Universidade de São Paulo
Instituto de Física

Desenvolvimento e caracterização de uma
fonte de plasma ECR para deposição de
filmes finos

José Antonio Sevidanes da Matta

Tese apresentada ao Instituto
de Física da Universidade de
São Paulo
para a obtenção do título de
Doutor em Ciências

Comissão Examinadora:

Prof.Dr. Mário Ueda (INPE)

Prof.Dr. Milton Eiji Kayama (FEG/UNESP)

Prof.Dra. Márcia de Carvalho Abreu Fantini (IFUSP)

Prof.Dr. Álvaro Vannucci (IFUSP)

Prof.Dr. Ricardo Magnus Osório Galvão (IFUSP)

Ricardo Magnus Osório Galvão

Orientador: Prof. Dr. Ricardo Magnus Osório Galvão

SÃO PAULO
2000

Prof. Armando Corbani Ferraz
Presidente da Comissão de Pós Graduação

Armando Corbani Ferraz

SBI-IFUSP

305M810T3485

530.44
M435d
D
ex. 1

FICHA CATALOGRÁFICA

Preparada pelo Serviço de Biblioteca e Informação
do Instituto de Física da Universidade de São Paulo

Matta, José Antonio Sevidanes

Desenvolvimento e Caracterização de uma Fonte de
Plasma ECR para deposição de Filmes Finos. São
Paulo, 2000.

Tese (Doutorado) - Universidade de São Paulo.
Instituto de Física – Departamento de Física Aplicada

Orientador: Prof. Dr. Ricardo Magnus Osório Galvão
Área de Concentração: Física de Plasmas

Unitermos: 1. Plasmas 2. Ressonância Eletron-
ciclôtrônica; 3. Filmes Finos; 4. Descargas Elétricas;
5. Microondas

USP/IF/SBI-009/2001

Aos meus pais, *José e Maria.*

Agradecimentos

Agradeço ao Prof. Ricardo Galvão pela orientação deste trabalho, como também pela amizade, incentivo e principalmente a paciência.

Aos Profs. Ivan Cunha Nascimento, Leonid Ruchko, Arthour Elfimov, Iberê, Marcia Fantini, Vilma, Alvaro, Aluisio pelas discussões e apoio que recebi para a execução deste trabalho.

Ao Sr. Nelson, Sr. Donato, Andre T., Juan, Lia, Eleonora, Edson (Banzai), Ivan, Nelio, Rogerio, Tadeu, Wanderley pela ajuda das mais diversas formas.

Aos colegas Roberto Lima, Douglas, Alex, Gélío, Ibrahim (Brão), Regina, Andre, Anselmo, Edson (Ozono), Elton, Gisele, Nestor, Helder, Kenia, Omar, Renata, Roberto, Furlan, Serginho, Manuel, Gadelha, Edilson, Valdemar, Murilo, Kai e Eric pela amizade desenvolvida.

A todos os funcionários das Oficinas Mecânicas do Instituto de Física pela colaboração recebida e FAPESP pelo apoio financeiro.

Resumo

Neste trabalho são apresentados o projeto, construção, caracterização e utilização de um dispositivo de produção de plasmas por absorção de ondas eletromagnéticas, na frequência ciclotrônica dos elétrons - ECR ("electron-cyclotron resonance"). Os fundamentos teóricos dos processos físicos relevantes, tanto com relação a absorção das ondas eletromagnéticas como quanto ao diagnóstico do plasma, são discutidos de forma a permitir uma apresentação completa do tema. A construção e a utilização do dispositivo, para crescimento de filmes semicondutores de interesse sobre substratos de silício, são descritos em detalhe. No caso de filmes de nitreto de boro cúbico, as experiências não tiveram êxito devido a impossibilidade de conseguir a fonte de boro prevista no projeto, decaborana. Já no caso de nitreto de alumínio hexagonal, foi possível demonstrar, pela primeira vez diretamente em dispositivos ECR, o crescimento de grãos policristalinos. A configuração magnética e os parâmetros de plasma apropriados para crescimento de nitreto de alumínio foram devidamente determinados.

Abstract

The design, construction, and characterization of an electron-cyclotron-resonance (ECR) plasma device, as well as its utilization for deposition of thin semiconductor films, is described in detail. The basic theory of the relevant physical process, regarding electromagnetic wave absorption by the plasma and diagnostic, is discussed in order to provide a self-contained presentation of the subject. The growth of cubic boron nitride and hexagonal aluminium nitride over silicon substrates was pursued. In the first case, the experimental procedure was hindered by the impossibility to import decaborane, which was envisaged in the original project as the source of boron. The attempts to other sources were unsuccessful. In the latter case, a successful growth of polycrystalline aluminium nitride was achieved, for the first time directly in a ECR plasma, to the best of our knowledge. The magnetic configuration and plasma parameters required for successful crystal growth were determined.

Índice

Capítulo 1 -Deposição de Filmes por Plasma

- 1.1 Introdução - Dispositivos para aplicação tecnológica de plasmas..... 1
- 1.2 Fontes de plasma com alta densidade..... 4
- 1.3 Deposição de filmes de nitreto de boro cúbico..... 9
- 1.4 Deposição de filmes de nitreto-III..... 13
- 1.5 Objetivo deste trabalho..... 15
- 1.6 Referências..... 16

Capítulo 2 -Descargas por Ressonância Ciclotrônica dos Elétrons (ECR)

- 2.1 Introdução..... 18
- 2.2 Modelo numérico unidimensional dos campos em plasmas ECR..... 22
- 2.3 Absorção de potência de microondas por plasmas ECR..... 26
- 2.4 Referências..... 34

Capítulo 3 -Fontes de Plasma ECR

• 3.1 Desenvolvimento do reator ECR.....	35
3.1.1 Sistema para injeção de microondas.....	36
3.1.2 Configuração de campo magnético ressonante.....	39
3.1.3 Cavidade de reação e sistema de vácuo.....	45
3.1.4 Sistema de fontes para polarização de RF.....	48
• 3.2 Regime operacional.....	50
• 3.3 Referências.....	58

Capítulo 4 -Medidas de Densidade e Temperatura

• 4.1 Sondas de Langmuir.....	59
• 4.2 Difusão através de campos magnéticos.....	63
• 4.4 Curvas das sondas simples no reator ECR.....	68
• 4.5 Curvas das sondas com compensação RF no reator ECR.....	78
• 4.6 Referências.....	87

Capítulo 5 -Resultados

• 5.1 Preparo, processamento e caracterização das amostras.....	88
5.1.1 Métodos de caracterização.....	91
• 5.2 Resultados das experiências para deposição de nitreto de boro e nitreto de alumínio.....	95
5.2.1 Imagens SEM.....	98
• 5.3 Análise dos resultados.....	101
• 5.4 Referências.....	103

Capítulo 6 -Conclusões e Sugestões para Trabalhos Futuros.....	104
---	------------

Apêndice A-Comentários sobre microondas e rádio frequência

• 6.1 Disruptura - Início das descargas elétricas.....	106
• 6.2 Magnetrons, válvulas de microondas.....	112
6.2.1 Potência de saída e eficiência.....	116
• 6.3 Polarização dinâmica em Rádio Frequência.....	117
• 6.4 Referências.....	120

Capítulo 1

Deposição de Filmes por Plasma

1.1 Introdução - Dispositivos para aplicação tecnológica de plasmas

A miniaturização das dimensões em dispositivos de micro-eletrônica colocaram em evidência as deficiências estruturais dos equipamentos convencionais de **etching** e deposição. Por exemplo, consideremos a largura para o gate de um transistor, que não pode ter uma variação maior que 10%, isto é, para aletas de até $1\mu m$ sua variação não poderia ser maior que $0,1\mu m$; atualmente estas dimensões assumem valores de $0,25\mu m$ com variações menores que $0,025\mu m$. Para tanto é necessário aumentar o controle e anisotropia do transporte iônico para o substrato do dispositivo, além do que já se consegue com os reatores existentes com acoplamento capacitivo de rádio-frequência (RF). As colisões entre íons na região do substrato são um fator limitante para conseguir a anisotropia demandada; daí a necessidade de operação em baixas pressões. Nos dispositivos convencionais de RF uma pressão mais baixa implica em campos elétricos mais altos (curva de Paschen), que por sua vez implica em energias maiores de bombardeamento do substrato por parte dos íons. Isto porque a energia e o fluxo iônico nestes dispositivos estão intrinsicamente acoplados. Esta ausência de controle independente da energia iônica causa danos ao material tratado (**etching**) ou impossibilita a formação do material a ser depositado.

Nas descargas de RF com acoplamento capacitivo (também chamadas de diodos-

RF, esquema na Fig. 1.1) os substratos são colocados sobre um dos eletrodos numa atmosfera de baixa pressão ($10^{-3} - 10^{-2}$ Torr). Sua operação é geralmente feita entre as frequências de plasma dos íons e elétrons, $\omega_{pi} < \omega < \omega_{pe}$, muitas vezes com fontes comerciais de 13,56 MHz $[\omega_{p\alpha} = \sqrt{\frac{e^2 n_{\alpha}}{\epsilon_0 m_{\alpha}}}]$, onde n_{α} e m_{α} são respectivamente a densidade e a massa da espécie α . Nestas condições, os elétrons, que possuem mobilidade muito maior que a dos íons, respondem oscilando instantaneamente entre os dois eletrodos, e os íons formam uma nuvem que responde apenas ao campo elétrico médio. As oscilações da nuvem de elétrons dão origem às bainhas de plasma, regiões que têm carga líquida positiva quando tomada a média temporal sobre um período de oscilação do campo elétrico (Fig. 1.1). Tal carga líquida positiva proporciona um campo elétrico DC em meio a bainha apontando para fora do plasma. Os íons saindo do centro da descarga são acelerados na bainha em direção ao substrato provocando um bombardeamento iônico que pode aumentar, inibir ou modificar reações superficiais no dispositivo sobre o substrato [Reece95]. As amplitudes típicas de voltagem RF entre os dois eletrodos variam entre 100V e 1kV.

Figura 1.1: Esquemas para descarga RF, Diodo e Magnetron

A região central é quase neutra sem campos elétricos. A diferença de tensão é observada apenas ao longo da bainha onde temos campos intensos, o que leva à modelos de bainha de alta voltagem como a lei de Child-Langmuir. Sobre a interface plasma-bainha, o modelo de Bohn [Lieber94] requer que a velocidade média dos íons seja igual a velocidade íon-acústica $u_B = \sqrt{\frac{eT_e}{M}}$, gerando um fluxo de bombardeamento iônico $\Gamma_i = nu_B$. Nestas equações, T_e é a temperatura eletrônica em eV, M é a massa dos íons e n a densidade do plasma. Entre os equipamentos convencionais de RF encontramos também triodos, que oferecem um controle independente adicional sobre a energia iônica. Isto é feito colocando-se os dispositivos a serem tratados sobre um substrato com polarização de RF fornecida por uma fonte auxiliar (usualmente de menor potência).

Desenvolveram-se ainda equipamentos que fazem uso de campo magnético uniforme entre 50 – 150G, os magnetrons (Fig. 1.1), ainda na forma de diodos, para operar no regime de pressões de mTorr, em que o campo elétrico aplicado pode ser DC ou RF [Rohde94]. Estes dispositivos são aplicados em deposições rápidas de filmes metálicos ou dispositivos de **etching** reativo. O campo magnético é paralelo ao catodo e facilita o acoplamento aumentando a eficiência com que a potência é transferida da fonte para o plasma ao mesmo tempo que melhora seu confinamento, impedindo o fluxo de íons em direção a parede da cavidade, inibindo portanto o **sputtering** devido ao bombardeamento iônico. Como resultado principal, os magnetrons oferecem densidades de plasma maiores que os diodos convencionais de DC ou RF, podendo operar em menores voltagens para formar a descarga. Os parâmetros típicos para estes magnetrons são tensões de 500 V e corrente de 5 A, enquanto que diodos não magnetizados operam em 2500 V e corrente de 0,5 A. No entanto observam-se correntes laterais sobre o substrato, devido à corrente de deriva $\vec{E} \times \vec{B}$, que causam diversos danos ao processo em andamento. Nesta configuração são utilizadas baixas frequências de RF, que não possibilitam operar o plasma na ressonância eletron-ciclotrônica, diferentemente das descargas de microondas.

1.2 Fontes de plasma com alta densidade

Os dispositivos de plasmas convencionais são caracterizados pelo contato direto entre a descarga e os eletrodos polarizados que a mantém, descargas capacitivas DC ou RF. Tais processos são acompanhados por bainhas de elevado campo elétrico que por sua vez inviabiliza o uso deste dispositivo em determinados tratamentos. Desde meados dos anos 80 as fronteiras criadas pelo uso dos diodos RF, e suas variantes magneticamente melhoradas, levaram ao desenvolvimento de novas fontes de plasma que apresentassem campos elétricos menos intensos em suas bainhas (fig. 1.2).

Sua característica em comum é o acoplamento de potência não capacitiva em RF ou microondas através de cilindros ou janelas dielétricas, possibilitando voltagens mais baixas em todas as bainhas. O potencial DC destes plasmas, e portanto a energia de aceleração iônica, é da ordem de 20-30 V em todas as superfícies. Para controlar a energia iônica em níveis mais baixos, o eletrodo onde são colocados os substratos pode ser polarizado com um sinal auxiliar em RF de menor potência. Desta forma condiciona-se independentemente o fluxo iônico (potência transferida à fonte de plasma) e a energia iônica de bombardeamento (fonte auxiliar de polarização) [Lieber94].

Veremos que tais dispositivos apresentam algumas dificuldades como a falta de uniformidade radial sobre grandes áreas, presente nos diodos RF de acoplamento capacitivo, para contornar esta dificuldade o plasma é formado entre os eletrodos com pequena distância de separação (razão $\frac{l}{R} \ll 1$), proporcionando uniformidade. Por utilizarem princípios ressonantes ou indutivos em sua operação, os novos reatores requisitam equipamentos de alto vácuo, resultando em instalações mais caras, além da preocupação com possíveis deposições metálicas sobre as janelas dielétricas que servem ao acoplamento de potência.

Nas fontes de acoplamento indutivo (Fig. 1.2.a-superior), o plasma formado atua como o enrolamento secundário de um transformador de espira única acoplada à bobina indutiva de RF através de um cilindro de quartzo. Aplicando P_{RF} a uma espira indutiva não ressonante, este dispositivo apresenta vantagem em simplicidade, pois não requer campo magnético, podendo operar em largo intervalo de potência e pressão, exibindo um limite na densidade de plasma, em torno de 10^{13}cm^{-3} , para um acoplamento eficiente de potência à descarga. São referidos como ICP (induced

Figura 1.2: Fontes de plasma com alta densidade

coupled plasmas) e por vezes usam um escudo eletrostático entre a espira e o cilindro de quartzo, diminuindo o acoplamento capacitivo e evitando dificuldades na eficiência do acoplamento indutivo de potência à descarga [Gott94].

Estas descargas foram inicialmente reportadas em 1884 por Hittorf [Hitt84] e até 1940 não se sabia bem ao certo se eram de princípio capacitivo, pelo acoplamento do plasma às voltagens alta e baixa nos terminais da espira, ou formadas pelo campo elétrico induzido no interior da cavidade. Na verdade a descarga é indutiva em processos com alta densidade de plasma, sofrendo uma transição para descarga capacitiva nos processos com baixa densidade de plasma e por conseguinte altas voltagens de bainha em pressões maiores [Thomson27]. Sua operação em regime de pressões altas (até atmosféricas) recebeu muita atenção nos anos 70, em aplicações industriais de tochas a plasma. A partir dos anos 80 desenvolveu-se a configuração de espira plana (Fig. 1.2.a-inferior) para operação em baixas pressões ($\leq 50mTorr$) e alta densidade de plasma [Lam92]. Esta última, por vezes, é utilizada para processos em substratos de área estendida ($R \sim 20cm$), somando-se um campo magnético

de pouca intensidade, localizando a espira plana nas proximidades do substrato e procedendo um enrolamento não uniforme desta, com o propósito de formar um plasma radialmente uniforme num aspecto semelhante ao dos diodos RF, $\frac{t}{R} \ll 1$.

As fontes tipo helicon (Fig. 1.2.b) fazem uso de campo magnético axial ao longo de uma antena polarizada com RF contornando um cilindro de quartzo. O campo magnético é de baixa intensidade, 50-200 G, em dispositivos práticos. Em dispositivos para estudo fundamental de seu comportamento, faz-se uso de até 1kG. Tais fontes apresentam potenciais de plasma tipicamente baixos, da ordem de 15-20 volts. A interação ressonante onda-partícula, transfere energia ao plasma de duas formas fundamentais, colisional (dissipativa) e não colisional (amortecimento de Landau) [Chen91].

As ondas helicon são modos próprios em colunas de plasma axialmente magnetizadas (modos whistler com dimensões transversais finitas). Tais modos tem variação radial, azimutal e axial, baixa frequência, baixo campo magnético e altas densidades de carga:

$$\omega_{LH} \ll \omega \ll \omega_{ce} \quad e \quad \omega \omega_{ce} \ll \omega_{pe}^2$$

sendo ω_{LH} a frequência híbrida inferior, dada por:

$$\frac{1}{\omega_{LH}^2} = \frac{1}{\omega_{pi}^2} + \frac{1}{\omega_{ce}\omega_{ci}}$$

Em geral o plasma atua remotamente, isto é, o substrato é posicionado numa cavidade abaixo da região de ressonância (*downstream*), por vezes impossibilitando a uniformidade do tratamento superficial. Em alguns casos aproxima-se o substrato da região de ressonância, aumentando o fluxo de espécies ativas, colimando a energia iônica, resultando em maior uniformidade; no entanto o substrato fica muito exposto à radiação que mantém a descarga.

A frequência de excitação pode estar entre 1 e 50 MHz, assim como para fins aplicativos pode-se usar fontes comerciais de 13,56 MHz, 0,5-2kW; 50Ω com malha de acoplamento para minimizar reflexões de potência à fonte. Frequentemente operam num intervalo $10^{11} - 10^{14} \text{ cm}^{-3}$ de densidade de plasma [Boswell70].

As fontes ECR (ressonância eletrôn-ciclotrônica, Fig. 1.2.c) são caracterizadas pelo acoplamento de potência, na faixa de microondas, ao plasma, por meio de

campos magnéticos que permitem a ressonância ciclotrônica, $\omega_{ce} = \frac{eB}{m}$, ou seja, a trajetória descrita pelos elétrons têm a mesma frequência angular do campo elétrico de microondas, $\omega = 2\pi f$. A potência de microondas é injetada na cavidade através de uma janela dielétrica, propagando ao longo das linhas de força, até alcançar a região de campo magnético ressonante; no caso de $f = 2,45$ GHz o campo associado é 875 G. Neste ponto observa-se a disruptura do gás na cavidade e o plasma formado passa a absorver eficientemente a potência de microondas, fluindo ao longo das linhas magnéticas até a cavidade de processamento [Jes89].

Nos últimos anos as fontes de plasma ECR tem sido estudadas em diversas tecnologias de plasma e fontes de feixe iônico. A idéia de usar o ECR como fonte de plasma teve seu início nos anos 60 em pesquisas na área de aquecimento eletrônico em plasmas de fusão por Dandl [Dandl62]. As primeiras aplicações tecnológicas do ECR foram feitas em meados dos anos 70 por Musil, Suzuki e Sakudo, nas áreas de implantação iônica, oxidação de silício e etching por plasma [Musil70-Sakudo77]. As principais propriedades deste dispositivo serão discutidas, detalhadamente, ao longo de todo este trabalho.

Durante a segunda guerra mundial, com o surgimento de fontes de potência de microondas para o desenvolvimento do RADAR (radio-assisted detection and ranging) e sistemas de comunicação, gerou-se a possibilidade de aplicações de tais fontes em muitas áreas de pesquisa científica. No que diz respeito às descargas em gases, tais frequências altíssimas influenciam o movimento eletrônico (os íons massivos permanecem praticamente parados), em baixas pressões, de forma que, antes que o elétron atinja uma parede da cavidade, o campo aplicado troca sua direção impedindo que o elétron deixe a região da descarga e mesmo quando deixá-la o fará com velocidades baixas. As aplicações de campos de microondas fazem uso de guias ou ressonadores (dependendo do dispositivo), evitando o distúrbio provocado pela presença de eletrodos com altas polarizações que se formam em descargas DC ou RF.

Plasmas gerados por microondas podem operar desde pressões atmosféricas até 10^{-5} Torr, sendo descargas não-magnetizadas no intervalo de 1 atm até 10^{-2} Torr e as descargas com ressonância eletrôn-ciclotrônica (ECR-eletroncyclotron resonance) no restante do intervalo até 10^{-6} Torr. Entre os reatores não magnetizados encontramos três formas fundamentais de acoplamento do campo de microondas à

descarga, fornecendo diferentes características ao plasma formado e determinando a que processo tais condições podem ser aplicadas.

