectra of dc and rf driven MHCD revealing identical excited species and comparable optical power of both excitation voltages.

alternating position of the negative glow compared with the dc operation.

To visualize the sputtering of the electrode Fig. 3a shows a scanning electron microscope (SEM) image of one electrode used as a cathode of a novel Pt-MHCD structure revealing the well-defined fs-laser drilled hole with a steep slope with a diameter of 135 μm with an initial electrode thickness of 20 μm . After plasma operation with dc and rf, respectively, the electrodes are again evaluated with scanning electron microscopy (SEM) and energy dispersive X-ray spectroscopy (EDX) allowing chemical characterization of the sample by elements, in this case the electrode material Pt and Al for the insulating ceramic layer (Fig. 3b–e).

With dc operation (Fig. 3b and c) destruction of the electrode takes place due to the constant electric field. A large ring of ablated platinum with a width of 40 μm is visible where bare aluminium of the insulator is laying free. Furthermore the image further reveals debris of the eroded platinum material of only a few micrometres height. It is assumed that this debris represents platinum not yet being removed completely from the surface. Comparing the electrode after rf operation (Fig. 3d and e), it is obvious that less sputtering occurs. Only a small ring of ablated platinum is visible with a width of approximately 10 μm .

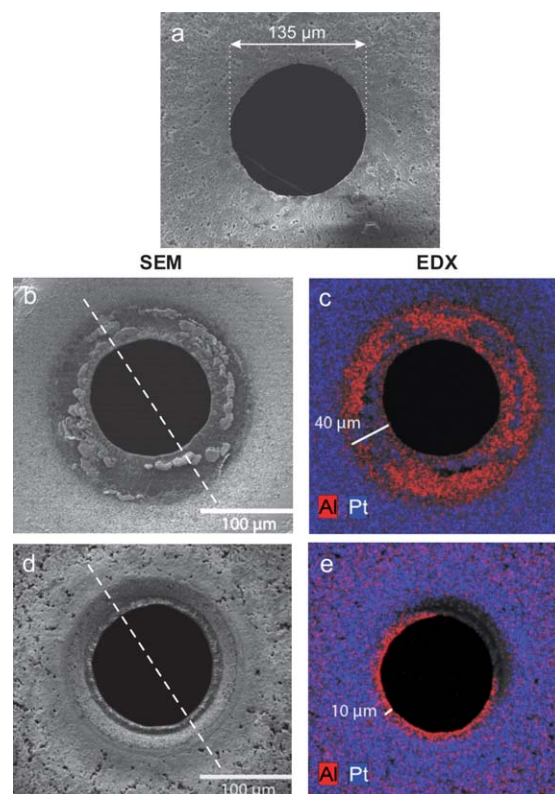


Fig. 3 SEM and EDX images of the plasma hole of the platinum electrode demonstrating erosion of the electrode due to sputtering effects, (a) an unused MHCD device, (b and c) electrode after 17 h of dc operation, and (d and e) electrode after 17 h of rf operation.

For completeness the opposite electrode surface has to be considered. Due to the focusing of the fs-laser radiation with a short focal length lens the intensity profile of the laser radiation has a cone shape. Hence the diameter of the opposite electrode hole is larger by a factor of two. It does not offer well defined edges having a shallow slope in contrast to Fig. 3a. Nevertheless after dc operation the opposite surface—in this case it is the anode—is not modified. It can be concluded that only minimal sputtering occurs at the anode side due to the direction of the electric field since electrons cause less electrode sputtering than ions. As well after rf operation the opposite electrode hole does not show any modifications. Because only little sputtering takes place with rf excitation it is not possible to visualize this effect by the shape of the opposite electrode hole and the damage is negligible.

To obtain quantitative results of the sputtering both electrodes and their height profiles are analyzed with a white light interferometer (Fig. 4). The profile is measured along the lines indicated in Fig. 3b and d. The height profile for the rf operated electrode indicates some sputtering compared to the diameter of the original hole but the sidewalls still remain steep. The profile further confirms the thickness of the platinum electrode of 20 μm by revealing a plateau at approximately the same height. The profile of the dc driven electrode clearly shows a widened hole with a widening of approximately 40 μm at the ceramic surface and a widening of 90 μm at the top. It further reveals irregularities on the bottom that can be identified with the platinum debris

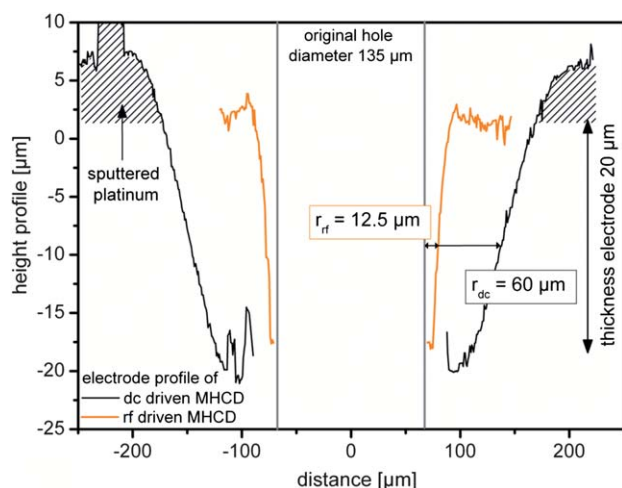


Fig. 4 Comparison of the height profiles of the sputtered electrodes after dc and rf operation, the black curve indicates the dc driven MHCD and the orange curve indicates the rf driven MHCD (line profile measurement along lines indicated in Fig. 3b and d).

in Fig. 3b and c. Further it can be assumed that the sputtered platinum is deposited around the hole indicated by the textured area in Fig. 4.

For a quantitative magnitude of the sputtering process the volume of platinum associated with the mean radius of each height profile is estimated. The mean radii are found to be $r_{dc} = 60 \mu\text{m}$ and $r_{rf} = 12.5 \mu\text{m}$. The ratio of the sputtered platinum of the dc to rf is calculated according to $(r_{dc,outer}^2 - r^2)/(r_{rf,outer}^2 - r^2)$ with the diameter of the original hole $r = 67.5 \mu\text{m}$ and the mean outer diameters of the dc and rf electrode, respectively. This leads to the result that rf excitation reduces the sputtering by a factor of 6.5. The reduction of the sputtering rate is presumably caused by heavy ions which are not able to follow the fast electric field. Taking into account the mobility μ of helium ions³⁰ and the electric field E the distance x ions cover over a half period is $x = 0.5 T\mu E$ leading to a distance of $100 \mu\text{m}$ for experimental conditions. Helium ions cover $100 \mu\text{m}$ within a half period which is less than the thickness of the insulator of $380 \mu\text{m}$ thus ions are not able to follow the MHz frequency of the driving voltage.

Thus the lifetime of the present MHCD device limited by sputtering is enhanced by the above mentioned range by replacing the common dc excitation voltage by a suitable and effective rf operation in the MHz regime.

Analytical performance of Cu-MHCD

As described above the fabrication of the MHCD device is changed to low priced copper electrodes and the analytical performance of these new devices is proven in this section by taking into account the advantageous rf excitation voltage. The Cu-MHCD chip consisted of $5 \mu\text{m}$ copper electrodes each and $250 \mu\text{m}$ insulator yielding a resonance frequency of 8.2 MHz for the rf generator. Helium gas with defined freon impurities (CHClF_2) is used as plasma gas and optical emission spectroscopy is applied for the detection of elemental chlorine resulting from the decomposition of the halogenated molecules.

This experimental setup represents a transient, on-line measurement; the concentrations are specified in ppb. In this case conversion into pg s^{-1} is not feasible, because this unit is typically used for gas chromatography representing discrete measurements. The analysis of Cl is representative for the halogens. The electronic structure of the halogens and the existence of metastable states allow analysis by characteristic emission lines in the NIR region. Furthermore S can be successfully detected by the MHCD chip as well, as shown in a previous publication by our group. The relevance of these substances is obvious, they can be found in pesticides, solvents (chloroform, CCl_4 , etc.), polychlorinated biphenyls (PCB) or dioxins which are generally harmful to health and in some cases highly toxic.

The axially emitted light of the microplasma is focused onto an optical fiber, which illuminates the entrance slit of the Échelle spectrometer. The integration time of the CCD camera is set to 250 ms . The high optical resolution of the Échelle spectrometer offering high resolution is needed due to the overlapping of the decisive chlorine line (912.114 nm) with an adjacent argon line (912.297 nm). The Cu-MHCD is operated with the previously demonstrated rf operation. To establish a plasma at approximately 1 W plasma power at resonance frequency to match the electrode geometry a voltage of $800 V_{pp}$ is applied. Fig. 5a presents the emission intensity of the chlorine line at 912.114 nm with varying freon concentrations between 50 and 600 ppb and the

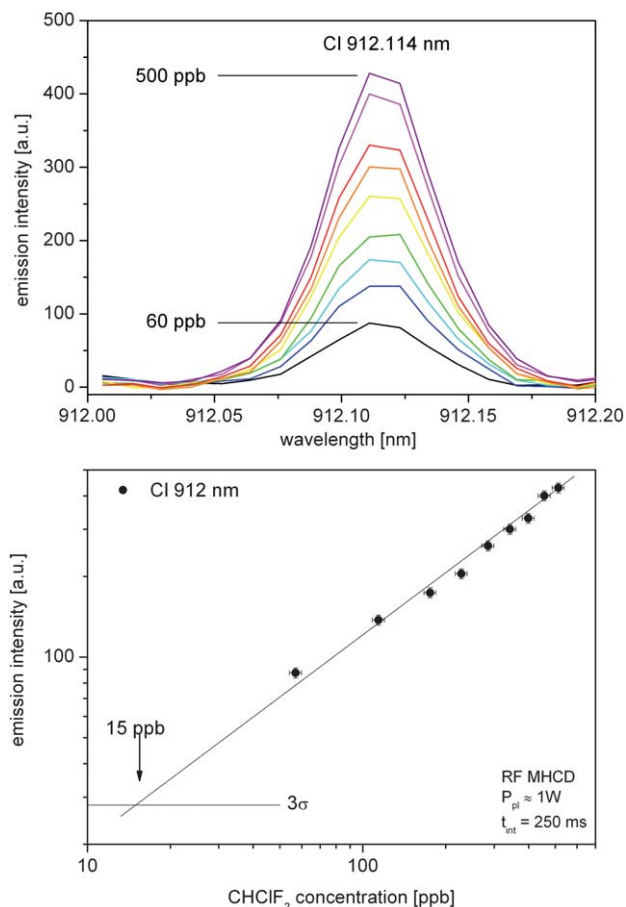


Fig. 5 Calibration curves for the detection of chlorine in helium by OES: (a) chlorine line in dependence on impurities and (b) determination of the detection limit.

calibration curve. Considering the 3σ -background noise the data are extrapolated linearly leading to a detection limit of approximately 15 ppb v/v of elemental chlorine in helium (Fig. 5b) revealing an excellent analytical performance of the Cu-MHCD.

Conclusion

Application of rf instead of dc operation voltages for the analytical microhollow cathode discharge allowing an extension of electrode lifetime was successfully proven. A further reduction in electrode costs by exchanging the electrode material from platinum to copper was shown. Instead of 20–100 μm platinum only 5 μm of copper on each side of the microdischarge produced by standard photolithography and thin-film microfabrication methods are used. The sputtering rate of the microplasma is decreased by a factor of 6.5 by replacing the common dc excitation with sinusoidal rf excitation between 2 and 10 MHz leading to an enhancement of the lifetime of the device in the same range. Considering the analytical performance of the novel copper devices they yield an excellent detection limit of 15 ppb for gaseous elemental chlorine in helium which is comparable with the detection limit of the platinum device found to be 20 ppb.²⁶ These results are a further step in developing a lab-on-a-chip microplasma gas detector based on the hollow cathode geometry regarding the device lifetime and material costs for the replaceable plasma chip.

Acknowledgements

The financial support by the Ministerium für Innovation, Wissenschaft, Forschung und Technologie des Landes Nordrhein-Westfalen, by the Bundesministerium für Bildung und Forschung and by the Deutsche Forschungsgemeinschaft is gratefully acknowledged.