Figura 1.3: Reatores de guia acoplado

O mais utilizado é o reator de guia acoplado (Fig. 1.3), onde o sistema para aplicação é instalado dentro de um guia de microondas [Reece95]. Tal sistema é composto por cilindros de quartzo ou cerâmica, de forma que seu eixo principal esteja paralelo à componente de campo elétrico que se propaga no guia. Este reator é eficiente e seu acoplamento é simplificado pela escolha dos guias adequados para transmissão de uma potência expressiva de microondas, podendo variar de 100 W até 2 kW. Opera como reator de fluxo contínuo em pressões próximas à pressão atmosférica. Este é um exemplo de um reator não-ressonante: o gás fluindo em seu interior sofre ruptura devido à intensidade do campo elétrico.

Os dois outros tipos de reatores não magnetizados são operados preferencialmente em pressões baixas com a entrada de microondas feita por janelas que isolam os

guias de onda, na pressão atmosférica, da região de aplicação do plasma. Para aplicações em microeletrônica, por exemplo, existe interesse em plasmas uniformes para tratamento de superfícies com 20 – 30 cm de diâmetro. As dimensões da cavidade do reator, raio e altura, são muito maiores que o comprimento de onda associado à microonda (λ_0) utilizada. Estes reatores fazem uso de cavidade multimodos onde a potência de microondas é espalhada uniformemente em todo o volume. Se as dimensões da cavidade são comparáveis a λ_0 , temos então uma cavidade ressonante que possibilita sua operação em pressões mais altas (10^{-1} Torr). Muitos reatores tipo CVD fazem uso desta geometria [Kamath92].

1.3 Deposição de filmes de nitreto de boro cúbico

O Nitreto de Boro possui três estruturas cristalinas [Kester94], podendo-se fazer um paralelo com as estruturas cristalinas do carbono: a estrutura hexagonal em camadas (h-BN), que é similar ao grafite; a estrutura cúbica (c-BN), análoga ao diamante; e a estrutura hexagonal, mais rara, chamada "wurtzita" (w-BN), correspondendo à lonsdelita, no caso do carbono. As duas últimas fases são metaestáveis em temperaturas e pressão moderadas e não ocorrem na natureza. A fase amorfa também é comum, tanto no caso do Nitreto de Boro (a-BN), como no caso do carbono.

O Nitreto de Boro cúbico (c-BN) é um material cerâmico de grande importância tecnológica atual, sendo que a possibilidade de crescê-lo na forma de filme aumentou ainda mais as possibilidades de sua aplicação.

As propriedades físicas e químicas do c-BN [DeVries90] são muito semelhantes às do diamante, como sua alta dureza, excelente condutividade térmica, alto gap, resistência ao ataque químico etc. No entanto, este material também apresenta outras propriedades, não compartilhadas com o diamante, e que o tornam tecnologicamente muito interessante: é um material que não se difunde em aço, podendo ser depositado com sucesso em substratos ferrosos; o c-BN também possui a propriedade de não permitir a desorção de elementos de alto número atômico em sistemas de vácuo, eliminando a presença indesejada destes elementos em aplicações como dispositivos de confinamento magnético de plasmas.

O c-BN produzido em altas temperaturas e pressões já é amplamente empregado em usinagem de aços, onde o uso de ferramentas de diamante causa problemas, devido a transferência de carbono para o metal após transformação do diamante em grafite na interface aquecida. No entanto, o material obtido por prensagem em altas pressões é quebradiço e poroso, o que torna sua utilização difícil em algumas aplicações, como em sistemas de alto vácuo. Por isso, nos últimos anos tem havido uma atividade intensa na deposição de filmes de c-BN sobre diferentes substratos [Demaz93]. A principal motivação é naturalmente a utilização destes filmes em ferramentas e equipamentos, que têm que operar em ambientes corrosivos e sujeitos a desgaste mecânico, para isolar eletricamente ou passivar superfícies que têm que operar em ambientes hostis ou que tenham que manter alta condutividade térmica, ou ainda para condutores térmicos em dispositivos eletrônicos. Outra aplicação importante do c-BN, ainda ligada a ferramentas, é utilizá-lo como interface entre filme de diamante e ferramenta contendo ferro, desde que o depósito direto de diamante sobre substrato ferroso é inviável.

A pesquisa em fusão termonuclear controlada, por outro lado, amplia significativamente o espectro de possíveis aplicações para filmes de nítreto de boro. Um dos problemas cruciais em dispositivos de confinamento magnético de plasmas é evitar que impurezas de alto número atômico sejam geradas por desorção nas paredes da câmara de vácuo e penetrem no plasma. Estas impurezas, ao serem ionizadas, aumentam substancialmente a perda da energia por radiação de breemstrahlung, diminuindo a temperatura do plasma e, conseqüentemente, a taxa de reações de fusão termonuclear. Nos últimos anos, os pesquisadores em fusão termonuclear controlada demonstraram que é possível diminuir consideravelmente a desorção de impurezas através da boronização das paredes da câmara de vácuo [Winter89]. Esta boronização é produzida através de descargas com uma pequena quantidade de um gás composto de boro, como a diborana, B_2H_6 . Ao ser absorvido nas paredes da câmara de vácuo, o boro funciona como uma armadilha para impurezas. Por outro lado, embora o plasma quente seja confinado magneticamente, existe inevitavelmente um transporte de energia e de partículas para a periferia da coluna de plasma. Nos reatores à fusão, é previsto que este transporte de energia resulte numa deposição de mais de $1MW/m^2$ [ITER91] nas chamadas superfícies divertoras, para onde o fluxo de plasma é dirigido. Estas superfícies têm que ser altamente

resistentes, quimicamente inertes e isolantes, mas com alta condutividade térmica. Portanto, a investigação das propriedades de filmes de c-BN depositadas em superfícies metálicas de interesse para reatores à fusão, como aço 504L e INCONEL, é de grande relevância. No Laboratório de Plasmas do IFUSP existe um interesse imediato em filmes de c-BN, relacionado com a pesquisa do aquecimento de plasmas confinados magneticamente. Está em operação neste laboratório um tokamak (dispositivo de confinamento magnético de plasmas com simetria axial), TCABR, dedicado ao estudo do aquecimento de plasmas por ondas de Alfvén.

Embora estas ondas sejam altamente promissoras, do ponto de vista teórico, para geração de corrente e aquecimento de plasmas termonucleares, trabalhos experimentais realizados anteriormente no Laboratório de Lausanne, Suíça, deram resultados negativos. A razão principal do insucesso foi uma grande quantidade de impurezas geradas na superfície da antena utilizada para excitar as ondas, que tem que ser colocada muito próxima do plasma. O campo de rádio-frequência, interagindo com o plasma periférico, cria um componente eletrostático que acelera íons para a superfície da antena, gerando impurezas. No Laboratório de Plasma do IFUSP se pretende investigar a possibilidade de se reduzir substancialmente este acoplamento capacitivo plasma-antena através do recobrimento da antena com um filme espesso de c-BN. Um esquema semelhante foi testado na Universidade de Winconsin, com resultados promissores [Majeski94]. No entanto, ao invés de recobrir a antena, foram utilizadas placas de nitreto de boro auto-sustentadas para impedir que o plasma periférico entrasse em contacto com a antena. Este esquema não é muito interessante porque as placas são feitas de nitreto de boro prensado, que é poroso, como já foi dito, e portanto inadequado para utilização em alto vácuo.

O objetivo a longo prazo do projeto iniciado nesta fase é investigar o crescimento de filmes c-BN em diferentes substratos, incluindo silício e vários metais utilizando PACVD (plasma-assisted chemical vapor deposition). Embora este método tenha sido amplamente utilizado com sucesso para a deposição de filmes de c-BN, o processo de nucleação ainda não é satisfatoriamente entendido. Investigações recentes dos estágios iniciais do processo indicam que primeiro uma fina camada (2nm) de a-BN e depois uma camada (2-5nm) de h-BN são depositados até que o c-BN cresça. Por outro lado, os resultados experimentais indicam que a otimização do processo de deposição depende criticamente dos parâmetros do plasma, como densidade, tempera-

tura eletrônica, etc., e da temperatura do substrato. No entanto, os processos físicos que determinam esta dependência não estão claramente identificados e motivam a investigação científica nesta área, além do interesse tecnológico [Mendez94-Kuhr94]. Alguns investigadores sugerem, a partir de resultados experimentais, que, para uma dada temperatura do substrato, o momento transferido pelos íons energéticos para o filme em crescimento é o único parâmetro que controla a formação de c-BN. Entretanto este resultado não é universalmente aceito e nem suportado por modelos teóricos. Além disso, o fluxo de momento dos íons energéticos depende de vários parâmetros do plasma e das diferentes espécies de íons presentes; parece que a presença de argônio aumenta o bombardeamento de íons sobre o substrato e existem também sugestões de que hidrogênio desempenhe um papel importante na estabilização da fase cúbica de nitreto de boro. Naturalmente, como processo de deposição de filmes finos, existe uma competição entre *sputtering* e deposição, portanto entre a densidade de corrente iônica e a taxa de chegada de boro no substrato. Como mencionado anteriormente, quando um plasma está em contacto com uma parede sólida, os elétrons, que são mais leves e de mais alta temperatura, se deslocam mais rapidamente para a parede até que um campo eletrostático é formado entre a parede e o plasma, numa camada de espessura proporcional à raiz quadrada de T/n , onde T e n são respectivamente a temperatura dos elétrons e densidade iônica do plasma. Praticamente toda a queda de potencial entre o substrato e o plasma ocorre nesta camada e através dela os íons são acelerados do plasma para o substrato. Portanto, para controlar a energia e a corrente de íons chegando ao substrato, é necessário ter amplo controle de grau de ionização do plasma, temperatura dos elétrons, concentração de diferentes íons no plasma, etc. Para atingir este objetivo, se procura utilizar diferentes mecanismos para produzir o plasma, ou seja, por microondas, por rádio-frequência, sem ou com a presença de um campo magnético. A pressão de operação (da ordem de 10^{-4} Torr) e o fluxo de B_2H_6 são bastante inferiores aos valores correspondentes utilizados usualmente na deposição de filmes de diamante. Desta forma, é possível controlar a taxa de chegada de boro no substrato.

1.4 Deposição de filmes de nitreto-III

Recentemente um grande número de pesquisas foram feitas relacionando aplicações do grupo de nitretos semicondutores GaN, InN, AlN [Jain00]. O intervalo energético entre a banda de condução e a banda de valência destes materiais varia de 1,9 eV para o nitreto de índio, passando por 3,4 eV para o nitreto de gálio até 6,2 eV para o nitreto de alumínio; o que os promove a possíveis candidatos para utilização em dispositivos optoeletrônicos do espectro visível ou ultravioleta (UV). Suas altas energias de ligação estão entre 1,93 eV para o InN, 2,2 eV para o GaN e 2,28 eV para o AlN; implicando em alta temperatura de fusão [Pakula96]. Alguns materiais como GaAs, não podem ser utilizados em altas temperaturas.

Devido ao alto gap e altas energias de ligação estes materiais podem ser empregados em dispositivos emissores de luz e transistores para operação em altas temperaturas com potências expressivas.

Semicondutores de banda larga como c-BN e AlN motivaram pesquisas de dispositivos de emissão eletrônica. O crescimento de c-BN demonstra alguma dificuldade devido a sua estrutura cristalina cúbica ser metaestável a baixa temperatura e pressão, o que faz do AlN, que também é um semicondutor n e p-dopável, mais atrativo para algumas aplicações, uma vez que seu crescimento apresenta maior facilidade.

Em alguns trabalhos, o crescimento do nitreto foi feito sobre substratos de safira (001) Al_2O_3 , devido a sua semelhança nos parâmetros de rede, estabilidade em altas temperaturas e por seu baixo custo [Narayan90]. Também foram reportados trabalhos utilizando substratos de carbetto de silício, SiC, que possui vantagens sobre a safira como menor tensão residual dos filmes crescidos e parâmetros de redes mais semelhantes ainda, principalmente no caso do AlN. No entanto o seu alto custo dificulta sua aplicação em escala [Dovidenko96]. Outro tipo de substrato pesquisado é o silício, (100)Si ou (111)Si. O tratamento de dispositivos eletrônicos em chip's de silício previamente processados demandam estes trabalhos. Filmes com formação de GaN predominantemente cúbica sobre (100)Si demonstram a viabilidade de tais componentes eletrônicos [Ustin96].

Rescentes referências descrevem experimentos de crescimento destes materiais por vários métodos, GSMBE (Gas-Source Molecular Beam Epitaxi), sputtering reativo de RF, CVD's, MOCVD's (Metal- Orgânico CVD), DECR (ECR Distribuído), PLD (Deposição por Laser Pulsado), etc. No caso do ECR alguns trabalhos fazem uso de descargas em nitrogênio relatando a formação dos filmes entre $400^{\circ}\text{C} - 850^{\circ}\text{C}$ [Tamotsu99].

A utilização destes nitretos como camada intermediária também ocupam lugar entre as referências mais recentes. Wang et al. promoveram nucleação e crescimento de diamante sobre camadas de AlN com dezenas de μm depositados em substratos de (111)Si e WC a partir de magnetrons com atmosferas de N_2 e Ar. O filme de diamante foi crescido por CVD's convencionais de filamento quente em atmosferas com misturas de CH_4 e H_2 , por descargas de 6 hrs, resultando filmes com espessuras de até 5 μm , menor tensão residual e maior aderência, se comparada à deposições sem a camada intermediária de AlN [Wang00].

A degradação do filme durante o processo de crescimento também foi reportada principalmente para o GaN. Em técnicas que usam ECR, tal fato foi observado em operação com pressões em torno de 10 mTorr e altos níveis de potência de micro-ondas, acima de 1 kW [Johnson99]. De acordo com estes resultados existem outros trabalhos que fazem uso de sondas de Langmuir para caracterização das condições de crescimento dos filmes, e apontam um decréscimo exponencial da corrente iônica sobre o substrato conforme a pressão de nitrogênio é aumentada [Rössner96].

Experiências em PLD relatam deposição de AlN sobre safira e (100)Si em diversas pressões de uma mesma atmosfera de N_2 apontando características mais interessantes na morfologia do filme crescido, uniformidade e baixa rugosidade, como resultado de operação em pressões menores 10^{-6} - 10^{-4} Torr, além de apresentar tendência à texturização de crescimento na orientação (00c). Em pressões mais altas (10^{-1} Torr) os filmes apresentaram maior rugosidade, pouca uniformidade e mudança parcial de orientação para (a00) [Okamoto00]. Ambos parâmetros como rugosidade e orientação preferencial parecem ser determinados por colisões com o gás de N_2 durante a deposição.

Alguns dos experimentos mais recentes de crescimento de AlN descrevem a utilização de fontes alternativas de precursores como trimetilalumínio (TMA) e amônia utilizados em feixes moleculares supersônicos (MBS) em substratos (100)Si e AlN-Si

(1 μm de AlN crescido inicialmente em MOCVD sobre (100)Si com características de rugosidade). Novamente foi observada uma tendência de crescimento preferencial (00c) [Ballarotto00].

1.5 Objetivo deste trabalho

O objetivo principal deste trabalho é fazer um estudo teórico/experimental de reatores ECR e de sua utilização no crescimento de filmes de BN e AlN. No capítulo 2 é apresentado uma descrição da teoria básica do plasma magnetizado, confinado num espelho magnético, e desenvolvido um modelo que permite calcular a absorção do campo de microondas neste plasma. No capítulo 3 é apresentado o projeto, construção, montagem e arranjo de um destes reatores. Os diagnósticos para caracterização do plasma são discutidos no capítulo 4. Finalmente os resultados obtidos são apresentados no capítulo 5 e as sugestões para trabalhos futuros no capítulo 6.

1.6 Referências

- [Reece95] J. Reece Roth, Industrial Plasma Engineering, vol.1 (Institute of Physics Publishing, 1995)
- [Lieber94] M.A. Lieberman e A.J. Lichtenberg, Principles of Plasma Discharges and Materials Processing (Wiley, 1994)
- [Rohde94] Suzanne L. Rohde, Unbalanced Magnetron Sputtering, em Physics of Thin Films, vol. 18, editado por M.H. Francombe e J.L. Vossen (Academic Press, 1994)
- [Gott94] M.A. Lieberman e R.A. Gottscho, Design of High-Density Plasma Sources for Materials Processing, em Physics of Thin Films, vol. 18, editado por M.H. Francombe e J.L. Vossen (Academic Press, 1994)
- [Hitt84] W. Hittorf, Wiedemanns Ann. Phys. 21, 90(1889)
- [Thomson27] J.J. Thomson, Philos. Mag. 4, 1128(1927)
- [Lam92] Lam Research Corporation, Thechnical Note-003(1992)
- [Chen91] F.F. Chen, Plasma Phys. Controlled Fusion 33, 339(1991)
- [Boswell70] R.W. Boswell, Plasma Phys. Controlled Fusion 26, 1147(1970)
- [Jes89] Jes Asmussen, J. Vac. Sci. Technol. A7, 883(1989)
- [Dandl62] R.J. Kerr, R.A. Dandl, H.O. Eason e M.C. Becher, Bull. Am. Phys. Soc. 7, 290(1962)
- [Musil71] J. Musil e F. Zacek, Plasma Phys. 13, 471(1971)
- [Sakudo77] K. Suzuki, N. Sakudo e S. Okudaira, Jpn. J. Appl. Phys. 16, 1979(1977)
- [Kamath92] S.G. Kamath e J. Reece Roth, IEEE Int. Conf. Plasma Sci. 170(1992)
- [Kester94] D.J. Kester, K.S. Ailey e R.F. Davis, Diamond Relat. Mater. 3, 332(1994)
- [DeVries90] R.C. DeVries, Proceedings of a NATO Advanced Study Institute on Diamond and Diamond-like Films and Coatings, July 22-August 3, 1990, in Castelvechio, Pascoli, Italy, pp 151.

-
- [Demaz93] G. Demazeau, *Diamond Relat. Mater.* 2, 197(1993)
- [Winter89] J. Winter, *J. Nucl. Mater.* 162-164, 713(1989)
- [ITER91] ITER Conceptual Design Report, ITER Document Ser. no. 18, International Atomic Energy Agency, Vienna, 1991
- [Majeski94] R. Majeski et al, *Fusion Engineering and Design* 24, 159(1994)
- [Mendez94] J.M. Mendez, S. Muhl, E. Andrade, L. Cota-Araiza, M. Farias e G. Soto, *Diamond Relat. Mater.* 3, 831(1994)
- [Dwors94] W. Dworschack, K. Jung e H. Ehrhardt, *Diamond Relat. Mater.* 3, 337(1994)
- [Kuhr94] S. Reinke, M. Kuhr e W. Kulish, *Diamond Relat. Mater.* 3,341(1994)
- [Jain00] S.C. Jain, M. Willander, J. Narayan e R. Van Overstraeten, *J. Appl. Phys.* 87, vol. 3, 965(2000)
- [Pakula96] K. Pakula e S. Porowski, *Solid State commun.* 97, 919(1996)
- [Narayan90] J. Narayan, P. Tiwari, X. Chen e T. Zheleva, *Appl. Phys. Lett.* 61, 1290(1990)
- [Dovidenko96] K. Dovidenko, J. Narayan, M. Razegui, *J. Appl. Phys.* 79, 2439(1996)
- [Ustin96] S.A. Ustin, L. Lauhon e W. Ho, *J. Appl. Phys.* 79, 7667(1996)
- [Tamotsu99] H. Tamotsu, *Appl. Phys. Lett.* 75(5), 615(1999)
- [Wang00] W.L. Wang, R.Q. Zhang, K.J. Liao, Y.W. Sun e B.B. Wang, *Diamond Relat. Mater.* 9, 1660(2000)
- [Johnson99] D. Johnson, J.W. Lee, R.J. Shul e F. Ren, *J. Vac. Sci. Technol. A* 17(4), 2183(1999)
- [Rössner96] U. Rössner, A. Braski, B. Daudin, *J. Vac. Sci. Technol. A* 14(4), 2655(1996)
- [Okamoto00] M. Okamoto, M. Yamaoka, Y.K. Yap e M. Yoshimura, *Diamond Relat. Mater.* 9, 516(2000)
- [Ballarotto00] V.W. Ballarotto, M.E. Little e M.E. Kordesch, *J. Crystal Growth* 218, 173(2000)

Capítulo 2

Descargas por Ressonância Ciclotrônica dos Elétrons (ECR)

2.1 Introdução

Um plasma é uma mistura de partículas neutras, íons positivos e elétrons, macroscopicamente neutro, permeado por campos macroscópicos gravitacionais, elétricos ou magnéticos. A interação entre suas partículas constituintes se dá através de campos coletivos de longo alcance e por meio de colisões (que levam a estados ionizados ou excitados) ou recombinações. A característica dominante na dinâmica de plasmas é a interação de longo alcance entre seus componentes através de campos eletromagnéticos. Podemos destacar duas escalas de tempo fundamentais nesta dinâmica: a primeira relaciona-se a ω_p^{-1} , que é o período característico das oscilações da nuvem eletrônica ao tentar manter a neutralidade frente a um campo externo perturbativo; a segunda escala relaciona-se com ω_c^{-1} , que é período associado ao movimento ciclotrônico das partículas ao redor das linhas de campo magnético. Numa escala microscópica, o movimento das partículas carregadas no plasma dá origem a flutuações de campo eletromagnético de acordo com as equações de Maxwell, tendo seus parâmetros constitutivos iguais ao do espaço livre μ_0 e ϵ_0 . No entanto os efeitos de interesse prático nos levam a considerar a interação do plasma com campos médios macroscópicos $\vec{E}(r, t)$ e $\vec{B}(r, t)$, incluindo a resposta do plasma às variações

dos campos nos parâmetros constitutivos do meio μ e ϵ .