References

- 1 A. Manz, N. Graber and H. M. Widmer, *Sens. Actuators, B*, 1990, **1**, 244–248.
- 2 J. A. C. Broekaert, *Anal. Bioanal. Chem.*, 2002, **374**, 182–187.
- 3 J. Franzke, K. Kunze, M. Miclea and K. Niemax, *J. Anal. At. Spectrom.*, 2003, **18**, 802–807.
- 4 V. Karanassios, *Spectrochim. Acta, Part B*, 2004, **59**, 909–928.
- 5 R. G. Longwitz, H. van Lintel and P. Renaud, *J. Vac. Sci. Technol., B*, 2003, **21**, 1570–1573.
- 6 S. B. Olenici-Craciunescu, A. Michels, C. Meyer, R. Heming, S. Tombrink, W. Vautz and J. Franzke, *Spectrochim. Acta, Part B*, 2009, **64**, 1253–1258.
- 7 H. Hayen, A. Michels and J. Franzke, *Anal. Chem.*, 2009, **81**, 10239–10245.
- 8 A. Michels, S. Tombrink, W. Vautz, M. Miclea and J. Franzke, *Spectrochim. Acta, Part B*, 2007, **62**, 1208–1215.
- 9 A. M. Bilgic, E. Voges, U. Engel and J. A. C. Broekaert, *J. Anal. At. Spectrom.*, 2000, **15**, 579–580.
- 10 P. Pohl, I. J. Zapata, M. A. Amberger, N. H. Bings and J. A. C. Broekaert, *Spectrochim. Acta, Part B*, 2008, **63**, 415–421.
- 11 K. H. Schoenbach, A. El-Habachi, W. H. Shi and M. Ciocca, *Plasma Sources Sci. Technol.*, 1997, **6**, 468–477.
- 12 J. G. Eden and S. J. Park, *Phys. Plasmas*, 2006, **13**, 057101-1–057101-5.
- 13 S. J. Park and J. G. Eden, *Electron. Lett.*, 2003, **39**, 773–775.
- 14 S. J. Park, C. J. Wagner, C. M. Herring and J. G. Eden, *Appl. Phys. Lett.*, 2000, **77**, 199–201.
- 15 R. Mohan Sankaran and K. P. Giapis, *J. Phys. D: Appl. Phys.*, 2003, **36**, 2914.
- 16 M. A. Dempster, W. C. Davis, R. K. Marcus and P. R. Cable-Dunlap, *J. Anal. At. Spectrom.*, 2001, **16**, 115–121.
- 17 M. A. Dempster and R. K. Marcus, *Spectrochim. Acta, Part B*, 2000, **55**, 599–610.
- 18 G. Koo and W. M. Lee, *Bull. Korean Chem. Soc.*, 2004, **25**, 73–78.
- 19 A. H. v. Engel and M. Steenbeck, *Elektrische Gasentladungen*, Springer, Berlin, 1934.
- 20 C. Lazzaroni, P. Chabert, A. Rousseau and N. Sadeghi, *J. Phys. D: Appl. Phys.*, 2010, **43**, 124008.
- 21 D. D. Hsu and D. B. Graves, *J. Phys. D: Appl. Phys.*, 2003, **36**, 2898–2907.
- 22 J. N. Chai, B. M. Li and D. Y. Kwok, *Appl. Phys. Lett.*, 2005, **86**, 034107-1–034107-3.
- 23 C. Penache, M. Miclea, A. Brauning-Demian, O. Hohn, S. Schossler, T. Jahnke, K. Niemax and H. Schmidt-Bocking, *Plasma Sources Sci. Technol.*, 2002, **11**, 476–483.
- 24 M. Miclea, K. Kunze, U. Heitmann, S. Florek, J. Franzke and K. Niemax, *J. Phys. D: Appl. Phys.*, 2005, **38**, 1709–1715.
- 25 M. Miclea, K. Kunze, J. Franzke and K. Niemax, *J. Anal. At. Spectrom.*, 2004, **19**, 990–994.
- 26 M. Miclea, K. Kunze, J. Franzke and K. Niemax, *Spectrochim. Acta, Part B*, 2002, **57**, 1585–1592.
- 27 M. Miclea, M. Okrus, K. Kunze, N. Ahlman and J. Franzke, *Anal. Bioanal. Chem.*, 2007, **388**, 1565–1572.
- 28 J. Hopwood, F. Iza, S. Coy and D. B. Fenner, *J. Phys. D: Appl. Phys.*, 2005, **38**, 1698–1703.
- 29 R. Heming, A. Michels, S. B. Olenici, S. Tombrink and J. Franzke, *Anal. Bioanal. Chem.*, 2009, **395**, 611–618.
- 30 Y. P. Raizer, *Gas Discharge Physics*, Springer, Berlin, 1991.

Fused hollow cathode cold atmospheric plasma

H. Baránková^{a)} and L. Bárdoš

Uppsala University, Ångström Laboratory, Box 534, 751 21 Uppsala, Sweden

(Received 3 August 1999; accepted for publication 16 November 1999)

A fused hollow cathode (FHC) plasma source is introduced. The system of radio-frequency (rf) generated hollow cathodes with flowing gas forms an integrated electrode source which operates in the pressure range from 1 Torr to atmospheric pressure. The diameter of the source is 3.5 cm. However, the construction perfectly enables further scaling up. The forward rf power to sustain the discharge at atmospheric pressure can be as low as 2 W. The discharge is stable, volume filling, silent, with no streamers. The FHC atmospheric plasma source is very promising for surface processing, specially on temperature sensitive substrates, and may substantially save costs by avoiding investments into the vacuum equipment. © 2000 American Institute of Physics. [S0003-6951(00)01003-2]

The hollow cathode from its principle represents a non-equilibrium plasma source. The pendulum motion of fast electrons between repelling potentials of the opposite space charge sheaths is associated with a sharp spike in the electron energy distribution function, indicating the high energy population of electrons.¹ The pendulum motion enhances excitation and ionization in the negative glow and results in a high electron production efficiency and high plasma density typical for hollow cathodes. The plasma density is typically several orders of magnitude higher compared to glow discharges at the same potential. The oscillating motion of electrons is also reflected by a strong UV radiation typically emitted by hollow cathodes. This so-called "electron exchange" occurs only within a certain range of inner diameter of the hollow cathode at a definite pressure. The higher the pressure, the thinner the space charge sheath at the cathode wall² which requires the inner diameter of the hollow cathode correspondingly reduced.

The dc microdischarge devices operating as hollow cathodes at atmospheric pressure were already reported as cylindrical channels, 200 or 400 μm in diameter, in polycrystalline silicon with an anode formed by Cr/Ni films on glass. These microdischarge cavities were evacuated and backfilled with nitrogen.³ Another dc microhollow cathode discharge at atmospheric pressure was also performed in a static gas environment for xenon, the cathode and anode formed by Mo foils separated by a dielectric spacer. The cathode opening was of 100 μm in diameter.⁴ A similar electrode system, consisting of a microhollow electrode system (Mo foils separated by alumina) and an additional electrode with variable distance from the anode was reported. However, a limiting factor of power density did prevent generating large volume plasmas by superimposing microhollow cathode discharges through parallel operation.⁵

We have recently developed hollow cathode systems with flowing gas, for plasma processing of surfaces, up to 100 Torr. Because of an easier ignition not requiring high voltage, higher operational and thermal stability compared to the dc generation⁶ and the fact that the radio-frequency (rf)

hollow cathode operation is not affected by dielectric coatings we use the rf generation of hollow cathodes: (1) Radio frequency hollow cathode plasma Jet (RHCPJ) system^{7,8} with a small cylindrical electrode serving simultaneously as a gas inlet; (2) linear arc discharge (LAD) system, based on a rf generated hollow cathode discharge between two parallel plates with a confining magnetic field perpendicular to the plates at the outlet of the cathode slit;⁹ (3) linear hollow cathode with magnets-in-motion (MM) providing the time and space controlled discharge.¹⁰ All these flowing gas systems, even when used for surface processing with demand on the structure of the growing films, do not require high vacuum pumping.

The aim of this work was to extend the operational potential of hollow cathodes with the flowing gas to high pressures including the nonequilibrium plasma, sustained at atmospheric pressure, without necessity of pumping. Using the geometry of (1), we have successfully verified a possibility to ignite and maintain an atmospheric pressure discharge in Ar+air, Ne+air, and N₂+air in the rf powered single cylindrical hollow cathode (RHCPJ) with inner diameter of 400 μm . The I - V characteristics of the rf powered single cylindrical hollow cathode, the discharge taking place in Ne+air, is plotted in Fig. 1 as an example. Two marked discontinuities

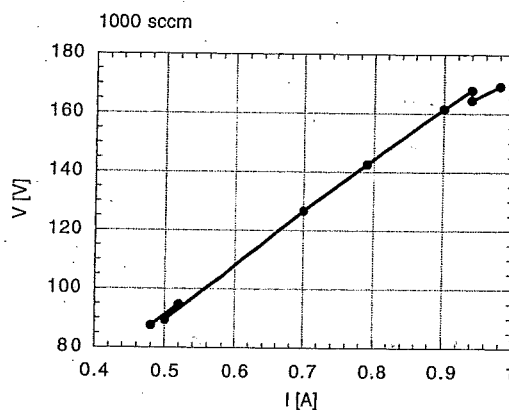


FIG. 1. V - I characteristics of the radio-frequency single hollow cathode (RHCPJ), 400 μm in diameter. The chamber open to air. Neon flow of 1000 sccm.