Em um meio genérico, tais campos médios induzem uma resposta com polarização elétrica ($\vec{P}$) e magnética ($\vec{M}$) descritas por:

$$\vec{P} = \vec{D} - \epsilon_0 \vec{E} \quad e \quad \vec{M} = \frac{\vec{B}}{\mu_0} - \vec{H} \quad (2.1)$$

sendo $\vec{D}$ o vetor deslocamento elétrico e $\vec{H}$ o campo magnético. Para meios isotrópicos $\vec{D} = \epsilon \vec{E}$ e $\vec{B} = \mu \vec{H}$, o que resulta:

$$\vec{P} = \chi_e \epsilon_0 \vec{E} \quad e \quad \vec{M} = \chi_m \frac{\vec{B}}{\mu_0} \quad (2.2)$$

Em plasmas formados de gases como Ar , H_2 e N_2 (gases atômicos e não polares) a susceptibilidade elétrica ($\chi_e \sim 10^{-4}$) é desprezável, isto é, $\epsilon = \epsilon_0$. O mesmo acontece para a susceptibilidade magnética ($\chi_m \sim 2 \times 10^{-9}$) para magnetoplasmas usuais em laboratórios.

Desta forma as leis de Ampère e Gauss são dadas por:

$$\nabla \times \vec{H} = \vec{J} + \frac{\partial \vec{D}}{\partial t} \quad \nabla \cdot \vec{D} = \rho \quad (2.3)$$

Sendo o plasma um meio condutor resistivo, supomos uma forma ohmica do tensor condutividade $\hat{\sigma}$ entre a corrente e o campo elétrico

$$\vec{J} = \hat{\sigma} \cdot \vec{E}. \quad (2.4)$$

Substituindo na lei de Ampère

$$\nabla \times \vec{B} = (\mu_0 \hat{\sigma} + \mu_0 \epsilon_0 \hat{1} \frac{\partial}{\partial t}) \cdot \vec{E} \quad (2.5)$$

e usando a lei de Faraday no lado esquerdo da equação acima, temos:

$$\frac{\partial}{\partial t} \nabla \times \vec{B} = -\nabla \times \nabla \times \vec{E} = \nabla^2 \vec{E} - \nabla \nabla \cdot \vec{E} \quad (2.6)$$

O campo elétrico, neste trabalho, é dado pelo campo de microondas aplicado externamente ao plasma e pode ser representado por amplitudes de Fourier $\vec{E} = \vec{E}_0 \exp\{-i(\vec{k} \cdot \vec{r} - \omega t)\}$, onde ω é a frequência de microondas e $\vec{k}$ é o vetor número

de onda na direção de propagação da onda. Derivando-se a Eq. 2.5 em relação ao tempo, obtém-se a equação da onda

$$\nabla^2 \vec{E} - \nabla \nabla \cdot \vec{E} = \frac{1}{c^2} \frac{\partial}{\partial t} \left\{ \frac{\hat{\sigma}}{\epsilon_0} + \hat{i} w \right\} \cdot \vec{E} \quad (2.7)$$

ou, para as componentes de Fourier,

$$k^2 \vec{E}_0 - \vec{k} \vec{k} \cdot \vec{E}_0 = \frac{w^2}{c^2} \left\{ \hat{1} - i \frac{\hat{\sigma}}{\epsilon_0 w} \right\} \cdot \vec{E}_0 \quad (2.8)$$

O termo em colchetes do lado direito é o tensor dielétrico $\hat{\epsilon}_{ij}$. Para determinarmos sua forma em um plasma ECR fazemos uso da equação de movimento (espécie α).

$$m_\alpha n_\alpha \left(\frac{\partial}{\partial t} + \vec{v}_\alpha \cdot \nabla \right) \vec{v}_\alpha = n_\alpha q_\alpha (\vec{E} + \vec{v}_\alpha \times \vec{B}) - m_\alpha n_\alpha \nu_c (\vec{v}_\alpha - \vec{v}_\beta) \quad (2.9)$$

juntamente com a equação de continuidade,

$$\frac{\partial n_\alpha}{\partial t} + \nabla \cdot (n_\alpha \vec{v}_\alpha) = 0. \quad (2.10)$$

Supomos um plasma estacionário, com densidade n_0 e campo $\vec{B}_0 = B_0 \hat{e}_z$ de equilíbrio. Os campos da onda são considerados como perturbação ao estado de equilíbrio, ou seja,

$$\left\{ \begin{array}{l} n_\alpha(\vec{r}, t) = n_0 + n_{1\alpha} \exp\{-i(\vec{k} \cdot \vec{r} - wt)\} \\ \vec{v}_\alpha(\vec{r}, t) = \vec{v}_{1\alpha} \exp\{-i(\vec{k} \cdot \vec{r} - wt)\} \\ \vec{B}(\vec{r}, t) = \vec{B}_0 + \vec{B}_1 |\vec{B}_0| \gg |\vec{B}_1| \\ \frac{|\vec{v}_{1\alpha} \times \vec{B}|}{|\vec{B}_1|} = \frac{|\vec{v}_{1\alpha}|}{c} \ll 1 \end{array} \right\} \quad (2.11)$$

Procedendo com o método perturbativo e desprezando termos de segunda ordem, separamos a Eq. 2.9 fazendo $v_\alpha \gg v_\beta$, onde o índice α está associado às partículas carregadas e β às partículas neutras.

$$(\nu_c - iw)v_{x\alpha} - \frac{q_\alpha B_0}{m_\alpha} v_{y\alpha} = \frac{q_\alpha E_x}{m_\alpha} \quad (2.12)$$

$$(\nu_c - iw)v_{y\alpha} + \frac{q_\alpha B_0}{m_\alpha} v_{x\alpha} = \frac{q_\alpha E_y}{m_\alpha} \quad (2.13)$$

$$(\nu_c - iw)v_{z\alpha} = \frac{q_\alpha E_z}{m_\alpha} \quad (2.14)$$

O termo $\frac{q_\alpha B_0}{m_\alpha}$ é a frequência ciclotrônica de espécie $w_{c\alpha}$. Substituindo $\Omega = w + i\nu_c$, onde ν_c é a frequência colisional efetiva, temos:

$$\vec{v}_\alpha = \begin{bmatrix} i\Omega & \frac{-w_{c\alpha}}{\Omega^2 - w_{c\alpha}^2} & 0 \\ \frac{w_{c\alpha}}{\Omega^2 - w_{c\alpha}^2} & i\Omega & 0 \\ 0 & 0 & \frac{i}{\Omega} \end{bmatrix} \vec{E} \quad (2.15)$$

A densidade de corrente é definida por $\vec{J} = \sum_\alpha n_\alpha q_\alpha \vec{v}_\alpha$; substituindo a equação acima para $\vec{v}_\alpha$ e utilizando as equações 2.4 e 2.8, determinamos o tensor dielétrico para um plasma ECR.

$$\epsilon_{ij} = \begin{bmatrix} \epsilon_1 & -i\epsilon_2 & 0 \\ i\epsilon_2 & \epsilon_1 & 0 \\ 0 & 0 & \epsilon_3 \end{bmatrix} \quad (2.16)$$

onde definimos:

$$\begin{aligned} \epsilon_1 &\equiv 1 - \sum_\alpha \frac{w_p^2 \Omega}{w(\Omega^2 - w_{c\alpha}^2)} \\ \epsilon_2 &\equiv \sum_\alpha \frac{w_{c\alpha} w_p^2}{w(\Omega^2 - w_{c\alpha}^2)} \\ \epsilon_3 &\equiv 1 - \sum_\alpha \frac{w_p^2}{w\Omega} \end{aligned} \quad (2.17)$$

Nas duas próximas seções daremos continuidade ao estudo das aplicações deste tensor nos plasmas ECR, com enfoques distintos. Na seção 2.2, apresentamos um tratamento direto da equação de onda para um modelo colisional de plasma frio e não-homogêneo, identificando a atenuação de campos eletromagnéticos que são absorvidos por efeitos colisionais, durante sua propagação ao longo de uma coluna de plasma. Na seção 2.3, trataremos de um plasma homogêneo levando em conta efeitos térmicos, fazendo uso das amplitudes de Fourier para determinarmos uma correção à forma do tensor na Eq. 2.16, originando termos que descrevam a absorção em plasmas ECR.

2.2 Modelo numérico unidimensional dos campos em plasmas ECR

Na intenção de estudarmos a interação dos campos de microondas com plasmas ECR, aplicamos as formas do tensor $\hat{\epsilon}_{ij}$ a uma fonte idealizada para procedermos uma simulação numérica unidimensional que indique o comportamento geral da propagação do campo eletromagnético nestes dispositivos. Na teoria linearizada de plasmas, as diferentes ondas existentes no plasma dependem do ângulo formado entre o vetor $\vec{k}$ de propagação destas ondas e o campo magnético $\vec{B}_0$. Fontes de íons como o ECR são dispositivos onde as dimensões do plasma e os comprimentos característicos da variação da densidade são comparáveis ao comprimento de onda λ da microonda utilizada, de forma que $\vec{k}$ não é precisamente definido e devemos considerar a equação de onda diretamente na sua forma diferencial. No modelo numérico estuda-se a estrutura dos campos formados no plasma a partir dos modos naturais, modos TE_{01} , existentes nos guias que fornecem o campo de microondas. A principal aproximação é supor um perfil parabólico para a densidade eletrônica, n_e . A absorção de potência de microondas é determinada pelas colisões dos elétrons com as partículas neutras, originando a força de fricção $\vec{F} = -m_e \nu_c \vec{v}$, na Eq. 2.9, que por sua vez limita o intervalo de distribuição das velocidades, onde:

$$\nu_c \ll \omega_c \quad e \quad \nu_c \gg \frac{e|E|}{m_e c} \quad (2.18)$$

Com isto, supõe-se um mecanismo simplificado da absorção da onda. A frequência colisional efetiva estará funcionando como um parâmetro de controle externo. Nesta simulação, faz-se uso da componente z da equação de onda (Eq. 2.7) simultaneamente com seu divergente e a componente z de seu rotacional. Destas equações consegue-se um sistema de quatro equações complexas acopladas EDO [Cavenago96]. O campo magnético externo possui um perfil parabólico: $B_{0z} = B_0(1 - f(z))$ assim como $w_p(z) = w_{p0}(1 - f(z))$, onde $f(z) = (2z - L)^2/L^2$; com valores $L = 8$ cm, $B_0 = 1,04$ kG e $w_{p0} = w/2$, onde $w/2\pi = 2,45$ GHz. Portanto as componentes do tensor dielétrico são funções apenas da coordenada longitudinal.

- A equação $\nabla \cdot (\hat{\epsilon}_{ij} \cdot \vec{E}) = 0$ resulta

$$\epsilon_1 \left(\frac{\partial E_x}{\partial x} + \frac{\partial E_y}{\partial y} \right) + \epsilon_2 \left(\frac{\partial E_y}{\partial x} - \frac{\partial E_x}{\partial y} \right) + \frac{\partial}{\partial z} (\epsilon_3 E_z) = 0 \quad (2.19)$$

- A terceira componente da equação de onda fornece

$$(\nabla \times \nabla \times \vec{E})_z = \frac{w^2}{c^2} (\hat{\epsilon}_{ij} \cdot \vec{E})_z \quad (2.20)$$

ou

$$\frac{\partial}{\partial x} (\nabla \times \vec{E})_y - \frac{\partial}{\partial y} (\nabla \times \vec{E})_x = \frac{w^2}{c^2} \epsilon_3 E_z, \quad (2.21)$$

com o auxílio da componente ortogonal do operador Laplaciano ($\Delta = \Delta_{\perp} + \partial^2/\partial z^2$)

$$\frac{\partial^2 E_x}{\partial x \partial z} + \frac{\partial^2 E_y}{\partial y \partial z} - \Delta_{\perp} E_z = \frac{w^2}{c^2} \epsilon_3 E_z \quad (2.22)$$

Para obter um sistema de equações mais apropriado para integração numérica, são utilizadas as seguintes combinações das derivadas dos campos

$$T = \frac{\partial E_x}{\partial x} + \frac{\partial E_y}{\partial y} \quad e \quad W = (\nabla \times \vec{E})_z \quad (2.23)$$

e o deslocamento elétrico longitudinal

$$D = \epsilon_3 E_z. \quad (2.24)$$

- A terceira componente do rotacional da equação de onda fornece

$$[\nabla \times (\nabla \times \nabla \times \vec{E})]_z = \frac{w^2}{c^2} [\nabla \times (\hat{\epsilon}_{ij} \cdot \vec{E})]_z. \quad (2.25)$$

Manipulando o termo do lado esquerdo, temos

$$\frac{\partial}{\partial x} \left\{ \frac{\partial}{\partial z} \left(\frac{\partial E_x}{\partial y} - \frac{\partial E_y}{\partial z} \right) - \frac{\partial}{\partial x} W \right\} - \frac{\partial}{\partial y} \left\{ \frac{\partial}{\partial z} W - \frac{\partial}{\partial z} \left(\frac{\partial E_x}{\partial z} - \frac{\partial E_z}{\partial x} \right) \right\} =$$

$$\frac{\partial^3 E_z}{\partial x \partial z \partial y} - \frac{\partial^3 E_z}{\partial y \partial z \partial x} - \Delta_{\perp} W - \frac{\partial^2}{\partial z^2} W = -\Delta W. \quad (2.26)$$

Para o termo do lado direito, obtemos

$$[\nabla \times (\hat{\epsilon}_{ij} \cdot \vec{E})]_z = \frac{\partial}{\partial x} (\hat{\epsilon}_{ij} \cdot \vec{E})_y - \frac{\partial}{\partial y} (\hat{\epsilon}_{ij} \cdot \vec{E})_x = -\epsilon_2 T + \epsilon_1 W. \quad (2.27)$$

Assim, a equação de onda pode ser transformada no seguinte sistema de equações acopladas

• a)

$$\frac{\partial}{\partial z} D + \epsilon_1 T + \epsilon_2 W = 0 \quad (2.28)$$

• b)

$$\frac{\partial}{\partial z} T = \frac{w^2}{c^2} D + \epsilon_3^{-1} \Delta_{\perp} D \quad (2.29)$$

• c)

$$\epsilon_2 T = \Delta W + \epsilon_1 W \quad (2.30)$$

Seja $Y_{mn}(x, y)$ um sistema completo de autofunções do operador $\Delta_{\perp}$ com autovalores γ_{mn} tal que $\Delta_{\perp} Y_{mn} = \gamma_{mn} Y_{mn}$ e que no caso cilíndrico satisfaçam $Y_{mn}(a, \theta) = 0$; onde a é o raio interno da cavidade. Neste caso $Y_{mn}(r, \theta) = e^{im\theta} J_m(\kappa_{mn} r)$, sendo m inteiro e $n = 1, 2, \dots$; $\kappa_{mn} = \frac{\chi_{mn}}{a}$ onde χ_{mn} são as raízes da função de Bessel, isto é, $J_m(\chi_{mn}) = 0$ e $\gamma_{mn} = -\kappa_{mn}^2$. Escrevendo o operador $\Delta = \Delta_{\perp} + \frac{\partial^2}{\partial z^2}$ e utilizando para as funções W , D e T a forma $W(x, y, z) = \sum_{mn} W_{mn}(z) Y_{mn}(x, y)$, obtemos:

$$\frac{\partial}{\partial z} D_{mn} = -\epsilon_1 T_{mn} - \epsilon_2 W_{mn} \quad (2.31)$$

$$\frac{\partial}{\partial z} T_{mn} = \left(\frac{w^2}{c^2} + \epsilon_3^{-1} \gamma_{mn} \right) D_{mn} \quad (2.32)$$

$$\frac{\partial}{\partial z} W_{mn} = W'_{mn} \quad (2.33)$$

$$\frac{\partial}{\partial z} W'_{mn} = -(\epsilon_1 + \gamma_{mn}) W_{mn} + \epsilon_2 T_{mn} \quad (2.34)$$

As equações resultantes podem ser tratadas como um problema de valor inicial. Integrando as equações ao longo da coordenada z , podemos determinar numericamente as componentes do campo dentro da cavidade. Na Fig. 2.1 temos as soluções numéricas da parte real do rotacional da equação de onda e da parte complexa de seu divergente para o modo $m = 1$ e $n = 1$. As amplitudes iniciais ($z = 0$) para estas componentes são: $Re(W) = 1$ e $Im(T) = 0$. Conforme a integração evolui a componente $Re(W)$, o rotacional do campo elétrico associado à microonda que entra na cavidade, transfere potência à componente $Im(T)$, parte complexa associada à absorção de $\vec{E}$. Esta relação entre as duas componentes acompanha o perfil parabólico assumido para $w_p(z)$.

Figura 2.1: Componentes $Re(W)$ e $Im(T)$ para o modo $m = 1$ e $n = 1$ e razão de amortecimento $\nu_c/w = 0,2$

Este exemplo mostra como a equação de onda pode ser integrada diretamente, num modelo simplificado de interação onda-plasma, para determinar o comporta-

mento do campo eletromagnético na absorção. Este modelo, no entanto, supõe absorção colisional da microonda pelo plasma e o perfil de densidade eletrônica tem que ser escolhido, de forma que o cálculo não é auto-consistente. Nas próximas seções discutiremos uma outra aproximação para estudar o acoplamento onda-plasma, utilizando, desta vez, uma aproximação eilconal.

2.3 Absorção de potência de microondas por plasmas ECR

O estudo do espectro de oscilações e da absorção de um plasma não colisional magnetizado é muito mais complexo do que para plasmas não magnetizados. Neste estudo iniciaremos pelas aproximações de plasma frio, isto é, o movimento térmico das partículas é inteiramente desprezado. Tais aproximações são dadas pelas desigualdades:

$$\frac{v_{ta}}{w/k} \ll 1 \quad e \quad \frac{v_{ta}}{w_c/k} \ll 1 \quad (2.35)$$

Na aproximação de plasma frio, as soluções da relação de dispersão apresentam apenas a parte real e, portanto, não descrevem a absorção destes modos, uma vez que os processos dissipativos de origem térmica ou colisional são incluídos na parte complexa destas soluções. Derivaremos a relação de dispersão para este modelo e, posteriormente, incluiremos efeitos térmicos exibindo absorção dos modos. Como vamos supor que o plasma seja homogêneo e infinito (em oposição à seção anterior), podemos utilizar a representação de ondas planas. A partir da equação de onda (Eq. 2.8) em sua forma tensorial,

$$\{k^2 \delta_{ij} - k_i k_j - \frac{w^2}{c^2} \epsilon_{ij}(w)\} E_j = 0, \quad (2.36)$$

obteremos as soluções desta equação nas direções paralela e perpendicular ao campo magnético. O vetor de onda é decomposto nas componentes perpendicular e paralela ao campo magnético, ou seja, $\vec{k} = \vec{k}_\perp + \vec{k}_\parallel$. O tensor dielétrico ϵ_{ij} será ligeiramente diferente do utilizado no modelo numérico da seção anterior, por não incluir o termo colisional, o que equivale a fazer $\Omega = w$. Então

$$\epsilon_{ij} = \begin{bmatrix} \epsilon_1 & -i\epsilon_2 & 0 \\ i\epsilon_2 & \epsilon_1 & 0 \\ 0 & 0 & \epsilon_3 \end{bmatrix}, \quad (2.37)$$

onde

$$\begin{aligned} \epsilon_1 &\equiv 1 - \sum_{\alpha} \frac{w_p^2}{w^2 - w_{c\alpha}^2} \\ \epsilon_2 &\equiv \sum_{\alpha} - \frac{w_{c\alpha} w_p^2}{w(w^2 - w_{c\alpha}^2)} \\ \epsilon_3 &\equiv 1 - \sum_{\alpha} \frac{w_p^2}{w^2} \end{aligned} \quad (2.38)$$

A equação de onda nos fornece um sistema que relaciona as componentes do vetor campo elétrico:

$$(k_{\parallel}^2 - \frac{w^2}{c^2} \epsilon_1) E_x - i \frac{w^2}{c^2} \epsilon_2 E_y - k_{\perp} k_{\parallel} E_z = 0 \quad (2.39)$$

$$i \frac{w^2}{c^2} \epsilon_2 E_x + (k^2 - \frac{w^2}{c^2} \epsilon_1) E_y = 0 \quad (2.40)$$

$$-k_{\perp} k_{\parallel} E_x + (k_{\perp}^2 - \frac{w^2}{c^2} \epsilon_3) E_z = 0 \quad (2.41)$$

Em contraste aos plasmas não magnetizados, este sistema acopla as ondas longitudinais e transversas, ou seja, as equações não permitem separar as componentes do campo elétrico paralela e perpendicular ao vetor de onda $\vec{k}$. A condição para existência das soluções deste sistema nos dá a relação de dispersão de um plasma frio magnetizado, relacionando w , $k_{\parallel}$ e $k_{\perp}$,

$$\begin{aligned} \Lambda(w, \vec{k}) &= k^2(\epsilon_1 k_{\perp}^2 + \epsilon_3 k_{\parallel}^2) - \frac{w^2}{c^2} [(\epsilon_1^2 - \epsilon_2^2 - \epsilon_1 \epsilon_3) k_{\perp}^2 \\ &\quad + 2k^2 \epsilon_1 \epsilon_3] + \frac{w^4}{c^4} \epsilon_3 (\epsilon_1^2 - \epsilon_2^2) = 0 \end{aligned} \quad (2.42)$$

Somente para alguns modos em especial teremos a separação da equação acima em ondas puramente longitudinais. Para propagação ao longo do campo magnético ($k_{\perp} = 0$), a relação de dispersão é dada por:

$$k_{\parallel}^2(\epsilon_3 k_{\parallel}^2) - 2\frac{w^2}{c^2} k_{\parallel}^2 \epsilon_1 \epsilon_3 + \frac{w^4}{c^4} \epsilon_3 (\epsilon_1^2 - \epsilon_2^2) = 0 \quad (2.43)$$

Como primeira solução temos $\epsilon_3 = 0$, que representa as oscilações de plasma, $w = w_{pe}$, uma vez que $w_{pe} \gg w_{pi}$. Substituindo esta solução na Eq. 2.41, percebemos que $\vec{E} \parallel \vec{k} \parallel \vec{B}_0$, tratando-se de uma oscilação eletrostática. As outras soluções representam ondas transversas,

$$k_{\parallel}^2 = \frac{w^2}{c^2} (\epsilon_1^2 \pm \epsilon_2^2). \quad (2.44)$$

Os sinais $\pm$ correspondem a dois modos independentes de polarização circular, um à direita $E_y/E_x = i$ e outro à esquerda $E_y/E_x = -i$. Para exemplificar, podemos expressar, analiticamente, seus espectros em três limites como soluções assintóticas:

$$w^2 = k^2 c^2 + w_{pe}^2 \left(1 \mp \frac{w_{ce}}{\sqrt{k^2 c^2 + w_{pe}^2}}\right) \quad w \gg w_{ce} \quad (2.45)$$

$$w = \frac{k^2 c^2 w_{ce}^2}{w_{pe}^2} \quad w_{ci} \ll w \ll w_{ce} \quad (2.46)$$

$$w^2 = \frac{k^2 v_A^2}{1 + v_A^2/c^2} \left(1 \mp \frac{kv_A}{w_{ci}(1 + v_A^2/c^2)^{3/2}}\right) \quad w \ll w_{ci} \quad (2.47)$$

onde $v_A \equiv cw_{ci}/w_{pi} = B_0/\sqrt{4\pi N_i M}$ é a velocidade de Alfvén [Krall73]. O espectro de propagação perpendicular é derivado por procedimentos semelhantes, resolvendo a Eq. 2.42 para $k_{\parallel} = 0$. Supondo uma propagação oblíqua, isto é, que entre os vetores $\vec{k}$ e $\vec{B}_0$ existe um ângulo θ , teríamos uma descrição do espectro geral.

Para cada um destes casos existem muitos ramos de modos propagantes no plasma. Nosso interesse principal são os modos de propagação paralela, devido a forma de injeção do feixe de microondas em nosso experimento, ao longo do campo magnético. Na condição $w_{pe} > w_{ce}$ (Eqs. 2.45-47), existem cinco ramificações de ondas que se propagam ao longo do campo magnético; quatro delas são ondas transversas ($\vec{E} \perp \vec{k}$), e uma eletrostática ($\vec{E} \parallel \vec{k}$). O ramo de oscilação que tende assintoticamente à w_{ci} é chamado de onda Alfvén, enquanto que o ramo com tendência

Figura 2.2: Diagrama de dispersão para ondas propagando num plasma magnetizado, na condição, $w_{pe} > w_{ce}$, para propagação paralela.

à w_{ce} é dividido em duas partes: a onda magnetosônica ($w < w_{ci}$) e a onda helicon ($w_{ci} < w < w_{ce}$). Este resultado é resumido na Fig. 2.2 que mostra o diagrama de dispersão para propagação longitudinal. No nosso experimento, utilizamos a ressonância ciclotrônica dos elétrons em $f_e = 2,45$ GHz; portanto, a condição $w_{pe} > w_{ce}$, corresponde à densidades eletrônicas $n_e > 1,8 \times 10^{15} \text{ m}^{-3}$.

A consideração de efeitos térmicos leva ao amortecimento dos quatro ramos de oscilação, dissipando energia no plasma, isto é, surgem contribuições complexas à relação de dispersão. Teremos a formação de novas ondas se propagando no plasma; entre elas destacam-se as oscilações íon-acústicas de baixa frequência. A equação de onda num limite de plasma frio leva a um tensor dielétrico hermitiano (Eq. 2.37); levando-se em conta processos de dissipação devido ao movimento térmico das partículas, este tensor recebe uma correção anti-hermitiana, isto é, $\epsilon_{ij} = \epsilon_{ij}^H + \epsilon_{ij}^a$ [Alexandrov84]. Esta correção é dada por:

$$\epsilon_{ij}^a = \begin{bmatrix} \epsilon_{xx}^a & -i\epsilon_{xy}^a & 0 \\ i\epsilon_{xy}^a & \epsilon_{yy}^a & 0 \\ 0 & 0 & \epsilon_{\parallel\parallel}^a \end{bmatrix}, \quad (2.48)$$

onde

$$\epsilon_{xx}^a = i\sqrt{\frac{\pi}{8}} \frac{w_{pe}^2}{w k_{\parallel} v_{te}} \left\{ \exp\left(-\frac{(w - w_{ce})^2}{2k_{\parallel}^2 v_{te}^2}\right) + \exp\left(-\frac{(w + w_{ce})^2}{2k_{\parallel}^2 v_{te}^2}\right) \right\}, \quad (2.49)$$

$$\epsilon_{yy}^a = \epsilon_{xx}^a + i\sqrt{2\pi} \frac{w_{pe}^2 k_{\perp}^2 v_{te}}{k_{\parallel} w w_{ce}^2} \exp\left(-\frac{w^2}{2k_{\parallel}^2 v_{te}^2}\right), \quad (2.50)$$

$$\epsilon_{xy}^a = i\sqrt{\frac{\pi}{8}} \frac{w_{pe}^2}{w k_{\parallel} v_{te}} \left\{ \exp\left(-\frac{(w - w_{ce})^2}{2k_{\parallel}^2 v_{te}^2}\right) - \exp\left(-\frac{(w + w_{ce})^2}{2k_{\parallel}^2 v_{te}^2}\right) \right\}, \quad (2.51)$$

$$\epsilon_{\parallel}^a = i\sqrt{\frac{\pi}{2}} \frac{w w_{pe}^2}{k_{\parallel}^3 v_{te}^3} \exp\left(-\frac{w^2}{2k_{\parallel}^2 v_{te}^2}\right). \quad (2.52)$$

Para a simplificação destas expressões, consideremos apenas a propagação longitudinal, $k_{\perp} = 0$, de ondas com frequência próxima à frequência ciclotrônica dos elétrons, $w \sim w_{ce}$.

$$\epsilon_{ij}^a = \begin{bmatrix} \epsilon_1^a & -i\epsilon_2^a & 0 \\ i\epsilon_2^a & \epsilon_1^a & 0 \\ 0 & 0 & \epsilon_3^a \end{bmatrix}, \quad (2.53)$$

onde

$$\epsilon_1^a \cong i\sqrt{\frac{\pi}{8}} \frac{w_{pe}^2}{w |k_{\parallel}| v_{te}} \exp\left(-\frac{(w - w_{ce})^2}{2k_{\parallel}^2 v_{te}^2}\right), \quad (2.54)$$

$$\epsilon_2^a \cong \epsilon_1^a \quad (2.55)$$

$$\epsilon_3^a \cong i\sqrt{\frac{\pi}{2}} \frac{w w_{pe}^2}{|k_{\parallel}|^3 v_{te}^3} \exp\left(-\frac{w^2}{2k_{\parallel}^2 v_{te}^2}\right). \quad (2.56)$$

A partir desta correção, a relação de dispersão exibe uma parte imaginária, responsável pela absorção da microonda pelo plasma. A Eq. 2.44, que descreve a propagação de ondas transversas deve ser acrescida das novas componentes do tensor dielétrico.

$$\tilde{n}^2 = \frac{c^2 K_{\parallel}^2}{w^2} = (\epsilon_1 + \epsilon_1^a)^2 + (\epsilon_2 + \epsilon_2^a)^2 \quad (2.57)$$

Nesta equação, $\tilde{n}^2$, representa o índice de refração (Fig. 2.3) com partes real e imaginária:

$$\text{Re}\{\tilde{n}^2\} \cong 1 - \frac{w_{pe}^2}{w(w - w_{ce})} \quad (2.58)$$

$$\text{Im}\{\tilde{n}^2\} \cong \sqrt{\frac{\pi}{2}} \frac{w_{pe}^2}{w|k_{||}|v_{te}} \exp\left(-\frac{(w - w_{ce})^2}{2k_{||}^2 v_{te}^2}\right) \quad (2.59)$$

Portanto percebemos que fora do intervalo $|w - w_{ce}| \ll 1$, isto é, fora da vizinhança da frequência ciclotrônica dos elétrons a parte imaginária decai exponencialmente, resgatando a aproximação de plasma frio, descrita somente pela parte real (Eq. 2.58). Por outro lado, na vizinhança de w_{ce} , w possui uma parte imaginária negativa expressiva indicando que a amplitude da onda irá decair no tempo, descrevendo a absorção ECR, $\vec{E} = \vec{E}_0 \exp\{-i(\vec{k} \cdot \vec{r} - (w_r + iw_i)t)\}$.

Figura 2.3: Índice de refração nas proximidades da ressonância.

O amortecimento, δ , proveniente da consideração de movimento térmico dos elétrons no plasma a partir da correção ϵ_{ij}^a é dado pela razão:

$$\delta = -\frac{\text{Im}\{\Lambda(w, \vec{k})\}}{\frac{\partial}{\partial w} \text{Re}\{\Lambda(w, \vec{k})\}} = \frac{k^4 A^a + \frac{w^2}{c^2} k^2 B^a + \frac{w^4}{c^2} C^a}{k^4 \frac{\partial}{\partial w} A^H + k^2 \frac{\partial}{\partial w} \frac{w^2}{c^2} B^H + \frac{\partial}{\partial w} \frac{w^4}{c^2} C^H} \quad (2.60)$$

onde

$$\begin{aligned} A^a &= \epsilon_3^a; & B^a &= -2(\epsilon_1^a \epsilon_3^H + \epsilon_3^a \epsilon_1^H) \\ C^a &= \epsilon_3^a (\epsilon_1^{H2} - \epsilon_2^{H2}) + 2\epsilon_3^H (\epsilon_1^a \epsilon_1^H - \epsilon_2^a \epsilon_2^H) \\ A^H &= \epsilon_3^H; & B^H &= -2\epsilon_1^H \epsilon_3^H; & C^H &= \epsilon_3^H (\epsilon_1^{H2} - \epsilon_2^{H2}) \end{aligned} \quad (2.61)$$

A influência do movimento térmico dos elétrons no amortecimento das ondas ciclotrônicas torna-se evidente no perfil do parâmetro δ calculado para três valores de temperatura eletrônica: 5, 10 e 25 eV (Fig. 2.4).

Figura 2.4: Influência da temperatura eletrônica sobre o parâmetro de amortecimento nas proximidades da ressonância.

Em plasmas térmicos em que a velocidade térmica dos elétrons considerada reside num intervalo próximo à velocidade de fase de ondas injetadas no plasma, $v_{te} \sim v_\phi = w/k$, é possível a ocorrência de fortes interações onda-partícula na

ausência de colisões. Um dos efeitos que mais chamam a nossa atenção é o amortecimento de Landau, fenômeno que ocorre quando uma onda de campo elétrico longitudinal, $E_x \hat{x} \cos(kx - \omega t)$, ao se propagar no plasma transfere energia a elétrons que possuam velocidades próximas à velocidade de fase da onda. Este fenômeno promove um confinamento dos elétrons em "poços" de potencial da onda propagada, absorvendo a energia da onda durante este confinamento. O amortecimento de Landau é um mecanismo de aquecimento independente de B_0 e ocorre ao longo de toda a coluna de plasma, fora das regiões de ressonância eletrôn-ciclotrônica. Contudo em plasmas aplicativos, a pequena extensão de seus dispositivos tornam esta forma de aquecimento pouco eficiente. Portanto, o aquecimento ECR não é dado pelo amortecimento de Landau e sim pelo amortecimento ciclotrônico, através da condição determinada pelo valor específico de campo magnético e da forma de campo elétrico da onda, circularmente polarizado à direita. A aceleração eletrônica ocorre no plano ortogonal à direção de deriva dos elétrons, ao longo do campo magnético. Logo, em primeira aproximação, esta aceleração não modifica a velocidade paralela ao campo magnético que determina o tempo que a partícula gasta para atravessar a coluna de plasma, e principalmente seu tempo de residência nas regiões de ressonância [Bittencourt95].

2.4 Referências

- [Cavenago96] M. Cavenago, Rev. Sci. Instrum. 67, 1079(1996)
- [Krall73] N.A. Krall e A.W. Trivelpiece, Principles of Plasma Physics (McGraw-Hill, 1973)
- [Alexandrov84] A.F. Alexandrov, L.S. Bogdankevich e A.A. Rukhadze, Principles of Plasma Electrodynamics (Springer-Verlag, 1984)
- [Bittencourt95] J.A. Bittencourt, Fundamentals of Plasma Physics second edition (INPE-FAPESP, 1995)

Capítulo 3

Fontes de Plasma ECR

3.1 Desenvolvimento do reator ECR

O experimento (Fig. 3.1) pode ser dividido em quatro partes principais, neste capítulo descreveremos a construção do equipamento que, basicamente, é formado por uma fonte de plasma e uma cavidade de processamento. Projetamos sua montagem para um funcionamento prolongado, dependendo do tempo necessário para um determinado processo.

- Sistema de injeção de microondas
- Configuração de campo magnético ressonante
- Cavidade de reação e sistema de vácuo
- Sistema de fontes para polarização de RF

O laboratório dispõe também de outros equipamentos de apoio, instalados externamente: ventilação central, cilindros de gases utilizados na descarga e circuito fechado de refrigeração. Este último conta com um reservatório de 500 litros e um chiller. O sistema de bombeamento é feito com o auxílio de um motor com 3 HP de potência. São refrigeradas as componentes do sistema de injeção de microondas, as espiras de campo magnético, a bomba turbo-molecular e os trocadores de calor nos guias que ficam em contato com o plasma na cavidade de reação.

Todo o equipamento foi desenvolvido ao longo do projeto, e na medida do possível, melhoramos paulatinamente as instalações até o estágio apresentado neste trabalho. A cada um dos quatro itens principais citados acima será dada uma descrição atual, comentando sucintamente o caminho adotado no seu desenvolvimento. No final deste capítulo, na Fig. 3.9, apresentamos a fotografia do reator ECR.

Figura 3.1: Esquema do reator ECR

3.1.1 Sistema para injeção de microondas

O sinal de microondas é injetado na parte superior da cavidade de reação, ao longo das linhas de campo magnético ($\vec{k} \parallel \vec{B}$), por intermédio de um guia em forma

de cotovelo, que evita o contato direto entre o plasma e a janela de quartzo. Assim todo o plasma que escapa ao longo das linhas de força vai de encontro as paredes internas deste cotovelo, que é devidamente refrigerado.

A maior dificuldade no projeto de um sistema ECR de microondas é o acoplamento a uma carga não linear como um plasma, devido à mistura gasosa, taxa de fluxo, pressões variadas, etc [Gott94-Popov94]. Para o acoplamento eficiente sobre um largo intervalo de potência e pressão de operação, gerando plasmas ECR com diferentes características, temos de fazer uso de dispositivos externos para o casamento de impedâncias entre a carga e o oscilador, promovendo uma onda estacionária que aumente o acoplamento e diminua a reflexão neste intervalo

Considerações sobre o equipamento utilizado

A válvula magnetron 2.45 GHz Sanyo SM172J tem proteção feita por um relé a vácuo para 20 kV (atuador Jennings de 26.5 VDC) e circuito de alimentação composto por fonte contínua de alta voltagem com retificação de onda completa (Fig. 3.2), garantindo funcionamento contínuo à magnetron. Foi instalada a aproximadamente 1,5 m da região das espiras de campo magnético do reator; este é um cuidado que deve ser tomado para seu bom funcionamento. Este modelo é utilizado em fornos domésticos, permitindo um baixo custo e fácil disponibilidade no mercado nacional. No apêndice A, apresentamos um resumo sobre os princípios de funcionamento das magnetrons.

Potência de saída da magnetron	0,3 - 1,0 kW
Tensão de filamento	3,15 V
Corrente de filamento	13 A
Isolação do trafo de alimentação do filamento	10 kV
Tensão de pico no anodo	4,5 kV
Corrente no anodo	100-600 mA

A curva característica de operação de uma magnetron é semelhante a de um diodo, isto é, acima de uma dada tensão de corte a corrente sobe muito rapidamente. Por isso o circuito de alimentação faz uso de um limitador de corrente (resistor de

Figura 3.2: Circuito de alimentação da magnetron

potência de 1500 Ω); na intersecção da reta de carga com a curva característica temos o ponto de operação da magnetron.

Componentes da linha de alimentação (Fig. 3.3)

- Acoplador direcional, Gerling lab. mod. GL202, em conjunto com monitor de potência, para leitura de potência incidente e potência refletida. A potência acoplada à carga de plasma é dada pela expressão $P_{abs} = P_{inc} - P_{ref}$
- Sintonizador de acoplamento do sistema guia-cavidade. Esta sintonia é feita durante a descarga de forma a minimizar a potência refletida lida no monitor ligado ao acoplador direcional.
- Circulador de três portas, Gerling lab. mod. GL401A, e carga falsa, mod. GL402A. Estes componentes impedem que a magnetron sofra avarias por efeito da reflexão de microondas devido a falhas no acoplamento. Ambos refrigerados internamente pelo circuito de refrigeração.
- Janela em quartzo amorfo, responsável pela entrada de microondas na cavidade de reação, fazendo a separação entre os guias de onda na pressão atmosférica

e cavidade, em alto-vácuo. A janela é refrigerada por ventilação forçada. Seu desenho de execução está descrito no apêndice B.

Figura 3.3: Sistema de injeção de microondas

3.1.2 Configuração de campo magnético ressonante

Nas fontes de plasma ECR, a configuração do campo magnético determina tanto a posição quanto o formato da região ressonante e, portanto, as principais características da absorção de potência de microondas pelo plasma (Fig. 3.4.a-e). Em geral os arranjos são feitos com um par ou mais de espiras condutoras. A configuração poderá variar desde um campo completamente divergente (a), até a configuração de espelho magnético (c), passando pelo arranjo das bobinas de Helmholtz (b):

A configuração de campo divergente (a) oferece propriedades interessantes aos dispositivos de deposição que demandam bombardeamento iônico do substrato durante o processo de crescimento do filme depositado. Os íons criados na região ressonante são acelerados ao longo das linhas de campo magnético pelo campo elétrico ambipolar gerado na difusão eletrônica (campo contínuo E_{DC} que surge pela diferença de mobilidades entre íons e elétrons em meio a um fluxo contínuo de plasma).

Figura 3.4: Configurações fundamentais para reatores ECR

A intensidade de E_{DC} pode ser calculada em termos do potencial de plasma V_p [Wang92], com valores típicos entre 0,5 e 2 V/cm, para os parâmetros da descarga ECR. A energia dos íons acelerados pode atingir o intervalo 30-40 eV [Matsuo84]. Alguns reatores deste tipo, projetados para deposição em áreas extensas, instalam uma espira magnética adicional fora da região de ressonância (d); este campo colima a chegada do plasma à região de deposição uniformizando a descarga e reduzindo as perdas de partículas do plasma nas paredes do reator. Um dos primeiros dispositivos ECR a fazer uso da configuração de campo divergente foi projetado por Miller [Popov94] para aceleração de feixes iônicos. Nos anos 80-90 este dispositivo passou a ser utilizado para deposição de filmes dielétricos por PACVD [Matsuo83], e mais adiante para aplicações em **etching** [Jes87]. Ainda na intenção de realizar uma região de deposição espalhada e uniforme, outros reatores usam cavidades sintonizadas, em lugar de guias de onda, para fornecimento de microondas à descarga. Dentro da cavidade instalam uma campânula de quartzo, usando ímãs permanentes (terras raras), em vez de espiras condutoras, para gerar a região de ressonância, que neste caso forma uma superfície tridimensional dentro da campânula de quartzo (e) [Jes89].