^{a)}Electronic mail: hana.barankova@angstrom.uu.se

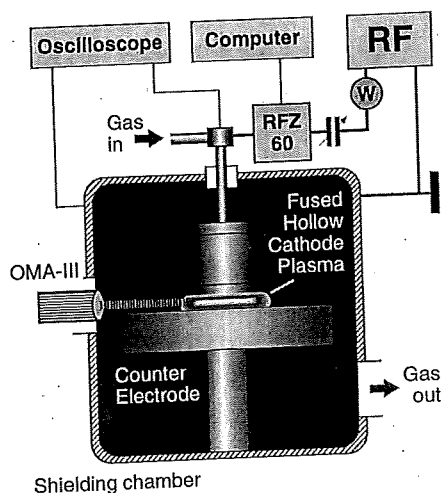


FIG. 2. Experimental arrangement with the fused hollow cathode (FHC) cold atmospheric plasma (CAP) source.

ties at the characteristics correspond to transitions from pre-discharge (corona) to the hollow cathode discharge and from the hollow cathode discharge into the regime resembling the hollow cathode arc column.^{11,6} The latter transition is accompanied by an abrupt increase of the N_2 ($C^3\Pi_u$) vibrational temperature, by 500 K.

However, for processing applications, large area homogeneous plasma sources which also enable treatment of temperature sensitive substrates, would be the most advantageous. In this letter we present an open, fused hollow cathode (FHC) cold atmospheric plasma (CAP) source, developed for such purposes.¹²

The rf generated system as is schematically shown in Fig. 2, is placed into a shielding chamber. The electrode with outer diameter of 35 mm is connected through an impedance matching unit to the 13.56 MHz generator. The forward and reflected powers were measured at the output of the generator. The electrode comprises an integrated open structure which generates about 900 hollow cathode discharges and unifies them into one FHC discharge over an area of 30 mm in diameter. The distance between this electrode and the substrate holder (counter electrode) is adjustable between 1 and 10 mm. The carrier gas, neon, argon, or nitrogen, flows through the electrode. The gas flows are controlled by mass flow controllers. The delivered power, discharge voltage V , current I and impedance data were acquired by the Advanced Energy RFZ 60 rf impedance probe connected to the FHC source. The average dc voltage V_{dc} and peak-to-peak rf voltage V_{pp} at the FHC source with respect to the ground were measured using a 100 MHz digitizing oscilloscope (HP 54501A). The optical emission from the plasma was analyzed by an EG&G Princeton Applied Research OMA III 1460 multichannel analyzer. Emission spectra were recorded through a side port directly from the chamber, as there is no need to install windows or feedthroughs for the fiber.

A typical character of the atmospheric pressure discharge is shown in Fig. 3, where photographs from the discharge between the FHC and the substrate holder are compared for varying flow rates of neon. The chamber was open to air. The forward rf power was 20 W and the reflected power was below 0.2 W. The discharge shows more brightness with an increase of the neon flow, it expands and fills

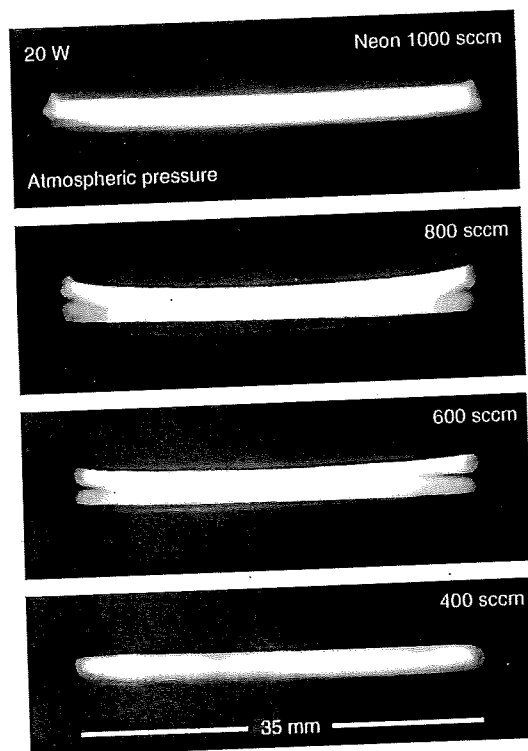


FIG. 3. Photographs from the fused hollow cathode (FHC) discharge with neon flows of 1000, 800, 600, and 400 sccm, respectively. The chamber is open to air. Forward rf power of 20 W. Distance from the substrate holder of 2 mm.

more densely the space between the FHC source and the counter electrode. The operational stability of the FHC-CAP source is excellent and it is possible to operate the system within hours periods. It is to be noted that the performance of the FHC-CAP source and its power efficiency are substantially better than those of the single hollow cathode. As the system is open to air, the optical emission spectra exhibit a strong emission from nitrogen in the UV and visible ranges of the spectra. The second positive system $C^3\Pi_u-B^3\Pi_g$ is favored by the presence of oxygen.¹³ The Ne and Ar lines of carrier gases are weak in the presence of the air.

Figure 4 shows the $V-I$ characteristics of the FHC plasma source with Ne and Ar as carrier gases, the chamber being open to air. The discontinuities indicating transitions between regimes are not observed as for the single hollow

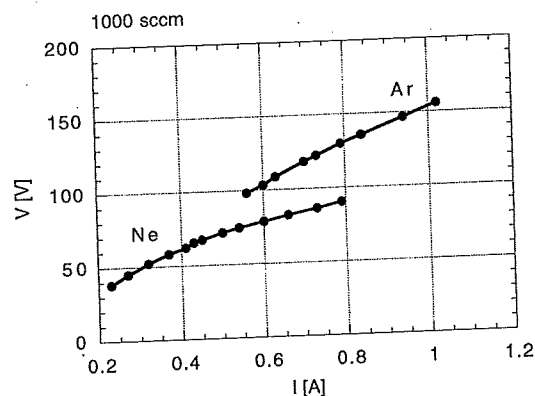


FIG. 4. $V-I$ characteristics of the fused hollow cathode cold atmospheric plasma (CAP) source. The chamber is open to air. Carrier gas flow (Ne, Ar) of 1000 sccm.