O perfil de campo magnético gerado pela configuração tipo espelho (c) apresenta duas regiões de ressonância ECR, em geral um par concavo e convexo de planos, devido à não uniformidade radial do campo formado. Uma propriedade interessante desta configuração é a proteção da janela de entrada de microondas oferecida em configurações que utilizem uma razão $\frac{B_w}{B_{ECR}} \geq 1,6$, onde B_w é o campo na janela e B_{ECR} o campo de ressonância, afastando da janela tanto a zona ressonante quanto o plasma de alta densidade, diminuindo o bombardeamento iônico da janela [Stevens92].

Sua aplicação no aquecimento de plasmas teve origem em experimentos para fusão termonuclear, como o utilizado no TANDEM-MIT [Kesner83]. Alguns trabalhos na área de processamento por plasmas reportam, em alguns casos, absorção total do campo de microondas incidente. Tal absorção da potência de microondas foi associada com o aquecimento eletrônico em sucessivas passagens através da região de ressonância ECR entre os dois espelhos [Jaeger72-Seidl63]. Esta talvez seja a configuração mais explorada, em reatores para aplicações de plasma. No entanto, uma especial atenção deve ser dada à dinâmica eletrônica neste tipo de experimento.

O sistema de bobinas magnéticas instaladas em nosso reator dispõe de um conjunto de elevadores, confeccionados em aço-inox, para que possamos alterar a configuração de campo principal. Na Fig. 3.5 apresentamos os valores da componente longitudinal de campo magnético, ao longo do eixo central da cavidade ($r = 0$ e $0 < z < 40$ cm); medidos com o auxílio de um gaussímetro (sonda de efeito Hall), para seis configurações diferentes (distância entre as duas espiras magnéticas). Nesta figura estão indicadas as regiões de entrada de microondas e do porta-substrato. Os perfis mostrados na Fig. 3.5 foram obtidos para uma corrente de 210 A nas espiras mas, naturalmente, sua forma é independente da magnitude da corrente.

As duas bobinas que produzem o campo magnético foram projetadas neste trabalho (apêndice C) e construídas no Laboratório Nacional de Luz Síncroton. Cada bobina é formada por 5 espiras planas de 20 voltas, feita com um condutor tubular de seção quadrada, de forma a permitir refrigeração por circulação de água. Os raios interno e externo de cada conjunto de espiras são 31 e 51 cm, respectivamente, e sua resistência total é $86\text{ m}\Omega$, na temperatura ambiente. O campo máximo produzido pelo sistema das duas bobinas ligadas em série é obtido com uma separação de 5 cm entre elas (configuração de campo magnético divergente) e é dado por

$$B_{max}/I_{Bob} = 6,5 \times 10^{-4} \frac{T}{A}$$

Figura 3.5: Perfil magnético axial, $I_{Bob} = 210$ A e $B_{ECR} = 875$ G

Confinamento em espelhos magnéticos

O movimento circular de uma partícula carregada ao redor das linhas magnéticas gera o momento magnético definido pela corrente $I = -\frac{ev_c}{2\pi}$, produzida por cada partícula, que atravessa a área descrita pelo raio de Larmor, $\pi \rho_l^2$:

$$\mu_m = IA = \frac{ev_c}{2} \rho_l^2 = \frac{ev_{\perp}^2}{2\omega_c} = \frac{mv_{\perp}^2}{2B} = \frac{W_{\perp}}{B} \quad (3.1)$$

onde $W_{\perp}$ é a energia cinética perpendicular. Este momento magnético não é uma constante de movimento exata, uma vez que $W_{\perp}$ não é necessariamente constante; no entanto se integrado em um período de giro, isto é, $0 \leq t \leq \frac{2\pi}{\omega_c}$, então, para um campo magnético uniforme,

$$\bar{\mu} = \frac{\langle W_{\perp} \rangle}{B} \quad (3.2)$$

será uma constante de movimento. Em campos magnéticos que formem espelhos, a variação de B é acompanhada de uma variação em $v_{\perp}$ de forma que μ poderá ser

conservado (sem a presença de campos elétricos), gerando assim um confinamento imposto pelo vínculo entre o movimento da partícula, a conservação de μ e da energia cinética total. O movimento no campo magnético é ortogonal ao próprio campo, de forma que este não realiza trabalho, conservando a energia cinética total $W_{tot} = W_{\parallel} + W_{\perp} = W_0$. No espelho magnético, conforme ilustrado na Fig. 3.6, o campo magnético é mínimo entre as espiras, $l = l_1$, e máximo na região das espiras, $l = \pm l_0$. Se a energia total é conservada então pode-se escrever

$$W_{\parallel}(l) = W_0 - \mu B(l) \quad (3.3)$$

e conforme $B(l)$ aumenta, haverá um ponto, l_m , onde $\mu B(l_m) = W_0$, cessando o movimento paralelo, $W_{\parallel}(l_m) = 0 = v_{\parallel}$; este será o ponto de retorno devido a força $-\mu \nabla B$, isto é, dependendo do valor de W_0 e B_{max} , poderemos ter um ponto de reflexão. Por outro lado, se a partícula chegar ao ponto l_m com $v_{\parallel} \neq 0$, esta será sua velocidade de escape do espelho magnético.

Figura 3.6: Esquema de um espelho magnético

Para as partículas confinadas, a projeção de suas velocidades no ponto l_1 é $v_{\perp} = v \sin \theta$ e em l_m é $v_{\perp} = v$ sendo μ uma constante:

$$\mu = \frac{mv^2}{2B_{mim}} \sin^2 \theta = \frac{mv^2}{2B_{lm}} \quad (3.4)$$

onde

$$\sin \theta = \sqrt{\frac{B_{min}}{B_{tm}}} = R^{-1/2} \quad (3.5)$$

Este ângulo θ determina o cone de escape, Fig. 3.7. O fator R é a razão de espelho (em nosso arranjo este fator pode assumir valores no intervalo $1, 0 \leq R \leq 1, 3$). No espaço de velocidades determinamos, em função deste ângulo, as partículas confinadas e as que escaparão da região de confinamento. Neste estudo ainda não consideramos colisões e campos elétricos no espelho magnético. Desprezando as colisões, consideremos o movimento eletrônico em um campo ECR sobre a posição l_1 . Existe uma população de elétrons que são perifericamente desviados pelo campo da região de escape para a região de confinamento por estarem na borda do cone; isto é, um pequeno aumento de $v_{\perp}$ ($\Delta v_{\perp} \ll v_{\parallel}$) irá confiná-los.

Figura 3.7: Rotas de confinamento e escape no espaço de velocidades

Suponhamos que uma coleção de elétrons apenas com energia térmica, $W_{th} = W_{th\parallel} + W_{th\perp}$, entre na região ECR; uma determinada razão mínima $\frac{v_{\parallel}}{v_{\perp}}$ garante que estes saiam pelo cone de escape. Contudo, ao passar pela região ECR, os elétrons ganham um acréscimo em seu momento $\Delta\mu_{\perp} = \frac{\Delta W_{\perp ECR}}{B_{ECR}}$. A nova forma para a energia perpendicular será $W_{\perp} = \Delta W_{\perp ECR} + W_{th\perp}$ e a energia total $W_{tot} = W_{\perp} + W_{th\parallel}$. Ao sair da região ECR, esta coleção de elétrons passará à região de campo magnético crescente (fora da absorção de $\vec{E}_{mw}$) de forma que $\mu = \frac{W_{\perp}}{B}$ é novamente

uma constante de movimento. Portanto a energia cinética perpendicular crescerá com o campo magnético e, para manter W_{tot} constante, consequentemente $W_{th||}$ decrescerá ($v_{||} \rightarrow 0$). Como resultado teremos uma família de elétrons previamente prevista no cone de escape que serão confinados pelo ECR. Um espelho magnético que contenha uma região ECR será mais eficiente no confinamento transformando o cone de escape numa região hiperbólica de escape (Fig. 3.7) [Geller96].

3.1.3 Caverna de reação e sistema de vácuo

A caverna de reação é feita com um cilindro de PYREX (altura: 42 cm, diâmetro: 25 cm), externamente revestido por uma chapa, feita em cobre, com superfície reticulada que permite a visualização de toda a extensão do plasma formado, sem que haja vazamentos de microondas.

Na parte superior do PYREX localizamos as flanges que conectam os guias de onda à caverna de vácuo. Tomamos o cuidado de confeccioná-las com isoladores tipo CF para alto vácuo (anéis metálicos de cobre ou alumínio), uma vez que mesmo anéis em VITON não suportariam sucessivas descargas sob a ação térmica, estancando o vácuo necessário. Porém em peças como a janela de quartzo, para entrada de microondas, tivemos que optar pelo isolamento de vácuo por meio de anéis de VITON, dos dois lados do cristal, e neste caso utilizamos ventilação forçada sobre a peça.

Na parte inferior do PYREX situa-se o porta-substrato com sua unidade de aquecimento. O porta-substrato é feito em Tântalo (três polegadas de diâmetro) com paredes laterais em aço inox-316L (Fig. 3.8). Durante a descarga polarizamos esta região com um sinal auxiliar de RF (não mais que 300 Watts) e seu isolamento elétrico é feito por um passador cerâmico BALZERS de flange rotativa. A unidade de aquecimento comporta em seu interior um filamento espiral de Tungstênio (0.8mm) que pode dissipar até 350 Watts para aquecer o substrato durante a operação do reator. Este filamento é alimentado por dois passadores de corrente (feedthroughs), soldados na base da unidade de aquecimento. Toda esta peça (Fig. 3.8) possui isoladores de alto vácuo tipo CF-40, devido a temperatura à que é exposta durante o processo. A fonte de corrente AC, que alimenta o filamento, é protegida por filtros tipo "π" da ação do sinal de RF induzido no filamento durante a descarga. O

conjunto: porta-substrato, unidade de aquecimento e isoladores é dotado de posicionamento móvel para que possamos alterar a altura em que colocamos o filme a ser tratado. Este arranjo permite um deslocamento de até 15 cm dentro da cavidade de reação; para tanto, o tubo conectado à base flange BALZERS dispõe de um sistema duplo de anéis dinâmicos que isolam o vácuo ao longo do curso.

Figura 3.8: Esquema dos detalhes da cavidade de reação

A cavidade de reação não é completamente fechada, possuindo duas aberturas: no topo, para a entrada do feixe de microondas; e na sua base, para dar passagem do porta-substrato a uma pré-câmara, onde fazemos a troca do substrato processado, através de uma flange lateral. Pelo outro lado a cavidade dá continuidade ao sistema de vácuo (Fig. 3.8). Na Fig. 3.10 é mostrada uma fotografia da montagem da cavidade de reação e pré-câmara.

Algumas experiências são reportadas usando cavidades com dimensões de ressonadores, por exemplo, para o modo TE_{113} de microondas [Matsuo83]. Estes autores

acreditam que uma cavidade ressonante é necessária proporcionando um alto nível da absorção da potência de microondas pelo plasma magnetizado; reportam também a capacidade de ruptura do gás com potência de microondas inferiores a 10 Watts sem campo magnético.

Nossa experiência nos leva a crer que tal cavidade seria interessante por evitar grandes quantidades de reflexão nos instantes em que formamos o plasma inicial e quando ocorrem distúrbios, por exemplo, com a injeção de gás. No entanto, durante o acompanhamento da experiência, a estabilidade observada na descarga, somada a pequenas quantidades de potência refletida durante a operação do plasma em meio ao campo magnético, nos levou a descartar a operação em cavidades ressonantes, bastando que existam regiões de ressonância ECR ao longo do plasma, para que tenhamos uma boa absorção da potência injetada. Durante a descarga monitoramos a potência refletida com o auxílio do sensor no acoplador direcional, além de usarmos um detetor de vazamento de microondas, externamente à cavidade.

O sistema de vácuo foi uma das primeiras preocupações no desenvolvimento do reator. Inicialmente operávamos com o auxílio de uma bomba difusora Veeco ligada à uma armadilha fria Balzers, carregada com nitrogênio líquido. Sua operação era lenta, mas eficiente; conseguíamos chegar a pressões em torno de $10^{-4} - 10^{-5}$ mTorr. Procedemos nossa primeira descarga ECR com este arranjo. O plasma era estável, porém tínhamos sempre a preocupação com a carga de nitrogênio líquido, pois carecia de reabastecimento durante o processo. Este sistema nos serviu para adiantar a instalação do reator, mas sabíamos que na operação em que incluíssemos substâncias contendo boro à atmosfera da descarga, estas iriam reagir com o óleo da difusora, prejudicando o seu funcionamento. Com o apoio do Laboratório do Tokamak TCABR, conseguimos um sistema de bomba turbo, por empréstimo, para concluirmos este projeto.

A partir deste empréstimo, o sistema passou a alcançar pressões de 10^{-6} mTorr rapidamente. No procedimento anterior à descarga, executamos uma purga com nitrogênio [N_2] entre as pressões de 10^{-2} mTorr até 10^{-7} mTorr. Só então preenchemos a cavidade com a atmosfera de operação.

Descrição atual do sistema de vácuo:

- Bomba turbo TurboVAC-450 e controladora Turbotronik-NT450 Leybold-Heraeus, conectada à pré-câmara por intermédio de fole em aço, que protege a bomba turbo de vibrações .
- Bomba mecânica EDWARDS (EM18) com filtro de alumina, conectado ao sistema por válvulas Veeco .
- Válvula tipo borboleta, instalada entre a pré-câmara e a bomba turbo, serve ao isolamento do alto vácuo no início da operação.
- Painel de controle da injeção de gás. Instalado com tubulação em aço inox e conectores tipo Swagelok. Este sistema fornece gás argônio [Ar], hidrogênio [H_2] e nitrogênio [N_2], com entrada na base da cavidade de reação, e é controlado por válvula agulha EDWARDS em aço-inox e fluxômetro DWYER em policarbonato que possui escala de intervalo para operação entre 5-50 sccm. Na entrada do painel instalamos válvulas de operação rápida, tipo diafragma, Speedivalve da EDWARDS (corpo usinado em alumínio).
- Sensor Pyrani da SENSUM, para pré-vácuo, instalado na base da pré-câmara. Medidor de ionização de catodo quente, tipo BAYARD-ALPERT, para alto vácuo, instalado acima da entrada da bomba turbo. Tanto a turbo quanto o sensor de alto vácuo devem estar fora de regiões com campo magnético intenso.

3.1.4 Sistema de fontes para polarização de RF

Fonte para polarização do substrato

O plasma formado por técnicas de microondas tem demonstrado ser uma forma eficiente de produzir plasmas com alta taxa de ionização, contribuindo para formação de precursores da deposição. Operam em baixas pressões (menores que 10^{-2} Torr), além de baixo potencial de plasma, propriedades responsáveis pelo controle de contaminação na superfície tratada [Fujita92].

A exemplo dos triodos de RF, optamos pela instalação de uma fonte auxiliar que possibilitasse modificar a polarização do substrato, alterando a energia cinética com a qual os íons incidem sobre sua superfície, de forma a não comprometer a estabilidade dos parâmetros de plasma no restante da descarga ECR. Este arranjo com a fonte RF permite que os íons migrem contínua e colimadamente para a região do filme em crescimento, sem a presença de uma corrente elétrica líquida, devido ao fenômeno de auto-polarização (polarização dinâmica de RF- apêndice B). Para esta finalidade, em nosso experimento, utilizamos uma fonte RF que fornece uma potência máxima de 300 Watts. Ela está conectada ao porta-substrato (Fig. 3.8), podendo depositar uma densidade de potência em torno de $6,6 \text{ Watts/cm}^2$ sobre a superfície de Tântalo do porta-substrato em contato com o plasma. Sua instalação conta com dois módulos, um é o gerador de potência e outro de acoplamento. O casador de impedâncias utiliza um circuito tipo "L", fornecendo potência a cargas com impedância no intervalo real de 3-45 Ohm, modelo RF-300 fabricada pela Tokio Hy-Power.

Fonte para corrosão de amostras

Outro ponto de interesse em nosso projeto inicial foi o de não fazer uso de gases tóxicos para incluirmos boro à descarga. Muitos trabalhos sobre deposição de c-BN reportam a utilização do gás diborana, B_2H_6 [Ye00]. Tóxico e explosivo, este gás requer uma instalação especial.

Alguns trabalhos relatam descargas com fontes de boro, de menor risco, para boronização das paredes de Tokamaks [ITER91]. Entre estas fontes encontramos a o-carborana, $C_2B_{10}H_{12}$, e a decaborana, $B_{10}H_{14}$. Ambas são disponíveis em forma de sal, podendo ser sublimados com a ajuda de dispositivos semelhantes a fornos dentro da cavidade de operação [Brouch95]. Existe também a possibilidade de promover corrosão em amostras sólidas por intermédio de níveis de polarização DC ou RF mais altos, $V_{DC,RF} > 1 \text{ kV}$. Uma vez que os sinais de tensão DC geram perturbações muito intensas na descarga, devido à corrente elétrica líquida, a melhor opção nos pareceu ser o uso de polarização RF para corrosão das amostras sólidas. Fizemos testes com dois tipos de amostras: o carbeto de boro sinterizado, B_4C , e o boro puro (Fluka Lab.) eletrolítico, B. Executamos o processo de corrosão utilizando uma fonte de RF que pode gerar até 2 kW de potência. A amostra de boro foi posicionada na

periféria do plasma, dentro da cavidade de reação, sendo sustentada por uma haste (eletrodo) de cobre revestido por um tubo de cerâmica, alumina (Fig. 3.1). Esta haste é soldada a um passador de corrente (feedthrough) localizado na borda da flange superior da cavidade, onde temos a entrada de microondas. Desta forma o sinal de RF é conduzido à amostra de boro sem que o eletrodo de condução seja atacado pelo plasma. Na Fig. 3.11 mostramos uma fotografia do porta-substrato nos testes da unidade de aquecimento, acima do porta-substrato podemos observar uma amostra de carvão de boro para corrosão.

3.2 Regime operacional

Realizamos descargas em um plasma gerado por ressonância eletrom-ciclotrônica de forma cilíndrica, 40 cm de altura e aproximadamente 3 polegadas de diâmetro. A potência de microondas é acoplada ao plasma por um mecanismo de excitação ECR existente em uma ou duas regiões de campo magnético ressonante, ao longo da coluna de plasma. A localização das regiões ressonantes depende da disposição das espiras condutoras (seção 3.1.2). A descarga é operada em gás Argônio (Ar) ou Nitrogênio (N_2) no intervalo de pressões entre 5×10^{-4} mbar a 2×10^{-5} mbar e fluxos de 80 a 10 sccm respectivamente. A potência injetada de microondas pode variar de 100 W a 1 kW, acoplada eficientemente, isto é, $P_{ref} < 100$ W. Tal acoplamento é influenciado pelo sistema de injeção de microondas, com o auxílio de dispositivos que minimizam a reflexão, descritos na seção 3.1.1. No entanto, este comportamento se deve também à boa absorção de microondas por parte do plasma, operando em baixas pressões. Nota-se um aumento na reflexão de potência em regimes de operação nas pressões mais altas, 5×10^{-4} mbar, não ultrapassando o limite de 200 W, enquanto injetamos 1kW.

Para iniciarmos a descarga devemos executar uma determinada sequência de procedimentos:

- Baixar a pressão de toda a cavidade para o regime de alto vácuo, pressões menores que 10^{-5} mbar.
- Preenchimento da cavidade com gás de base (Ar ou N_2), numa pressão operacional entre 5×10^{-4} mbar e 2×10^{-5} mbar, observando a estabilidade desta.

- Acionar a fonte de corrente das espiras condutoras, gerando um campo magnético com perfil previamente determinado.
- Aumentar, lentamente, a tensão DC na fonte de polarização da magnetron, neste procedimento deverá ocorrer a disruptura do gás na cavidade de reação.
- A partir da disruptura, podemos fazer alguns ajustes destes parâmetros, minimizando a potência refletida.

Durante o procedimento de disruptura, monitoramos a estabilidade da pressão de operação, o valor da corrente no anodo da magnetron, a potência injetada e refletida e, simultaneamente, acompanhamos possíveis vazamentos de microondas externamente ao experimento por intermédio de um detetor de microondas calibrado para 2450 MHz, de fabricação da **HOLADAY** modelo 1501. Usualmente seu indicador não ultrapassa o intervalo $0,2 - 0,6 \text{ mW/cm}^2$ (valores próximos ao fundo da escala).

Em sequência, iniciamos a polarização RF do porta-substrato. A presença do plasma ECR facilita em muito o acoplamento do sinal de RF. A fonte para polarização possui uma unidade de acoplamento (**matching box**), que indica a potência refletida de RF e oferece ajustes de acoplamento. Podemos operar no intervalo oferecido de potência entre 10 W e 300 W de RF; a reflexão é inferior a 5%. Só então acionamos a fonte de RF para corrosão das amostras. Na Fig. 3.13 apresentamos uma fotografia da descarga em uma mistura de nitrogênio (80%) e argônio (20%) e na Fig. 3.14 uma fotografia da fonte de RF para corrosão.

Figura 3.9: Fotografia do reator ECR, construído no LFP.

Nesta fotografia podemos identificar o sistema de injeção de micro-ondas, as espiras geradoras do campo magnético ressonante e a parte inferior do sistema de vácuo sob a bancada.

Figura 3.10: Fotografia da cavidade de reação.

Fotografia da cavidade de reação no momento de montagem, o pyrex possui 42 cm de altura por 25 cm de diâmetro, o conjunto na fotografia possui 1,10 m de altura.

Figura 3.11: Fotografia do teste da unidade de aquecimento.

Unidade de aquecimento durante teste do filamento em vácuo, na parte superior podemos identificar uma amostra de carbeto de boro, B_4C , utilizado com fonte de boro. Posteriormente trocamos o suporte do filamento por uma peça maior, para promover a uniformidade do aquecimento em toda a amostra.

Figura 3.12: Fotografia do teste da unidade de aquecimento, com novo suporte para o filamento.

Figura 3.13: Fotografia do porta substrato, pronto para operação.

Figura 3.14: Fotografia da cavidade de reação durante uma descarga operada em atmosfera composta de 80% de nitrogênio e 20% de argônio.

Figura 3.15: Fonte RF para corrosão de amostras de boro, lado esquerdo da fotografia.

3.3 Referências

- [Gott94] M.A. Lieberman e R.A. Gottscho, Design of High-Density Plasma Sources for Materials Processing, em Physics of Thin Films, vol. 18, editado por M.H. Francombe e J.L. Vossen (Academic Press, 1994)
- [Popov94] Oleg A. Popov, Electron Cyclotron Resonance Plasma Sources and Their Use in Plasma-Assisted Chemical Vapour Deposition of Thin Films, em Physics of Thin Films, vol. 18, editado por M.H. Francombe e J.L. Vossen (Academic Press, 1994)
- [Wang92] Y. Wang e M.J. Kushner, J. Appl. Phys. 72, 33(1992)
- [Matsuo84] S. Matsuo, T. Ono e C. Takahashi, Jpn. J. Appl. Phys. 23, L534(1984)
- [Matsuo83] S. Matsuo e M. Kiuchi, Jpn. J. Appl. Phys. 22, L210(1983)
- [Jes87] Jes Asmussen e M. Dahimene, J. Vac. Sci. Technol. B5, 328(1987)
- [Jes89] Jes Asmussen, J. Vac. Sci. Technol. A7, 883(1989)
- [Stevens92] J.E. Stevens, Y.C. Huang, R.L. Jareck e J.L. Cecchi, J. Vac. Sci. Technol. A10, 1270(1992)
- [Kesner83] J. Kesner, M.J. Gerver, B.G. Lane e B.D. McVey, Introduction to Tandem Mirror Physics, Plasma Fusion Center, M.I.T.(1983)
- [Jaeger72] F. Jaeger, A.J. Lichtenberg e M.A. Lieberman, Plasma Phys. 14, 1073(1972)
- [Seidl63] M. Seidl, Plasma Phys. 6, 597(1963)
- [Geller96] R. Geller, Ion Sources and ECR Plasmas, p115-131 (Institute of Physics Publishing, 1996)
- [Fujita92] H. Fujita, Y. Okuno e S. Yagura, Report on Control Reactive Plasmas, p511, editado por R. Itatani (Kioto University, 1992)
- [Ye00] M. Ye e M.P. Delplancke-Ogletree, Diamond Relat. Mater. 9, 1336(2000)
- [ITER91] ITER Conceptual Design Report, ITER Document Ser. no. 18, International Atomic Energy Agency, Vienna, 1991
- [Brouch95] D.A. Brouchous, D.A. Diebold e M.L. Doczy, Rev. Sci. Instrum. 52, 333(1995)

Capítulo 4

Medidas de Densidade e Temperatura

4.1 Sondas de Langmuir

O método de diagnósticos por sondas de Langmuir é um dos mais importantes e o mais original na área de física de plasmas, uma vez que foi o próprio Langmuir quem escolheu o nome para este estado da matéria [Brown78]. Esta técnica determina a temperatura eletrônica, densidade de íons, densidade de elétrons e especialmente a influência de campos magnéticos. No procedimento experimental são coletadas correntes de íons e elétrons por meio de um filamento com polarização própria. Tais correntes em função do potencial aplicado dão origem às curvas características da sonda (Fig. 4.1).

Do lado positivo da polarização, região A, são colhidos elétrons atraídos pelo potencial da sonda superior ao potencial de plasma, V_p . Quando a polarização da sonda estiver exatamente sobre o potencial de plasma, nenhum campo elétrico estará atuando sobre os íons e elétrons colhidos pela sonda. Como os elétrons possuem mobilidade e velocidade térmica muito maiores do que as dos íons, eles irão contribuir muito mais para a corrente coletada.

Conforme o potencial da sonda, V_s , torna-se menor que o potencial de plasma, os elétrons começam a ser repelidos e os íons atraídos; esta é a região B de campo inverso da característica. Desde que o fluxo dos íons aumente progressivamente,

Figura 4.1: Curva característica das sondas de Langmuir

observaremos um ponto na escala de V_s apresentando equilíbrio entre os fluxos de elétrons e íons, isto é, a corrente líquida que passa pela sonda é zero. Neste ponto a polarização da sonda é negativa o bastante para repelir os elétrons, coletando apenas aqueles que compensem a corrente de íons; este é o potencial flutuante, V_f . Um eletrodo que esteja isolado eletricamente, quando colocado em contato com um plasma, irá assumir este valor de potencial.

A corrente de saturação iônica, região C, é expressivamente menor que a dos elétrons, uma vez que os íons são muito mais massivos e frios que os elétrons, possuindo portanto uma mobilidade muito menor; daí a dificuldade de determinarmos a temperatura iônica por meio de sondas eletrostáticas. De uma forma geral, ao determinarmos a curva na região B, obtemos a temperatura dos elétrons e ao medirmos as duas correntes de saturação, regiões A e C, com o auxílio de T_e , determinamos então a densidade do plasma.

A partir de uma polarização sobre o filamento da sonda, coletamos uma corrente que é dada pela soma:

$$I = A \sum_{\alpha} n_{\alpha} q_{\alpha} v_{\alpha} \quad (4.1)$$

sendo A a área do filamento imerso no plasma e $\vec{v}_{\alpha}$ a velocidade média da espécie α . Mesmo em baixas pressões, com poucas colisões, espera-se um equilíbrio na distribuição de velocidades das espécies em torno da velocidade média

$$\bar{v}_\alpha = \frac{1}{n_\alpha} \int v_\alpha f_\alpha(\vec{v}_\alpha) dv_\alpha \quad (4.2)$$

Uma vez em equilíbrio, $f_\alpha(\vec{v}_\alpha)$ será dada por uma Maxwelliana:

$$f_\alpha(\vec{v}_\alpha) = n_\alpha \left(\frac{2\pi K_b T_\alpha}{m_\alpha} \right)^{-3/2} \exp \left\{ \frac{-m_\alpha |\vec{v}|^2}{2K_b T_\alpha} \right\} \quad (4.3)$$

Para exemplificar sua aplicação, consideremos uma sonda que só colete partículas com alguma componente v_x de velocidade; um disco no plano $y \times z$ seria o caso. Neste caso a corrente na sonda não depende de v_y e v_z e sofre a influência do potencial $V \equiv V_{sonda} - V_{plasma}$. Mesmo na distribuição v_x , apenas as partículas com $v_{xmin} \geq \left(\frac{2eV}{m_\alpha} \right)^{1/2}$ serão coletadas de forma que a integral em 4.2 assume a forma:

$$\begin{aligned} I(v) &= nqA \int_{-\infty}^{\infty} dv_y \left(\frac{2\pi K_b T_\alpha}{m_\alpha} \right)^{-1/2} \exp \left\{ \frac{-m_\alpha v_y^2}{2K_b T_\alpha} \right\} \cdot \\ &\quad \int_{-\infty}^{\infty} dv_z \left(\frac{2\pi K_b T_\alpha}{m_\alpha} \right)^{-1/2} \exp \left\{ \frac{-m_\alpha v_z^2}{2K_b T_\alpha} \right\} \cdot \\ &\quad \int_{v_{xmin}}^{\infty} v_x dv_x \left(\frac{2\pi K_b T_\alpha}{m_\alpha} \right)^{-1/2} \exp \left\{ \frac{-m_\alpha v_x^2}{2K_b T_\alpha} \right\} \end{aligned} \quad (4.4)$$

A integral sobre v_y e v_z reduz-se à unidade. Na região A da curva característica determina-se a corrente de saturação eletrônica; como já mencionado, o potencial da sonda é maior que o potencial de plasma, de forma que todos os elétrons com v_x na direção da sonda ($v_x > 0$) serão coletados,

$$I_{Se} = -neA \int_0^{\infty} v_x dv_x \left(\frac{2\pi K_b T_e}{m_e} \right)^{-1/2} \exp \left\{ \frac{-m_e v_x^2}{2K_b T_e} \right\} \quad (4.5)$$

$$I_{Se} = -neA \left(\frac{K_b T_e}{2\pi m_e} \right)^{1/2} \quad (4.6)$$

Nas regiões B e C o potencial sonda é menor que o potencial de plasma, e nem todos os elétrons serão coletados, fornecendo uma corrente total dada por:

$$I(v) = I_{Si} - neA \int_{v_{xmin}}^{\infty} v_x dv_x \left(\frac{2\pi K_b T_e}{m_e} \right)^{-1/2} \exp \left\{ \frac{-m_e v_x^2}{2K_b T_e} \right\} \quad (4.7)$$

onde $\frac{1}{2}m_e v_{zmin}^2 = -eV$, seleciona os elétrons a serem coletados,

$$I(V) = I_{Si} - neA \left(\frac{K_b T_e}{2\pi m_e} \right)^{1/2} \exp\left\{ \frac{eV}{K_b T_e} \right\} \quad (4.8)$$

Desde que a distribuição de velocidades eletrônicas seja uma Maxwelliana, a corrente, praticamente eletrônica na região B, crescerá exponencialmente conforme $V \rightarrow 0$, isto é, $V_{sonda} \rightarrow V_{plasma}$. Mesmo nesta região de rampa da corrente eletrônica podemos supor $I_{Si} \ll I(V)$.

$$I(V) \cong I_{Se} \exp\left\{ \frac{eV}{K_b T_e} \right\} \quad (4.9)$$

$$\ln\left(\frac{I(V)}{I_{Se}}\right) = \frac{eV}{K_b T_e} \rightarrow \frac{d \ln |I|}{dV} = \frac{e}{K_b T_e} \quad (4.10)$$

Ao diferenciarmos este logarítimo e determinarmos a inclinação da reta formada na região $V_s < V_p$, obtemos a temperatura eletrônica. Na região C determinamos a corrente de saturação iônica. Para que seja coletada uma corrente só de íons, o potencial V_{sonda} deve ser negativo e da ordem de $\frac{K_b T_e}{e}$, oferecendo uma barreira repulsiva para os elétrons e dando origem à uma região fina em torno da sonda onde a densidade de íons é ligeiramente maior que a densidade de elétrons. O critério de Bohm [Chapman80] para formação de bainhas determina que íons chegando à pré-bainha serão acelerados em direção à sonda com a velocidade ion-acústica $v_b = \sqrt{\frac{K_b T_e}{M_i}}$ e portanto

$$I_{Si} = neA \sqrt{\frac{2K_b T_e}{M_i}} \quad (4.11)$$

Ao passar pelo potencial flutuante, esta corrente será equilibrada pela corrente eletrônica apresentada na Eq. 4.8, anulando a corrente total e determinando uma expressão para V_f :

$$0 = neA \sqrt{\frac{2K_b T_e}{M_i}} - neA \left(\frac{K_b T_e}{2\pi m_e} \right)^{1/2} \exp\left\{ \frac{eV_f}{K_b T_e} \right\} \quad (4.12)$$

$$V_f = \frac{-K_b T_e}{e} \ln\left(\frac{M_i}{4\pi m_e}\right)^{1/2} \quad (4.13)$$

4.2 Difusão através de campos magnéticos

O comportamento das sondas difere significativamente entre as situações em que a presença de campos magnéticos e colisões é considerada ou descartada. O efeito das colisões é geralmente de reduzir a corrente que passa pela sonda, uma vez que as cargas terão que difundir até a sonda na presença de colisões. Na presença de campos magnéticos, seja para melhorar o confinamento do plasma ou que sirva a um processo ressonante de interesse, seu principal efeito será sobre as trajetórias das partículas carregadas, forçando-as à girar ao redor das linhas de campo magnético como guias centralizadoras descrevendo órbitas de raio $\rho_l = \frac{v}{\omega_c}$ (raio de Larmor). Assim que ocorre uma colisão, os elétrons trocam de guias com centros distantes em média de um ρ_{le} . Tal processo será aleatório (natural das colisões) de forma que seu livre caminho médio, λ_e , será mantido ao longo das linhas de campo, porém ortogonalmente irá assumir outro valor $\rho_{le} \ll \lambda_e$ como veremos a seguir.

Para campos magnéticos intermediários, 0,5–1 kG, o raio de Larmor dos elétrons será drasticamente alterado em relação ao raio dos íons, devido à diferença de massas. Assim a corrente de saturação de íons, I_{Si} , permanece inalterada enquanto que I_{Se} será reduzida. No entanto, a região B (Fig. 4.1) da curva característica é governada por correntes eletrônicas baixas, mantendo sua rampa de crescimento praticamente a mesma, de forma que sua curva logarítmica $\ln I_{Se} \times V_{sonda}$ ainda é válida para determinarmos T_e [Bohm49]. Neste regime de operação das sondas, a bainha ao redor do filamento ainda é delgada; porém a pré-bainha sofre uma extensão na direção paralela ao campo magnético (Fig. 4.2); quando o potencial V_s é negativo o bastante para repelir os elétrons, o fluxo de íons que entram na bainha é acrescido pelo fluxo que difundiu através das linhas de campo passando pela extensão da pré-bainha [Wharton65].

Neste caso de interesse temos uma fonte perpendicular de íons. Supõem-se que esta possa ser descrita pelo coeficiente de difusão $D_{\perp}$ e seu fluxo transverso é dado por $D_{\perp} \nabla_{\perp} n$. Uma expressão para $D_{\perp}$ pode ser determinada a partir da componente ortogonal ao campo magnético da equação de momento (Eq. 2.9) para o caso de um plasma estacionário em meio a um gradiente de pressão:

$$0 = qn(\vec{E} + \vec{v}_{\perp} \times \vec{B}_0) - KT \nabla n - mn\nu_m \vec{v}_{\perp} \quad (4.14)$$

Figura 4.2: Efeito do campo magnético sobre a bainha

suas componentes são:

$$m\nu_m v_x = qn(E_x + v_y B_0) - KT \frac{\partial n}{\partial x} \quad (4.15)$$

$$m\nu_m v_y = qn(E_y - v_x B_0) - KT \frac{\partial n}{\partial y} \quad (4.16)$$

Em termos dos coeficientes de mobilidade e difusão dados respectivamente por

$$\mu = \frac{|q|}{m\nu_m} \quad e \quad D = \frac{KT}{m\nu_m} \quad (4.17)$$

temos

$$v_x = |\mu| E_x - \frac{D}{n} \frac{\partial n}{\partial x} + \frac{w_c}{\nu_m} v_y \quad (4.18)$$

$$v_y = |\mu| E_y - \frac{D}{n} \frac{\partial n}{\partial y} - \frac{w_c}{\nu_m} v_x \quad (4.19)$$

Procedendo a solução só para a coordenada x e explicitando as expressões de mobilidade e difusão na direção ortogonal ao campo, temos

$$v_x = |\mu| E_x - \frac{D}{n} \frac{\partial n}{\partial x} + \frac{w_c}{\nu_m} (|\mu| E_y - \frac{D}{n} \frac{\partial n}{\partial y} - \frac{w_c}{\nu_m} v_x) \quad (4.20)$$

$$(1 + \frac{w_c^2}{\nu_m^2}) v_x = |\mu| E_x - \frac{D}{n} \frac{\partial n}{\partial x} + \frac{w_c^2}{\nu_m^2} \frac{E_y}{B_0} - \frac{w_c^2}{\nu_m^2} \frac{KT}{q B_0} \frac{1}{n} \frac{\partial n}{\partial y} \quad (4.21)$$

$$|\mu_{\perp}| = \frac{|\mu|}{1 + \frac{w_c^2}{v_m^2}} \quad e \quad D_{\perp} = \frac{D}{1 + \frac{w_c^2}{v_m^2}} \quad (4.22)$$

$$v_x = |\mu_{\perp}| E_x - \frac{D_{\perp}}{n} \frac{\partial n}{\partial x} + \frac{1}{1 + \frac{v_m^2}{w_c^2}} \left(\frac{\vec{E} \times \vec{B}_0}{B_0^2} \right)_x - \frac{1}{1 + \frac{v_m^2}{w_c^2}} \frac{KT}{qn} \left(\frac{\nabla n \times \vec{B}_0}{B_0^2} \right)_x \quad (4.23)$$

onde estão presentes os termos de deriva $\vec{E} \times \vec{B}_0$, $\vec{U}_E$, e deriva diamagnética, $\vec{U}_{Dia}$; resultando

$$\vec{v}_{\perp} = |\mu_{\perp}| \vec{E} - \frac{D_{\perp}}{n} \nabla n + \frac{\vec{U}_E + \vec{U}_{Dia}}{1 + \frac{v_m^2}{w_c^2}} \quad (4.24)$$

Como podemos perceber, tais derivas são atenuadas pelo termo colisional, enquanto que os termos perpendiculares de mobilidade e difusão existem somente na presença de colisões, além de serem atenuados pelo campo magnético. Por exemplo, para a intensidade de campo magnético citada e em regime de baixas pressões a aproximação $\frac{w_c}{v_m} \gg 1$ é válida, neste limite obtém-se

$$D_{\perp} \sim \frac{KT\nu_m}{mw_c^2} \quad \mu_{\perp} \sim \frac{|q|\nu_m}{mw_c^2} \quad (4.25)$$

Comparando os termos de difusão na ausência de campos magnéticos e difusão perpendicular e usando as definições de velocidade média $\bar{v} = \sqrt{\frac{8KT}{\pi m}}$, livre caminho médio $\lambda = \bar{v}/\nu_m$ e raio de Larmor $\rho_l = \frac{\bar{v}}{w_c}$

$$D = \frac{KT}{m\nu_m} = \frac{\pi\nu_m}{8} \lambda^2 \quad (4.26)$$

$$D_{\perp} \sim \frac{KT\nu_m}{mw_c^2} = \frac{KT\nu_m}{m\bar{v}^2} \rho_l^2 = \frac{\pi\nu_m}{8} \rho_l^2 \quad (4.27)$$

Observamos que o raio de Larmor ocupou o lugar do livre caminho médio, implicando em sucessivas trocas de guias magnéticas conforme colisões ocorram na difusão ortogonal. Em nossas condições de configuração do campo magnético, a difusão ao longo das linhas de campo é dada pela equação 4.26, enquanto que a difusão através das mesmas é dada pela equação 4.27.

Para fazermos uma estimativa do efeito do campo magnético sobre os parâmetros de plasma, podemos utilizar valores típicos do nosso experimento (tabela na próxima página) nas equações acima. Supondo uma descarga em argônio em que a temperatura do gás seja a temperatura ambiente ($T_{Ar} \sim 300^{\circ}K$) e pressão de operação igual a 4×10^{-4} mBar, podemos calcular o livre caminho médio dos elétrons,

$$\lambda_e = \frac{1}{\sigma N_0} = \frac{k_B T_{Ar}}{\pi r_{Ar}^2 p_{Ar}} = 1,3 \text{ m} \quad \rho_{ce} = \frac{v_{Te}}{w_{ce}} = \frac{2,38 \sqrt{T_e}}{B_0} = 0,17 \text{ mm} \quad (4.28)$$

onde $r_{Ar} = 1,54 \times 10^{-10}$ m, é o raio atômico do argônio.