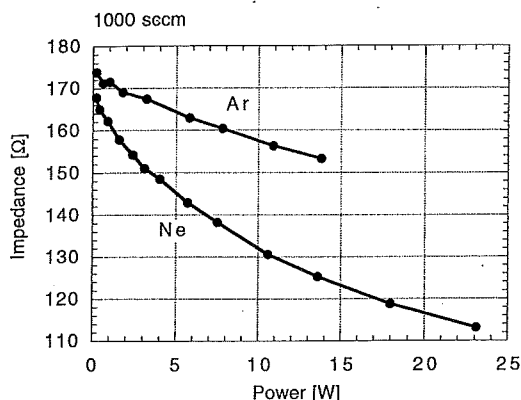


FIG. 5. Impedance vs delivered rf power for Ne and Ar as carrier gases, measured in the fused hollow cathode (FHC) cold atmospheric plasma (CAP) source. Carrier gas flow of 1000 sccm. The chamber is open to air.

cathode in Fig. 1. This probably occurs due to the fact that individual hollow cathodes can gradually pass transition points at slightly different currents. Figure 5 shows the corresponding impedance versus delivered power dependencies. The different excitation potentials and consequently secondary electron emission coefficients of Ne and Ar account for the curve shifts, voltages V_{dc} , V , and V_{pp} being higher for Ar than for Ne. We have observed similar effects of the gas on the performance of the hollow cathode earlier at reduced pressure, when changing gases from Ar to N_2 through the mixtures of these two gases.¹¹ There is a slight hysteresis regarding powers for the ignition of the discharge and for sustaining the ignited discharge. For example, for Ne, these values are 3.5 and 1.7 W, respectively. As may be expected, the ignition of the discharge is easier at lower distances between the FHC and the counter electrode.

Figure 6 shows how the discharge impedance depends on the neon flow, the parameters at individual points corresponding to those from the photographs in Fig. 2. The impedance decreases with the increase of the flow through the cathode, which is in consent with the observations of the character of discharge at different flows (see Fig. 2). When recording the signal by the optical emission spectroscopy, the intensities of nitrogen peaks decrease with increasing carrier gas flow.

The FHC-CAP, based on the rf hollow cathode discharges generated simultaneously in the integrated open

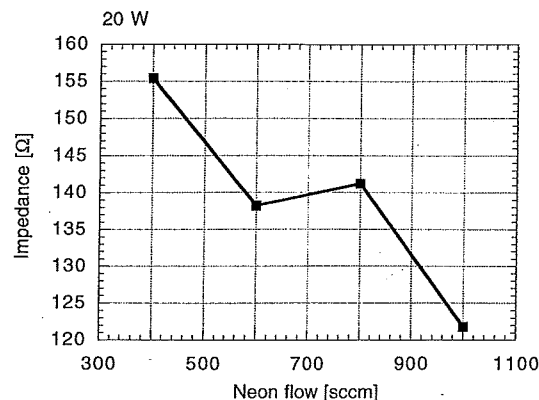


FIG. 6. Impedance vs neon flow in the fused hollow cathode (FHC) cold atmospheric plasma (CAP). The chamber is open to air, forward rf power of 20 W.

structure represents a very efficient atmospheric plasma source. The construction is suitable for scaling up for large area processing. The FHC source works with the flowing gas in the open chamber. The discharge is volume filling, without filamentary structure and very stable. The power consumption is very low, and the minimum power density at the source is 0.3 W/cm^2 . The low power operation is applicable to temperature sensitive substrates, like paper or plastics. For other applications the source may also be operated at higher power levels. The openness of the system, with no pumps at operation makes this source very promising for low cost processing applications.

¹A. I. Herscovitch, V. J. Kovarik, and K. Prelec, *J. Appl. Phys.* **67**, 671 (1990).

²J. Perrin, P. R. Cabarrocas, B. Allain, and J.-M. Friedt, *Jpn. J. Appl. Phys., Part 1* **27**, 2041 (1988).

³J. W. Frame, D. J. Wheeler, T. A. DeTemple, and J. G. Eden, *Appl. Phys. Lett.* **71**, 1165 (1997).

⁴A. El-Habachi and K. H. Schoenbach, *Appl. Phys. Lett.* **72**, 22 (1998).

⁵R. H. Stark and K. H. Schoenbach, *Appl. Phys. Lett.* **74**, 3770 (1999).

⁶Y. P. Raizer, *Gas Discharge Physics* (Springer, Berlin, 1991).

⁷L. Bárdoš and V. Dušek, *Thin Solid Films* **158**, 265 (1988).

⁸H. Baránková, L. Bárdoš, and S. Berg, *J. Vac. Sci. Technol. A* **14**, 3033 (1996).

⁹L. Bárdoš, H. Baránková, and S. Berg, *Appl. Phys. Lett.* **70**, 577 (1997).

¹⁰H. Baránková and L. Bárdoš, in *42nd Annual Technical Conference Proceedings* (Society of Vacuum Coaters, Albuquerque, NM, 1999), p. 136.

¹¹H. Baránková and L. Bárdoš, *Surf. Coat. Technol.* **120-121**, 704 (1999).

¹²H. Baránková and L. Bárdoš, Swedish Patent No. 9901527/3.

¹³R. W. B. Pearse and A. G. Gaydon, *The Identification of Molecular Spectra*, 4th ed. (Chapman and Hall, London, 1976).

ATMOSPHERIC GLOW DISCHARGE PLASMAS USING A MICROHOLLOW CATHODE DEVICE

Adam Lodes⁺, Randy Curry

Center for Physical and Power Electronics, University of Missouri-Columbia, 349
Engineering Building West, Columbia MO 65211

Abstract

Glow discharges are known to have relatively high electron densities even while maintaining stability. Applications of these discharges are numerous and include plasma reflectors and absorbers of electromagnetic radiation, surface treatment, thin film deposition and gas lasers.

Microhollow cathode devices have been shown to be excellent high electron density (up to 10^{16} /cm³) sources of glow plasma atmospheric air discharges. Under pD conditions on the order of 10 Torr-cm the radial electric field created in the microhollow overtakes the axial electric field, oscillating electrons across the diameter of the hole. This effect leads to a glow discharge formed above the surface of the microhollow cathode. This geometry allows for large area arrays of highly stable glow discharges operated in parallel at atmospheric pressure.

The University of Missouri-Columbia is currently developing a stable high-density large surface area plasma source. A microhollow cathode device with Cu electrodes, an Al₂O₃ substrate, and laser drilled 125 μ m cathode holes has been fabricated and investigated as a glow discharge plasma source. Illustrated are the physics behind the microhollow cathode relating to its high electron density, operation in atmospheric pressure, and generation of several discharges in parallel. Also presented are the conclusions of several studies on the operation on variants of hollow cathode geometries.

I. INTRODUCTION

Plasma discharges have many applications in modern society, including film deposition, surface treatment, gas lasers, arc lamps and high voltage switches. There are many factors that affect discharges in gas. Each regime arises under certain situations of gas pressure, current density, electrode geometries, surface conditions, gas chemistry and temperature. The microhollow cathode geometry is particularly useful for creating stable

atmospheric pressure glow discharges [1], which have many useful applications [2]

Gas discharges can be characterized by their voltage-current curves as shown in Figure 1. The Townsend discharge is the resistive regime of operation and is often initially observed. In many situations the Townsend discharge transitions straight to an arc plasma discharge, a highly unstable and yet useful discharge. Inherent instabilities in the arc disallow the discharge to be useful for certain applications. A more stable discharge is that of the glow discharge, which typically is characterized by a regime where an increase in supply current maintains a constant voltage. It is possible, with careful consideration, to sustain a glow discharge without triggering a glow to arc transition. Glow discharges are known to have relatively high electron densities even while maintaining stability [3]. Under certain situations stable glow discharges can exist at pressures up to and above atmospheric levels [1]. Many applications exist today for a steady, atmospheric glow discharge [2].