Parâmetros do plasma ECR

Frequência de microondas	2,45 GHz
Pressão na descarga em Argônio	$4 \times 10^{-4} - 8 \times 10^{-6}$ mBar
Campo magnético	500-1000 G
Densidade de plasma	$10^{11} - 10^{13} \text{ cm}^{-3}$
Temperatura eletrônica	8 - 16 eV
Escala de tempo-segundos	
Oscilação do plasma eletrônico (w_{pe}^{-1})	$0,6 - 6 \times 10^{-11}$
Frequência de colisão eletrônica (ν_{ce}^{-1})	10^{-7}
Oscilação do plasma iônico (w_{pi}^{-1})	$1,5 - 15 \times 10^{-9}$
Frequência de colisão iônica (ν_{ci}^{-1})	10^{-5}
Escala espacial-milímetros	
Comprimento de Debye (λ_D)	0,01 - 0,2
Raio ciclotrônico eletrônico (ρ_{ce})	0,05 - 2,0
Raio ciclotrônico iônico (ρ_{ci})	0,1 - 20
Livre caminho médio eletrônico (λ_e)	100 - 1000
Altura da câmara (L)	400

No cálculo do raio ciclotrônico dos elétrons supomos uma temperatura eletrônica em torno de 13 eV e campo magnético, $B_0 = 500$ G. Desta forma obtemos $D = 6 \times 10^7 D_{\perp}$ [Lampe98]. Este resultado indica a influência do fluxo eletrônico ao longo das linhas de campo magnético. A partir dessa diferença entre difusão paralela e perpendicular, podemos extrapolar da bainha alongada da Fig. 4.2 para tubos coletores de elétrons paralelos à B_0 . Esta discussão nos serve de ilustração do efeito da presença de campos magnéticos intensos na região acima da sonda. Nos resultados apresentados nas seções 4.3 e 4.4, o campo magnético não ultrapassa o valor de 200 G na maioria das aquisições, caso contrário, serão feitas considerações do efeito do campo sobre os perfis de temperatura e densidade do plasma.

4.3 Curvas das sondas simples no reator ECR

Para a caracterização de plasmas, formados apenas com microondas, confeccionamos sondas simples com isolamento cerâmico de um filamento de Tungstênio, em forma de L, para que pudessemos estudar o perfil axial do plasma formado. Inicialmente fizemos testes com filamentos extremamente finos (0,1 mm), que apresentaram péssimos resultados para plasmas operados em limites de pressões mais altas. Estes tornavam-se incandescentes, alterando a corrente coletada pela sonda. Passamos à operação com filamentos mais robustos, 0,7 mm de diâmetro e 8 mm de comprimento. Seu isolamento no vácuo é feito com sistema de anéis duplos, permitindo aterar sua posição durante a descarga. A polarização da sonda foi feita por meio de uma fonte $\pm 100V_{DC}$; apresentamos sua fotografia na Fig. 4.23.

Para que possamos avaliar a influência do campo magnético no tipo de plasma formado, utilizamos as mesmas sondas em duas configurações de campo diferentes, campo magnético divergente e espelho magnético (Fig. 4.3).

Figura 4.3: Configurações magnéticas utilizadas, dimensões indicadas em centímetros

Na configuração de campo divergente, a região de ressonância, $B_0 = 875$ G, encontra-se 50 cm acima da posição do substrato. Na configuração de espelho magnético, podemos encontrar duas ou três regiões de ressonância (entre 25 cm e 70 cm acima da posição do substrato), dependendo da intensidade de campo magnético. Nota-se que a parte superior da bobina, nas duas configurações, está posicionada logo abaixo da janela de quartzo, portanto nas duas configurações evitamos o bombardeamento iônico da janela de entrada de microondas, como resultado da ação do plasma.

A - Curvas das sondas simples na configuração de espelho magnético

Nesta configuração a distância interna das bobinas é de 15 cm o que significa que temos uma superfície ressonante aproximadamente 20 cm acima do porta-substrato no caso de $I_{Bob} = 200$ A, e em casos em que $I_{Bob} = 240$ A, esta superfície ressonante estará apenas 15 cm acima do porta-substrato. As curvas características de sonda simples possuem o comportamento apresentado na figura abaixo (Fig. 4.4).

Figura 4.4: (e) Comportamento das curvas características de sonda simples; h (cm) é a altura acima da superfície do porta-substrato, V_S e I_S representam a tensão de polarização da sonda e a corrente coletada pela sonda, respectivamente. (d) Curva característica com barras de erro experimental

Neste tipo de descarga observamos uma tendência presente em todas as medidas: a corrente de saturação eletrônica diminui conforme a sonda é afastada da região

de ressonância em direção ao substrato. Veremos ao final desta seção que tal fato relaciona-se ao comportamento de ambos parâmetros, densidade eletrônica (n_e) e temperatura eletrônica (T_e).

Os dados experimentais apresentados abaixo (Fig. 4.5,6), foram obtidos numa descarga em Argônio, injeção de 1,2 kW de potência de microondas, pressão de operação $2,5 \times 10^{-5}$ mBar e 200 A de corrente nas espiras magnéticas. Nestes gráficos identificamos a temperatura eletrônica (T_e), a corrente de saturação iônica (I_{si}), o potencial flutuante (V_f), o potencial de plasma (V_p), a densidade iônica de acordo com o modelo de Laframboise (n_{il}) [Lafram66], o comprimento de Debye (λ_D) e a densidade eletrônica (n_e). Estes dados foram analisados com o auxílio de um programa, curvcad, operado com o MATLAB, de autoria de Raul M. de Castro [Castro99].

Figura 4.5: Curvas características coletadas ao longo da coluna de plasma de argônio, a distâncias 16 cm e 10 cm, respectivamente, acima do substrato

Figura 4.6: Curvas características coletadas ao longo da coluna de plasma de argônio, a distâncias 5 cm, 2 cm e 0 cm, respectivamente, acima do substrato

A partir destes dados podemos construir um perfil para a descarga. Os parâmetros de principal interesse são temperatura e densidade eletrônica, por dependerem fortemente das condições de formação do plasma, isto é, a pressão de operação da descarga, a potência de microondas acoplada e configuração adotada para o campo magnético. Este perfil é apresentado na Fig. 4.7. Nele percebemos uma complementaridade entre as curvas descritas ao longo da coordenada axial, isto é, ao passo que a sonda aproxima-se da região do porta-substrato, a densidade de plasma diminui permitindo que a temperatura eletrônica cresça. A razão destes dois parâmetros de plasma determina o comprimento de Debye; $\lambda_D = 7.430 \sqrt{\frac{T_e}{n_e}}$.

Figura 4.7: Perfil axial de temperatura e densidade para um plasma de argônio

Neste intervalo, o comprimento de Debye varia entre 0,07 mm e 0,17 mm, aproximadamente. Embora a temperatura tenha um máximo próximo ao substrato, o produto $n_e T_e$, isto é, a pressão eletrônica ($p_e = n_e k_B T_e$) varia pouco em função da distância. Fora da região do substrato, $9 \leq n_e T_e \leq 10 \times 10^{10} \text{ eV/cm}^3$, e cai para aproximadamente $6,5 \times 10^{10} \text{ eV/cm}^3$ sobre o substrato, indicando uma conservação da densidade de energia do plasma que flui da região de ressonância para o substrato.

Nas experiências realizadas, temos especial interesse na deposição de nitretos

por meio de descargas em nitrogênio [Prema89]. Estas descargas também servem para nitretação de superfícies, uma espécie de implante iônico que torna a superfície tratada mais dura. Os dados experimentais apresentados abaixo (Fig. 4.8,9), foram obtidos numa descarga em N_2 com injeção de 1 kW de potência de microondas, pressão de operação 5×10^{-5} mBar e 240 A de corrente nas espiras magnéticas. Neste caso a superfície ressonante inferior localiza-se 15 cm acima da região do porta-substrato.

Figura 4.8: Curvas características coletadas ao longo da coluna de plasma de nitrogênio a distâncias 16 cm e 5 cm, respectivamente, acima do substrato

Figura 4.9: Curvas características coletadas ao longo da coluna de plasma de nitrogênio a distâncias 2 cm e 0 cm, respectivamente, acima do substrato

Em regime de operação em baixas pressões nas experiências com argônio, frequentemente observamos um ótimo acoplamento de potência de microondas. Na

descarga acima, em nitrogênio, medimos uma reflexão em torno de 10 % da potência aplicada, acompanhada de um forte aquecimento da válvula magnetron.

Os valores da densidade eletrônica nas descargas com nitrogênio são mais baixos que com as com argônio, indicando uma maior dificuldade de ionização e, portanto, de acordo com o aumento da potência refletida. No entanto, as descargas em nitrogênio apresentam uma temperatura eletrônica mais alta que as em argônio, principalmente sobre o substrato, fornecendo portanto íons mais energéticos através da bainha. Para uma melhor comparação entre as descargas de nitrogênio e argônio, seria necessário produzi-las com a mesma pressão. Isto infelizmente não é possível, pois os valores de pressão nos quais as descargas nos dois gases ficam mais estáveis e com maior densidade, são distintos. Desta forma, foram tomadas medidas nos intervalos de pressão que otimizam os parâmetros n_e e T_e nas duas descargas: $2,5 \times 10^{-5}$ mBar, para o argônio e $5,0 \times 10^{-5}$ mBar para o nitrogênio.

Os próximos dados são para uma descarga em plasma de nitrogênio com 20% de argônio, em pressão mais baixa 2×10^{-5} mBar, menor potência de microondas acoplada à descarga, 600 W e 200 A de corrente nas espiras magnéticas. Novamente a superfície ressonante encontra-se 20 cm acima da região do porta substrato.

Figura 4.10: Curvas características coletadas ao longo da coluna de plasma em distâncias 14 cm e 10 cm, respectivamente, acima do substrato, numa descarga de 80% de N_2 e 20% de Ar.

A presença de uma pequena quantidade de argônio não só melhora o acoplamento da potência de microondas, protegendo o magnetron de aquecimentos indesejáveis,

como também promove uma pequena taxa de sputtering da superfície tratada, que contribui para a limpeza do processo de deposição.

Figura 4.11: Curvas características coletadas ao longo da coluna de plasma em distâncias 2 cm e 0 cm, respectivamente, acima do substrato, numa descarga de 80% de N_2 e 20% de Ar.

É curioso notar, neste caso, o efeito sinérgico da mistura argônio/nitrogênio. Embora a potência de microondas seja metade (600 W) da utilizada nas descargas com argônio somente (1,2 kW), a configuração magnética seja a mesma ($I_{Bob} = 200 \text{ A}$) e a pressão também aproximadamente a mesma, $2 - 2,5 \times 10^{-5} \text{ mBar}$, as temperaturas obtidas são superiores nas descargas com mistura, se comparadas com as descargas em argônio puro, e as densidades são superiores às obtidas com nitrogênio puro. No intervalo vizinho a 17 eV da energia eletrônica, a seção de choque para ionização do argônio é quatro vezes maior que a do nitrogênio [Brown59].

B - Curvas das sondas simples na configuração de campo magnético divergente

A possibilidade de operação das descargas em meio a campos magnéticos menos intensos é uma característica desta configuração, possibilitando a comparação entre plasmas formados num intervalo maior do que o oferecido pela configuração de espelho magnético. Nas duas próximas experiências apresentamos os resultados de descargas em argônio em que as correntes nas espiras magnéticas são respectivamente $I_B = 170 \text{ A}$ e $I_B = 240 \text{ A}$. Nesta configuração a distância interna das bobinas é de 5

em o que significa que temos somente uma superfície ressonante aproximadamente 50 cm acima do porta-substrato no caso de $I_{Bob} = 170$ A, e em casos em que $I_{Bob} = 240$ A, teremos duas superfícies ressonantes em que a inferior estará 20 cm acima do porta-substrato. Os resultados serão resumidos na forma de perfil, de forma a facilitar sua exposição. Na descarga em que $I_B = 170$ A operamos com uma pressão de $3,5 \times 10^{-5}$ mBar e potência de microondas 900 W.

Figura 4.12: Comportamento das curvas características de sonda simples numa configuração de campo divergente ($I_{Bob} = 170$ A), para plasmas de argônio.

No gráfico acima, Fig. 4.12, observamos correntes de saturação eletrônica bem definidas, devido ao campo magnético de menor intensidade. Um campo magnético mais intenso não permite que a corrente de saturação eletrônica seja alcançada, aumentando continuamente o valor da corrente, sem saturar.

Os perfis de temperatura e densidade (Fig.4.13) demonstram uma concordância com o comportamento observado na configuração de espelho magnético, ou seja, a densidade de plasma decresce e a temperatura eletrônica aumenta quando o plasma

se afasta da superfície ressonante, de forma que a densidade de energia térmica continue constante.

Figura 4.13: Perfil axial de temperatura e densidade para um plasma de argônio numa configuração de campo divergente de baixa intensidade, $I_{B0} = 170 \text{ A}$, superfície ressonante em $h = 50 \text{ cm}$.

No perfil apresentado na Fig.4.14 percebemos um efeito diferente, neste caso a superfície ressonante está fora da região das espiras magnéticas ($I_{B0} = 240 \text{ A}$), acerca de 20 cm acima do porta-substrato; entre as espiras o campo magnético é muito intenso (1200 G).

Figura 4.14: Perfil axial de temperatura e densidade para um plasma de argônio numa configuração de campo divergente de alta intensidade, $I_{B0} = 240 \text{ A}$.

Ao sair da região de ressonância, os elétrons descrevem dois caminhos: um em direção ao substrato (região inferior) e outro em direção ao centro das espiras (região

superior), estes últimos irão entrar numa região de campo intenso e sofrerão reflexão. Tal efeito aumentará a densidade eletrônica nas proximidades da superfície ressonante. A temperatura eletrônica nesta região também é alta, devido à absorção do campo de microondas, região ECR na Fig.4.15. Conforme a distância ao substrato diminui o perfil retorna, rapidamente, à sua forma característica.

Figura 4.15: Esquema das linhas de campo magnético, configuração divergente, superfície ECR em $h = 20$ cm.

Ao longo da descarga o potencial flutuante, V_f , mantém seu valor constante de 10 V até a região do substrato, $h = 3$ cm, onde sofre uma forte queda para valores negativos; enquanto que o potencial de plasma, V_p , oscila em torno de 40 V, apresentando uma queda para 38 V em $h = 6$ cm e atingindo o valor de 44 V sobre o substrato, $h = 0$. Esta descarga foi operada em baixa pressão, 2×10^{-5} mBar, e 1200 W de potência de microondas acoplada ao plasma.

4.4 Curvas das sondas com compensação RF no reator ECR

Recentes técnicas de preparação de filmes finos possibilitam um controle independente de alguns parâmetros na dinâmica dos elétrons e íons da descarga, como a energia incidente sobre a superfície do substrato, a densidade de plasma nessa região e o campo elétrico através da bainha de plasma. A energia e densidade iônica estão fortemente relacionadas à potência de campo elétrico fornecida à descarga. No entanto, suas relações com a qualidade do filme crescido ainda não estão bem estabelecidas [Fujita92]. Com a utilização de plasmas formados por microondas, consegue-se uma boa taxa de formação de espécies iônicas ativas, sendo colimadas pelo campo magnético em direção ao substrato, aumentando o fluxo dessa população na região de interesse. Somando-se à região do substrato uma polarização RF auxiliar, formamos um plasma híbrido, que torna possível o controle da energia de chegada dos íons, na superfície a ser tratada, através do campo elétrico DC, resultante da auto-polarização (Apêndice A). Podemos alterar a amplitude deste campo, sem modificar o fluxo iônico da região.

Normalmente em plasmas excitados com RF, observamos sinais induzidos através das bainhas de sondas eletrostáticas. Usualmente instalam-se circuitos para filtrar este sinal: circuitos ressonantes LC-paralelo, sintonizados na frequência principal (choques RF), séries destes mesmos circuitos, na frequência principal e em seus harmônicos, ou filtros passa-baixa. Tais filtros oferecem uma impedância alta às correntes de RF, de forma que a amplitude da tensão do sinal de RF será fortemente atenuada, desacoplando o circuito de alimentação da sonda [Allen95].

Optamos pela instalação de um circuito LC ressonante ($L_1 = 27\mu H, L_2 = 33\mu H$ e $C_1 = 2,17pF$) em série com o filamento coletor e um capacitor em paralelo ($C_0 = 0,33\mu F$), conectado a um eletrodo de compensação, Fig. 4.16. Este eletrodo possui uma área efetiva bem maior que a superfície do filamento de tungstênio e atua diminuindo a impedância presente entre a bainha do plasma e o coletor [Castro99]. Embora os componentes do choque RF utilizado estejam sintonizados na frequência principal, 13,56 MHz, o próprio cabo de conexão entre o coletor e o circuito ressonante introduz uma capacitância parasítica no circuito, alterando a frequência

onde encontramos máxima impedância do choque RF. Para contornar este problema, confeccionamos uma nova sonda que acomodasse o circuito imediatamente após o filamento da sonda, próximo ao plasma. O circuito, miniaturizado, é protegido da ação do plasma por uma ampola de Pyrex, selada para operação em alto-vácuo.

Figura 4.16: Esquema da sonda eletrostática e circuito equivalente do choque de RF

Já nos primeiros testes com a sonda simples (sem o circuito LC ressonante) percebemos os danos causados na sonda devido ao contato direto com plasma. A vedação era feita com Torr-Seal na extremidade do Pyrex em contato com o plasma. Após vários experimentos identificávamos micro-vazamentos que prejudicavam o funcionamento da bomba turbo-molecular. Decidimos bombear a parte interna do Pyrex e selar sua extremidade posterior, fora do contato com o plasma, evitando o surgimento de novos vazamentos. Passamos a fase das medidas em meio ao sinal de RF com a preocupação de que o circuito acomodado dentro do Pyrex funcionaria em vácuo, não havendo como dissipar o calor durante sua operação. Desde o início, procedemos aquisições rápidas dos dados e recuando a sonda para fora do plasma sempre que possível, uma vez que possuímos apenas um exemplar do circuito LC miniaturizado.

Na Fig.4.17a mostramos dados experimentais da polarização RF do substrato.

No detalhe, Fig.4.17b, podemos observar o sinal de RF residual coletado pela sonda eletrostática, correspondendo a uma amplitude menor que 5% do valor aplicado ao substrato. Em ambos percebemos o efeito da polarização dinâmica, tanto do substrato ($V_{DC} = -126$ V) quanto da sonda ($V_{DC} = -1$ V). Estes são dados de uma descarga típica em nosso experimento, sendo o plasma operado numa pressão de 3×10^{-5} mBar de argônio, injeção de 1,1kW de potência de microondas numa configuração magnética do tipo espelho, $I_{Bob} = 210$ A. A potência de RF acoplada ao substrato é de 60 W.

Figura 4.17: (a) Forma de onda do sinal de RF acoplado ao substrato, exibindo -126 V de auto-polarização DC e 200 V p-p de RF. (b) No detalhe é mostrado o sinal residual drenado pela sonda, localizada 2 cm acima do substrato, da mesma forma exibe -1 V de auto-polarização DC e 7 V p-p de RF.

Procedemos também testes para comparação com um plasma magnetizado, formado apenas pelo sinal de RF, sem microondas. Observamos que o valor da auto-polarização DC no substrato era menor que a metade do valor observado nas descargas com ECR, em torno de $50 V_{DC}$. Este fato está associado ao volume de plasma ao qual o RF é acoplado. Em plasmas ECR, a descarga "vista" pela fonte de RF é muito maior, e a auto-polarização é uma função da diferença de áreas entre os eletrodos de um diodo-RF. Em nosso caso, a presença do plasma ECR, estaria simulando um anodo muito maior que o catodo.

Na Fig. 4.24 é mostrada a fotografia das sondas simples e sonda com circuito de

compensação de RF. Na Fig. 4.25 mostramos uma fotografia das partes da sonda para RF no momento de sua confecção.

Os dados apresentados abaixo (Fig.4.18) são relativos à descarga da Fig.4.17, exibindo um perfil para temperaturas eletrônicas bem maiores que as observadas nos plasmas puramente de microondas. Este efeito é devido ao acoplamento do campo de RF. Uma característica destas descargas é o deslocamento do potencial flutuante para valores negativos e o aumento substancial do potencial de plasma.

Figura 4.18: Perfil axial de temperatura e densidade para um plasma ECR-RF de argônio numa configuração de espelho magnético.

Para que pudéssemos descrever a influência do campo de RF nos parâmetros do plasma ECR, procedemos três descargas com as mesmas características de pressão (5×10^{-5} mBar), potência de microondas (1,1 kW), campo magnético ($I_B = 200$ A) e diferentes polarizações de RF: 20, 40 e 60W respectivamente.

Tal operação condiciona a observação da estabilidade dos principais parâmetros de funcionamento do reator. Uma vez que durante a operação do plasma, sua estabilidade demonstra ser muito sensível, principalmente sobre as variações na pressão e potência acoplada de microondas, procedíamos primeiro a estabilização do sinal de RF sem reflexões na sua potência acoplada, para depois acertarmos a pressão e potência de microondas.

Figura 4.19: Perfil axial de temperatura e densidade para um plasma ECR-RF de argônio numa configuração de espelho magnético, com 20 W de potência acoplada de RF.