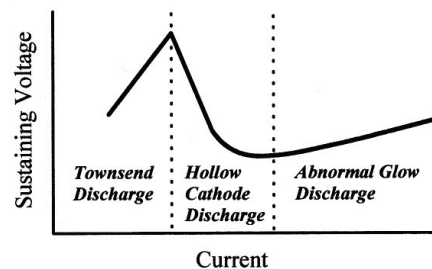


Figure 1. Voltage-current characteristics of a typical microhollow cathode discharge (current scale is logarithmic) [2].

A glow discharge can transition straight to an arc discharge, but under certain conditions, it is able to transition into an abnormal glow discharge characterized by a positive differential resistivity. In this way, an abnormal glow discharge operates similar to a common resistor. Operating similar to a resistor, abnormal glow discharges in parallel do not require additional ballasting resulting in simpler circuitry. While an abnormal glow discharge is harder to sustain than a typical glow discharge, discharges in parallel allow for larger volume plasma [4].

⁺: Adam Lodes is with the University of Missouri-Columbia, Columbia, MO 65201 USA (phone: 314-803-7292; e-mail: AdamLodes@gmail.com).

Another discharge, known as the hollow cathode discharge, occurs only under a particular geometry, where the cathode has a hollow structure and an arbitrary anode. The hollow cathode discharge is characterized by its negative differential resistivity, where an increase in current decreases the electric field across the electrodes, much like an arc. This regime is more stable than an arc discharge and does not result in high temperatures, but is short-lived and often transitions to a glow. Thus this geometry is a very effective method of developing a stable glow discharge [2]. The physics of this discharge and the geometry in which it arises are discussed in Section 2.

The University of Missouri-Columbia (UMC) is currently investigating a variety of atmospheric plasma sources. A microhollow cathode source with Copper electrodes on an Al_2O_3 substrate has been fabricated. The $125\mu\text{m}$ holes were drilled through the metal substrate with an Nd:Yag laser forming 4-hole and 49-hole devices. A vacuum chamber has been fabricated with voltage and current diagnostics for testing of up to atmospheric pressure. The chamber allows for gas flow through the holes in the substrate.

II. THEORY

Hollow cathode discharges are gas discharges between an arbitrary anode and a cathode having a cavity or hollow, typically a cylindrical hole. Most studies either match the anode geometry with the cathode geometry or have a planar anode. This geometry allows for three distinct modes of current-voltage operation for the gas discharge at pressures such that the pressure times the cathode hole diameter, pD , is on the order of Torr-cm. At low currents a glow discharge with the shape of the electric field forms, extending from the cathode to the anode through the cathode hole [3, 5].

With increasing current, the plasma column through the cathode hole changes the electric field distribution from axial to radial, accelerating electrons generated at the cathode toward the axis. In certain pD conditions, these electrons accelerated toward the axis reach the opposite cathode fall and are accelerated back toward the axis allowing for an oscillation with diminishing amplitude of electrons within the column between the two cathode fall regions. The increased ionization rate of these oscillating electrons in the hollow cathode results in a decrease in voltage with an increase in current (negative differential resistivity). This discharge is known as the hollow cathode discharge [3, 5].

With a further increase in current, the discharge expands over the surface of the cathode above the hole, eventually transitioning to a glow. This is characterized by a constant current with increasing discharge voltage. When the discharge reaches beyond the boundaries of the cathode increasing voltage increases the current (positive differential resistivity) and the discharge is known as an abnormal glow discharge [3, 5].

Based on this oscillating electrons effect in the cathode hollow, the discharge is known to follow a similarity law of Eq. (1)

$$V = V(pD, I/D) \quad (1)$$

where V is the sustaining voltage of the discharge, I is the discharge current, and D is the cathode hole diameter[6]. These discharges occur in the pD ranges of fractions of a Torr-cm to about 10 Torr-cm. The lower bound on pD is that the mean free path for ionization must be less than the hole diameter, whereas the upper limit is not well known but depends on the material and geometry of the electrodes, and the chemistry of the fill gas. Scaling using similarity laws, suggests that hollow cathode discharges can operate at or near atmospheric pressures. Further explanation of the physics of hollow cathode discharges can be found in [3, 5-7].

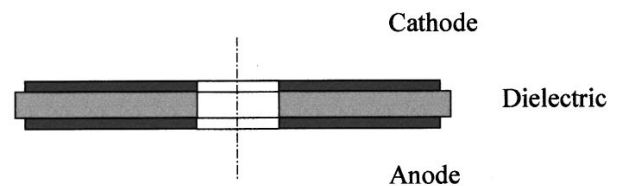


Figure 2. A typical microhollow cathode geometry [2].

A very common geometry for hollow cathode discharges is shown in Figure 2. Cathode holes on the order of $100\mu\text{m}$ diameter have been shown to produce discharges at atmospheric pressure [2, 3]. Discharges in this geometry at atmospheric pressures are typically referred to as microhollow cathode discharges, or MHCD [3, 5]. The MHCD geometry is used in several studies on hollow cathode discharges [3-5, 8-11].

Previous studies have focused on microdischarges utilizing hollow cathode effects. There are many variations of the geometry and anode shape. There are several different methods of manufacturing these devices, and each has its restrictions on geometry, but all have holes around $100\mu\text{m}$ in diameter to support hollow cathode discharges near atmospheric pressure. Sometimes the anode is left planar [9, 12]; sometimes the anode is cylindrical [13]. Often the hole is not perfectly cylindrical and many studies have a square hole or a pyramidal geometry [14-17, 18-20]. There are also studies done with multiple layers of cathodes and anodes [21-22]. The physics of the hollow cathode discharge and its oscillating electrons allow for the shape of the anode and the geometry of the hole to be fairly inconsequential to the qualitative results, but changes in geometry and material can affect all qualitative results. Typically anode shape and hole geometry are chosen by manufacturing capabilities, and this paper will not go into the manufacturing processes of each geometry.

Many studies focus on methods of creating large volume atmospheric glow plasmas utilizing microhollow cathode discharges. The principle advantage of the

MHCD is the ability to produce an abnormal glow discharge. The positive differential resistivity of the abnormal glow discharge allows for the combination of several MHCD's in parallel without the use of resistive ballasting. Without resistive ballasting, arrays of MHCD's are easily manufactured for the purpose of operating in parallel to create larger volume plasma. Several studies have investigated parallel array combinations of different microdischarge devices [3, 4, 13-18, 20, 22, 23].

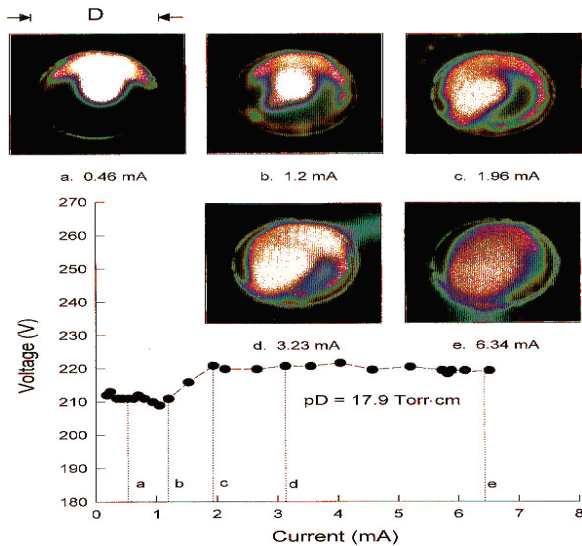


Figure 3. End on photographs of a MHCD with increasing current in flowing argon gas at 896 Torr. Also shown are the IV characteristics of the discharge [5].

III. PREVIOUS MICRODISCHARGE STUDIES

Previous studies have thoroughly characterized the hollow cathode discharge under a variety of conditions. Most studies have been done in noble gases such as argon [3-5, 8, 27] and helium [11, 13, 18]. Several researchers have produced hollow cathode discharges in air [18, 24-26, 28]. Most of the studies on this topic use spectroscopy and current-voltage characteristics as the primary diagnostics, combined with end on images of the discharges themselves [8, 9, 13, 18, 21]. Figure 3 shows the current-voltage characteristic curve of a single MHCD as well as associated end on photographs of the discharge [5].

A study using a diode laser atomic absorption spectroscopy diagnostic technique for these microhollow cathode discharge devices showed an electron density of $10^{15}/\text{cm}^3$ for a discharge in 30-400 mbarr. This study characterizes the discharge by analyzing the absorption line profiles. The electron density is calculated from the Stark broadening and shift. Doppler broadening was used to evaluate the gas temperature [27].

Another study of hollow cathode discharges in air utilized a 10.6 μm wavelength CO_2 laser for infrared heterodyne interferometry. The investigators were able to

determine the spatial distribution of the electron density [28]. An investigation on the plasma chemistry of the hollow cathode discharge utilized mass spectroscopy and electrostatic probe diagnostics [29].

An extensive study of MHCD sources up to atmospheric pressure utilized both DC and pulsed discharges. The results of the glow discharge investigations in an argon mix showed measured electron densities of up to $5 \times 10^{16}/\text{cm}^3$ [3].

Array studies are numerous and varied. Pyramid structure studies have shown 10x10 and 15x15 arrays of microdischarge devices [14-17]. Figure 4 shows an optical photograph of a 10x10 device array discharge with 244 V sustaining voltage and 20 mA discharge current at 1200 Torr in neon. Array studies of the typical MHCD study shown in Figure 2 are numerous as well [3, 4].

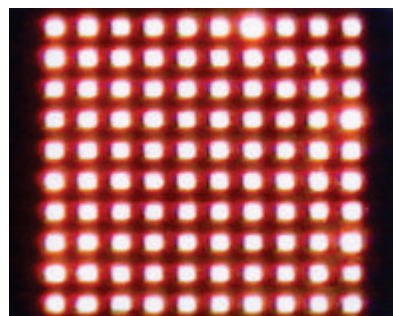


Figure 4. Optical photograph of a 10x10 pyramidal device array discharge. 244 V, 20 mA, 1200 Torr in neon [15].

IV. EXPERIMENTAL RESULTS AND DISCUSSION

The microhollow cathode geometry shown in Figure 2 has been replicated by the University of Missouri-Columbia (UMC) with Cu electrodes and an Al_2O_3 dielectric. Arrays of 125 μm microhollow holes have been laser drilled for the purpose of creating large area atmospheric pressure glow discharge plasma. A simple circuit with a series resistor and a current sensing resistor has been fabricated. A vacuum chamber containing the microhollow discharge device is shown in Figure 5. The system provides gas flow through the holes during normal operation. The system also allows for a variety of diagnostics, including voltage and current measurements, spectral emission analysis and a high speed camera to observe the development of the glow discharge.

Stable dc glow discharges have been observed at pressures up to 700 Torr in flowing N_2 . Images from the high speed camera and a digital camera are shown in Figure 5. Photographs of the discharge are shown in Figure 6.

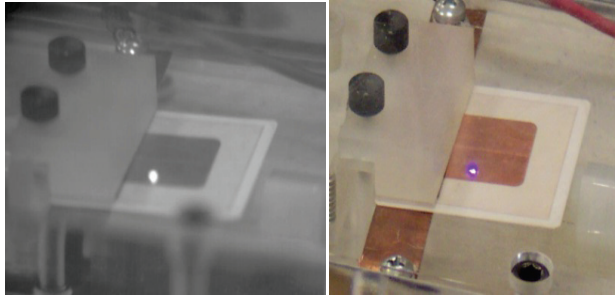


Figure 5. High speed camera image (left) and digital camera image (right) of typical glow discharge in N_2 with UMC microhollow cathode device. 630 V, 3.4 mA, 250 Torr.

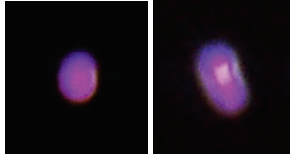


Figure 6. Typical end on photographs of dc glow discharges in Ar. Diameter of glow about 2.2 mm, 630 V, 3.4 mA, 250 Torr.

Typical stable single discharges first form around 600 V at current of 1 mA. Increasing the current up to 6 mA expands the radius of the discharge up to 2.2 mm, encompassing the area of several holes, but does not form discharges in other holes of the array. Thus parallel discharge operation has not been achieved. The electron density of this discharge, is estimated to be $10^9/\text{cm}^3$ using the method outlined in [24, 31]. While this calculation is fairly crude, the fact remains the UMC study is several orders of magnitude lower than previous studies [3, 27].

Increasing the pressure in the chamber decreases the size of the glow discharge above the cathode. Beyond 400 Torr instabilities in the discharge were observed. These instabilities include flickering in the emission and sharp spikes in the voltage across the electrodes. However, a stable discharge is present up to 700 Torr for several seconds at a time between instabilities. Additional testing in argon at similar pressures has shown comparable results to that of nitrogen. Atmospheric air discharges have been observed as non-stable.

It is believed that the exact experimental conditions of the UMC study have not allowed for stable glow discharges in atmospheric pressure air. The copper electrodes appear to be a poor electrode material due to localized heating which leads to ablation of the surface.

Further investigation is in progress to improve the experimental setup. A variety of different materials are being considered such as molybdenum electrodes and alternate flow gases. A pulsed circuit is also being developed to enhance peak power delivered to the microhollow cathode device. Other plasma sources are also being investigated.

V. CONCLUSION

Electrode geometries of the hollow cathode design are very useful for creating high density, atmospheric pressure glow plasmas in a variety of gases, including air. Several geometries such as the microhollow cathode discharge devices allow for easy parallel array operation due to transition to the abnormal glow discharge regime. Applications for large volume stable plasmas are numerous. The MHCD geometry discussed in this paper in Figure 2 has been heavily studied as an exciter emitter for a variety of applications including flat panel plasma displays and exciter lasers. Other applications include plasma electromagnetic absorbers and reflectors, sources of UV and VUV radiation, thin film deposition, plasma jets [11, 18, 20, 30].

It is clear that current technology is able to create arrays of discharges in atmospheric air with electron densities on the order of $10^{16}/\text{cm}^3$ [3].

University of Missouri Columbia has fabricated a $\text{Cu}/\text{Al}_2\text{O}_3$ microhollow device which yield single dc glow discharges in flowing gas of pressures up to 700 Torr with and electron density of $10^9/\text{cm}^3$. The experimental setup is being improved in several ways, with the aim to produce high density, large area, atmospheric air plasma.

VI. ACKNOWLEDGEMENT

The program was funded by the Office of Naval Research contract number N00014-08-1-0266. The authors would like to thank Lee Mastroianni as the project manager.

VII. REFERENCES

- [1] E.E. Kunhardt, "Generation of Large-Volume, Atmospheric-Pressure Nonequilibrium Plasmas," *IEEE Transactions on Plasma Science*, Vol 28, No 1, Feb 2000.
- [2] R. Stark, K. H. Schoenbach, "Direct current high-pressure glow discharges," *Journal of Applied Physics*, Vol 85, No 4, Feb 1999.
- [3] K. H. Schoenbach, M. Moselhy, W. Shi, R. Bentley, "Microhollow Cathode Discharges," 1260 *J. Vac. Sci. Technol. A* 21. No 4., Jul/Aug 2003.
- [4] W. Shi, R. Stark, K. H. Schoenbach, "Parallel Operation of Microhollow Cathode Discharges," *IEEE Transactions on Plasma Science*, Vol. 27, No 1, Feb 1999.
- [5] K. H. Schoenbach, A. El- Habachi, W. Shi, M. Ciocca, "High Pressure Hollow Cathode Discharges," *Plasma Sources Sci. Technol.* 6 (1997) p 468-477.
- [6] D. J. Sturges, H. J. Oskam, "Studies of the Properties of the Hollow Cathode Glow Discharge in Helium and Neon," *Journal of Applied Physics*, Vol 35, No 10, Oct 1964.
- [7] G. Schaefer, K. H Schoenbach, "Basic Mechanisms Contributing to the Hollow Cathode Effect," *Physics*

- and Applications of Psuedosparks, Plenum Press, New York, 1990.*
- [8] L.D. Biborosch, et. al, "Radiation Efficiency of AC-excited Micro Hollow Cathode Discharges", AIP Conf. Proc. 812, 329 (2006).
 - [9] L.D. Biborosch, I. Petzenhauser, B. Lee, K. Frank, K.H. Schoenbach, "Excimer Emission of Open and Closed Microhollow Cathode Discharges in Xenon," Rom. Journ. Phys., Vol. 50, Nos. 7–8, P. 711–722, Bucharest, 2005.
 - [10] D. Hsu, D. Graves, "Microhollow cathode discharge stability with flow and reaction," J. Phys. D: Appl. Phys. 36 (2003) 2898–2907.
 - [11] P. Kurunczi, J. Lopez, H. Shah, K. Becker, "Excimer formation in high-pressure microhollow cathode discharge plasmas in helium initiated by low-energy electron collisions," International Journal of Mass Spectrometry 205 (2001) 277–283.
 - [12] L. D. Biborosch, et. al, "Microdischarges with plane cathodes," Applied Physics Letters, Vol 75, No 25, Dec 1999.
 - [13] W. Xinbing , Z. Lina , Y. Xilin , "High Pressure Micro-Slot Hollow Cathode Discharges," Plasma Science & Technology, Vol.7, No.6, Dec. 2005.
 - [14] J. G. Eden, S-J Park, et. al, "Microplasma devices fabricated in silicon, ceramic, and metal/polymer structures: arrays, emitters, and photodetectors ," J. Phys. D: Appl. Phys. 36 (2003) 2869–2877.
 - [15] J. Chen, S-J Park, J.G. Eden, C. Liu, "Microdischarge Device Fabricated in Silicon By Micromachining technique with Pyramidal Cavity," 11th International Conference on Solid-State Sensors and Actuators, Munich, Germany, June 2001.
 - [16] WS.J. Park, J. Chen, C. Liu, J.G. Eden, "Silicon microdischarge devices having inverted pyramidal cathodes: Fabrication and performance of arrays," Applied Physics Letters, Vol 28, No 4, Jan 2001.
 - [17] S. J. Park, J. Chen, et. al, "Microdischarge Arrays: A New Family of Photonic Devices (Revised)," IEEE Journal on Selected Topics in Quantum Electronics, Vol 8, No 2, April 2002.
 - [18] C. Penache , A. Bräuning-Demian , L. Spielberger , H. Schmidt-Böcking, "Experimental Study of High Pressure Glow Discharges Based on MSE Arrays," Proc. Hakone VII (Greifswald) Vol 2, pp 501–5.
 - [19] Z. Yu, K. Hoshimiya , et. al, "Radio-frequency-driven near atmospheric pressure microplasma in a hollow slot electrode configuration," Applied Physics Letters, Vol 83 No 5, Aug 2003.
 - [20] C. Penache , C. Gessner , et. al, "Micro-structured electrode arrays: A source of high-pressure non-thermal plasma," Proceedings- SPIE the International Society for Optical Engineering, ISSU 4460, 17-25, 2002.
 - [21] B. A. Vojak , S. Park, C. Wagner, J Eden, "Multistage, monolithic ceramic microdischarge device having an active length of ~ 0.27 mm," Applied Physics Letters, Vol 78, No 10, March 2001.
 - [22] P. von Allmen , et. al, "Ceramic microdischarge arrays with individually ballasted pixels" Applied Physics Letters, Vol 82. No 16. April 2003.
 - [23] J.W. Frame, J.G. Eden, "Planar Microdischarge Arrays," Electronics Letters, Vol. 34, No. 15, July, 1998.
 - [24] A. H. Mohamed, R. Block, K. H. Schoenbach, "Direct Current Glow Discharges in Atmospheric Air," IEEE Transactions on Plasma Science, Vol 30, No 1, Feb 2002.
 - [25] F. Leipold , A. H. Mohamed, K.H. Schoenbach, "High Electron Density, Atmospheric Pressure Air Glow Discharges," Power Modulator Symposium and High Voltage Workshop, 130-133, 2002.
 - [26] Robert H. Stark, K. H. Schoenbach, "Direct Current Discharges in Atmospheric Air," Applied Physics Letters, Vol 74, No 25, June 1999.
 - [27] C. Penache , et. al, "Characterization of a high-pressure microdischarge using diode laser absorption spectroscopy," Plasma Sources Science Technology 11, 446-483, 2002
 - [28] F. Leopold, R. Stark, A. El-Habachi, K.H. Schoenbach, "Electron Density measurements in an atmospheric pressure air plasma by means of infrared heterodyne interferometry ," J. Phys. D: Appl. Phys. 33 (2000) 2268–2273.
 - [29] H.S. Maciel , G. Petraconi , R. S. Pessoa, "Studies of a Hollow Cathode Discharge using Mass Spectrometry and Electrostatic Probe Techniques," 12th International Congress on Plasma Physics, Oct 2004.
 - [30] Kyung Cheol Choi , Heung-Sik Tae, "The Characteristics of Plasma Display with the Cylindrical Hollow Cathode," IEEE Transactions of Electron Devices, Vol. 46, No 12, Dec 1999.
 - [31] J.C. Bowie, "Drift Velocity of Electrons in Nitrogen, Helium, Neon, Argon, Krypton and Xenon," Physical Review, Vol 117, No 6, 1960.