Durante o monitoramento da potência de microondas refletida, observamos pouca diferença entre os dois primeiros experimentos, sendo que no terceiro, acoplamento de 60 W de RF, ocorreu uma reflexão em torno de 100 W da potência de microondas.

Figura 4.20: Perfil axial de temperatura e densidade para um plasma ECR-RF de argônio numa configuração de espelho magnético, com 40 W de potência acoplada de RF.

Comparando estes três perfis, percebemos que entre 20 e 40 W tanto a temperatura quanto a densidade aumentam com o acréscimo de potência. Porém, no caso do acoplamento de 60 W, observamos uma queda acentuada no intervalo de densidades.

Este fato pode ser um resultado da reflexão da potência de microondas. Observamos um fato interessante, no perfil com 60 W (Fig. 4.21), a densidade ao longo da descarga exibe poucos desvios do valor $n_e = 9 \times 10^9 (\text{cm}^{-3})$; um comportamento que não foi observado em descargas anteriores. Em descargas anteriores observamos que a complementaridade dos dois perfis, n_e e T_e , conservava uma pressão eletrônica constante, conseqüentemente, se a descarga apresenta uma região de densidade constante entre 2 e 8 cm acima do substrato, teremos um acréscimo da pressão acompanhando o perfil de temperatura eletrônica até as proximidades do porta-substrato.

Figura 4.21: Perfil axial de temperatura e densidade para um plasma ECR-RF de argônio numa configuração de espelho magnético, com 60 W de potência acoplada de RF. Neste caso percebemos uma região de densidade eletrônica constante sobre o porta-substrato.

Os dados experimentais apresentados abaixo (Figs. 4.22,23) foram obtidos de descargas em nitrogênio com 20% de argônio. A potência de RF acoplada foi 40 W e 60 W em pressão menor, 3×10^{-5} mBar, e pressão maior, 6×10^{-5} mBar, respectivamente, para um mesmo perfil de campo magnético ($I_{Bob} = 220$ A) em configuração tipo espelho. Observamos novamente uma redução na densidade eletrônica enquanto a temperatura reproduz a tendência de aumento com a potência acoplada de RF. Os dois experimentos apresentaram reflexão de microondas, chegando a 200

W na descarga com 6×10^{-5} mBar (1,1 kW de potência injetada). Alguns fatores contribuíram para este resultado: uma concentração maior de nitrogênio já oferece uma certa quantidade de reflexão, a presença do sinal de RF também contribui nesta direção e a pressão mais alta (segundo caso) diminui o livre caminho médio dos elétrons, dificultando o acoplamento de potência de microondas. Novamente percebemos que quanto maior a potência acoplada de RF, mais negativo se torna o potencial flutuante.

Figura 4.22: Perfil axial de temperatura e densidade para um plasma ECR-RF de nitrogênio numa configuração de espelho magnético, com 40 W de potência acoplada de RF.

Figura 4.23: Perfil axial de temperatura e densidade para um plasma ECR-RF de nitrogênio numa configuração de espelho magnético, com 60 W de potência acoplada de RF.

Figura 4.24: Fotografia das sondas: (e) sonda simples, (d) sonda com filtro LC e eletrodo de compensação.

Figura 4.25: Fotografia dos componentes utilizados para a confecção da sonda compensada.

No detalhe da fotografia, sob os componentes da sonda, é mostrado o gráfico de saída do impedancímetro, exibindo o intervalo de atuação do choque de RF, isto é, impedância máxima de 140 kOhms sobre 13,56 MHz.

4.5 Referências

- [Brown78] Sanborn C. Brown, Gaseous Electronics, 1, editado por M.N. Hirsh e H.J. Oskam (Academic Press, 1978)
- [Chapman80] B. Chapman, Glow Discharge Processes (Wiley, 1980)
- [Bohm49] D. Bohm, The Characteristics of Electrical Discharges in Magnetic Fields, cap. 3, editado por A. Guthrie e R.K. Wakerling (McGraw-Hill, 1949)
- [Wharton65] M.A. Heald e C.B. Wharton, Plasma Diagnostics with Microwaves, p383 (Wiley, 1965)
- [Lampe98] M. Lampe, G. Joyce e W.M. Manheimer, IEEE Trans. on Plasma Sci. 26, 1592(1998)
- [Lafram66] J.G. Laframboise, Institute for Aerospace Studies, Report n° 100 (1966)
- [Brown59] Sanborn C. Brown, Basic Data of Plasma Physics (MIT Press), p.110-115
- [Prema89] V. Premachandran, Appl. Phys. Lett. 55, 2488(1989)
- [Fujita92] H. Fujita, Y. Okuno e S. Yagura, Report on Control Reactive Plasmas, p511, editado por R.Itatani (Kyoto University, 1992)
- [Ye00] M. Ye e M.P. Delplancke-Ogletree, Diamond Relat. Mater. 9, 1336(2000)
- [Allen95] J.E. Allen, Plasma Sources Sci. Technol. 4, 234(1995)
- [Castro99] R.M. Castro et al., Contrib. Plasma Phys. 39, 235(1999)

Capítulo 5

Resultados

5.1 Preparo, processamento e caracterização das amostras

Utilizamos substratos de silício monocristalino, (100)Si, por sua disponibilidade, resistência a processos térmicos, fácil manipulação e alto grau de pureza, evitando assim, contaminação da câmara durante o processamento. Muitos dos dispositivos de interesse em aplicações tecnológicas são construídos sobre silício já processado (LEDs ou LDs com eletrônica de silício), principalmente entre os nitretos-III (GaN, AlN ou InN) crescidos sobre (100)Si ou (111)Si [Jain00]. Na preparação procedemos sua pesagem em balança digital, limpeza com acetona e álcool isopropílico seguido de banho em ultrassom com água duplamente destilada e 40 minutos de secagem a 100°C em uma estufa.

Na sequência, estes substratos receberam uma fina camada do material a ser tratado. Preparamos uma suspensão, para cada um dos materiais, no caso boro, nitreto de boro ou alumínio, em água duplamente destilada. Durante a imersão do substrato na solução, enquanto que o material se depositava sobre o substrato e distribuía-se uniformemente, evitando aglomerações, retornávamos então o substrato à estufa por mais 1 hora de secagem e então procedíamos nova pesagem, determinando quanto do material seria processado. Tanto o boro quanto o alumínio utilizados são de alto grau de pureza:

- Boro eletrolítico puro (Fluka Lab.), cada amostra apresentava quantidades entre 15 e 25 mg de boro.
- Carbetto de boro sinterizado (B_4C), puro para corrosão (Lab.).
- Nitreto de boro amorfo em pó (h-BN), puro (Lab.)
- Alumínio em pó, 99,99% puro (cedido pelo Lab. de Plasma do I.P.T.); cada amostra apresentava quantidades entre 5 e 15 mg de alumínio.

O processamento das amostras preparadas é iniciado após o condicionamento da cavidade de reação. Neste procedimento fazemos uma purga com argônio, preenchendo a cavidade a uma pressão de 3×10^{-3} mBar e então iniciamos o alto vácuo até atingir uma pressão mínima em torno de $1,5 \times 10^{-6}$ mBar. A partir desta condição fazemos uma descarga promovendo a disruptura do argônio numa pressão de 2×10^{-5} mBar e 600 W de potência acoplada de microondas, em uma configuração de espelho magnético de ressonância, $I_{Bob} = 200$ A, e aumentamos este valor de corrente (até $I_{Bob} = 250$ A). A descarga deixa sua forma colunar para espalhar-se em toda a cavidade, entrando em contato com as paredes do reator. Tal procedimento tem a duração de 20 minutos e contribui para a remoção de partículas adsorvidas às paredes.

Para iniciarmos as condições de deposição retornamos a forma colunar do plasma, $I_{Bob} = 200$ A, com 1 kW de potência acoplada de microndas e incluímos nitrogênio à descarga, estabelecendo a pressão de operação, $4 - 6 \times 10^{-5}$ mBar com 20 % de argônio e fluxo total de 30-50 sccm da mistura. Neste ponto iniciamos o acoplamento de potência de RF. Nos experimentos que produziram as amostras apresentadas na seção 5.2, utilizamos $P_{RF} = 50$ W, o que proporcionou uma auto-polarização do substrato em torno de $-90 V_{DC}$ e $200 V_{RF}$ (p-p). A partir desta condição, mantivemos a descarga continuamente por 2 horas em média, para a amostra de boro, e 6 horas para amostra de alumínio. A leitura nos monitores de reflexão de potência apontavam acoplamento total da potência de RF e uma reflexão de 10 % da potência de microondas (em torno de 100 W), durante todo o processo.

Estas condições reproduzem descargas com as características apresentadas na Fig. 4.20. O levantamento das características do plasma operado são importantes

para o conhecimento das condições às quais expomos o substrato. No entanto, um reator a plasma consiste de uma descarga não linear, que é uma função de várias variáveis experimentais, determinando a que processo tais características possam ser aplicadas, como esquematizado na Fig 5.1.

Figura 5.1: Diagrama das variáveis envolvidas no processamento por plasma ECR.

5.1.1 Métodos de caracterização

Difratogramas de raios X (XRD)

As técnicas de difração por raios X, aplicadas ao estudo de materiais cristalinos, permitem obter, de uma forma não destrutiva, informações importantes sobre as fases do cristal, presentes nas amostras assim como suas proporções relativas, orientações cristalinas preferenciais, microdeformações e tensões residuais.

A difração tem origem na propagação do feixe de raios X através de um grande número de átomos da amostra, que estão ordenados de forma periódica na rede cristalina, com espaçamentos comparáveis ao comprimento de onda da radiação X (da ordem de ângstrons). Ao passar por este meio os raios X apresentam diferença de fase definida entre si, que podem ser destrutivas ou construtivas dependendo das direções. As direções construtivas correspondem aos raios difratados e estão definidas pela lei de Bragg [Klug74].

A disposição ordenada dos átomos em uma estrutura cristalina permite definir planos caracterizados por uma distância interplanar d . A lei de Bragg estabelece que serão produzidas difrações segundo a relação

$$\lambda = 2d \sin \theta, \quad (5.1)$$

onde λ é o comprimento de onda da radiação X utilizada e θ é o ângulo de difração formado no plano a partir do feixe incidente, como indicado na Fig. 5.2.

Os feixes difratados são caracterizados por sua posição angular, sua intensidade relativa (ao feixe incidente) e sua forma (distribuição ao redor do ângulo de difração). Estas informações estão contidas nos diagramas de difração, difratogramas, que são gráficos da intensidade do feixe difratado em função do ângulo 2θ .

A intensidade dos picos de difração depende, para uma dada estrutura cristalina (cúbica, hexagonal, etc), do plano difratante e do tamanho dos grãos cristalinos [Fantini98]. Num cristal, os centros espalhadores são formados por átomos contidos nos planos cristalográficos e indexados através dos índices de Miller, hkl [Cullity67].

Os parâmetros de rede, a , b e c , e os ângulos entre as direções dos três eixos de cela unitária, α , β e γ , são obtidos a partir da distância interplanar d . Exemplo para dois tipos de formação:

Difração de Raios X

Figura 5.2: Esquema do equipamento de difração de raios X.

- Cúbica, onde $a = b = c$ e $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$

$$d = \frac{a}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}} \quad (5.2)$$

- Ortorrômbica, onde $a \neq b \neq c$ e $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$

$$d = \frac{1}{\sqrt{(h/a)^2 + (k/b)^2 + (l/c)^2}} \quad (5.3)$$

Determina-se o tamanho dos grãos cristalinos, D , através da fórmula de Scherrer [Cullity67]:

$$D = \frac{0,89\lambda}{\delta \cos \theta}, \quad (5.4)$$

onde δ é a largura a meia altura do pico de difração, deconvolvido o alargamento instrumental, b , determinado a partir de um cristal padrão (Si(100), Fig 5.3). Supondo uma superposição lorentziana, a largura a meia altura do pico de difração experimental, B , é tal que

$$B^2 = \delta^2 + b^2. \quad (5.5)$$

O erro associado ao tamanho do grão, ΔD , pode ser determinado a partir da expressão [Cullity67],

$$\frac{\Delta D}{D} = \sqrt{\frac{\Delta \delta}{\delta} + \tan \theta \times \Delta \theta}, \quad (5.6)$$

onde $\Delta \theta$ é o passo angular do detector ($0,05^\circ$) e $\Delta \delta = 0,01 \text{ \AA}$

Figura 5.3: Difratogramas de um padrão de silício policristalino e ajuste lorentziano, sobre o primeiro pico de difração (111), para determinar o alargamento instrumental.

A caracterização das amostras foi feita com esta técnica, o XRD, no Laboratório de Cristalografia do IFUSP. O equipamento utilizado foi um gerador de raios X IRIS e difratômetro de pó convencional URD-6 da marca Zeiss-Jena, na geometria $\theta - 2\theta$, com um detector de cintilação. As medidas foram feitas usando-se radiação $\text{CuK}\alpha$ ($\lambda = 1,5418 \text{ \AA}$) com filtro de Ni e potência de 1,2 kW (40 kV e 30 mA).

As medidas foram feitas com a óptica:

- Divergência vertical: 10 mm
- Soller: 0,5/2,5 mm
- Divergência horizontal: 0,79 mm

- Recepção: 1,09 mm
- Espalhamento: 0,22 mm

Os difratogramas obtidos foram comparados com as fichas do sistema JCPDS (Joint Committee on Powder Diffraction Standards).

Na Fig. 5.4 é mostrado o difratograma de um substrato de silício, (100)Si, indicando ser um monocristal pela ausência de picos de difração em diversas orientações. Faremos uma comparação deste com os substratos processados por plasma, ao longo da seção 5.2.

Figura 5.4: Difratograma de um substrato de silício monocristalino, (100)Si.

Microscopia eletrônica de varredura-SEM

Nas amostras em que constatou-se, por meio do XRD, a presença de AlN, fizemos outra caracterização através de imagens de microscopia eletrônica de varredura (Scanning Electron Microscopy). O equipamento utilizado foi um microscópio eletrônico JEOL-840A com detetores EDAX, instalado no Lab. de Microscopia Eletrônica do IFUSP.

5.2 Resultados das experiências para deposição de nitreto de boro e nitreto de alumínio.

Experiência usando boro

Dados específicos no processo da amostra com boro eletrolítico sobre o substrato:

- Pressão de operação em $N_2(20\%Ar)$, 5×10^{-5} mBar.
- Tempo de processamento 3:40 hrs.
- Quantidade de boro 18 mg.
- $P_{MW}=1$ kW; $P_{RF}=50$ W; $I_{Bob}=200$ A.

No difratograma abaixo (Fig. 5.5) percebemos a presença de formações do boro em várias orientações. A orientação mais evidente é a (104)B, sua intensidade relativa está de acordo com as fichas JCPDS.

Figura 5.5: Difratograma do substrato com boro, mostrando a indexação dos picos de difração de boro romboédrico.

Não identificamos formações contendo nitrogênio (h-BN, c-BN), indicando a dificuldade de obtermos essas estruturas. Outras experiências foram feitas, onde usamos uma fina camada de nitreto de boro amorfo sobre o substrato, com resultados igualmente negativos para a formação de c-BN.

Experiência usando alumínio

Dados específicos no processo da amostra com alumínio em pó sobre o substrato:

- Pressão de operação em $N_2(20\%Ar)$, 4×10^{-5} mBar.
- Tempo de processamento 6:30 hrs.
- Quantidade de alumínio 11,15 mg.
- $P_{MW}=1$ kW; $P_{RF}=50$ W; $I_{Bob}=200$ A.

Figura 5.6: Difratoograma do substrato com alumínio, mostrando a indexação dos picos de difração de Al, Si e AlN.

No difratograma da Fig. 5.6, observamos a presença de vários picos de difração de diferentes substâncias. A existência de alumínio é evidente e deve-se ao seu uso

no preparo da amostra. No entanto, também observamos cristais de silício crescidos em diferentes orientações da que forma o monocristal utilizado como substrato, são elas: (111)Si, (220)Si e (311)Si com maior intensidade. Estes picos de difração indicam uma recristalização do substrato, durante o processamento da amostra, transformando partes do monocristal em estruturas policristalinas.

Também identificamos a formação policristalina de nitreto de alumínio, AlN, exibindo uma orientação preferencial (002)AlN de maior intensidade. O conjunto de picos de difração foram determinados por comparação com padrões do sistema JCPDS.

Um procedimento importante para a caracterização da formação cristalina de AlN é o cruzamento das informações contidas nos difratogramas de raios X (características estruturais) com as imagens de microscopia eletrônica de varredura (características morfológicas). Através dos difratogramas podemos determinar, em alguns casos, o tamanho dos grãos cristalinos e comparar com as observações de policristais encontrados nas imagens SEM.

Figura 5.7: Detalhe do difratograma da Fig. 5.6, exibindo resultados do ajuste lorentziano para o pico de difração (002)AlN.

A partir do difratograma acima (Fig. 5.6) podemos estimar o parâmetro D na

equação 5.4. Escolhemos o pico de difração existente em $2\theta = 35,95^\circ$, pois de acordo com a equação de Scherrer, quanto menor a largura a meia altura do pico de difração, maior é o tamanho do grão cristalino. Na Fig. 5.7 fizemos uma ampliação deste intervalo, mostrando o resultado do parâmetro B, a largura a meia altura do pico de difração experimental. Determinando $\delta = 0.22$, conforme a equação 5.5, chega-se ao valor $D = 375,71\text{\AA}$ (aproximadamente $0,04\mu m$).

A relação de intensidades entre as reflexões nas direções (100)AlN e (110)AlN coincidem com a relação de intensidade especificada na ficha do material padrão, não texturizado. A maior área mostrada na Fig. 5.6 está sob o pico de reflexão (002)AlN, o que indica uma texturização do material nesta direção.

5.2.1 Imagens SEM

As próximas figuras são imagens de microscopia eletrônica de varredura. São imagens com aumentos entre 2500 X e 5000 X da amostra com nitreto de alumínio. Nelas percebemos o crescimento do material em forma de estalactites a partir das granulações do pó de alumínio.

Figura 5.8: Nesta imagem percebemos o início do crescimento em forma de grãos sobre o alumínio, no lado direito da figura, e outras estruturas maiores em forma de stalactites, no lado esquerdo da figura. O aumento neste caso foi de 2500 X.

Podemos identificar através destas imagens que o tamanho das estruturas crescidas variam entre 1 – 4 μm , e outras ainda menores (lado esquerdo da Fig. 5.8) demonstram o início do crescimento em forma de grãos para depois assumir a forma de stalactites. O barramento de 10 μm , localizado na base da figura nos permite ter uma idéia das dimensões envolvidas.

Figura 5.9: Imagem SEM mostrando formações entre 4 – 5 μ m de comprimento, formando um conjunto crescido numa mesma direção. O aumento neste caso foi de 5000 X e o barramento nesta figura indica 1 μ m.

Crescimento de AlN produzido numa descarga com N_2 (80%) e Ar (20%), 1 kW de potência de microondas e 50 W de RF aplicado ao porta-substrato, que localiza-se a 12cm da base da cavidade de reação.

Figura 5.10: Imagem SEM mostrando formações adjacentes exibindo diferentes direções no crescimento, novamente o aumento neste caso foi de 5000 X.

5.3 Análise dos resultados

O resultado negativo sobre a deposição de nitreto de boro foi devido principalmente à falta de uma fonte adequada de boro. As tentativas de conseguir uma quantidade suficiente de boro, através da corrosão de carbetos de boro ou de boro eletrolítico, diretamente pelo plasma, utilizando uma polarização de RF das amostras, não tiveram êxito. Embora as amostras demonstrassem corrosão na extremidade em contato com o plasma, evidentemente a quantidade de íons produzidos não era suficiente e, muito provavelmente, a maioria dos íons produzidos escapavam do plasma

antes de se deslocar para o substrato.

Para solucionar este problema, teríamos que utilizar a decaborana, conforme planejado inicialmente. Na realidade um pequeno forno para sublimação, em vácuo, da decaborana foi projetado. O gás sublimado seria arrastado para dentro da câmara de reação por um fluxo de argônio, através de uma tubulação aquecida para evitar condensação nas paredes. No entanto, como não foi possível conseguir a decaborana, devido à impossibilidade da firma exportadora (ALDRICH Lab.) conseguir autorização para vender ao Brasil, tivemos que abandonar esta solução. O crescimento de AlN sobre substratos de silício, numa formação policristalina, no entanto, representa um resultado original e bastante promissor deste trabalho. Embora fontes de ECR tenham sido utilizadas no crescimento de AlN, elas funcionam principalmente como uma fonte remota de íons energéticos que impingem sobre o substrato, por exemplo em dispositivos MBE (ref.). Na realidade se encontram também na literatura relatos de nitretação de substratos de alumínio em dispositivos DECR (fontes de ECR com ressonância distribuída). Por exemplo, Duez reporta a formação de filmes de AlN de de 20 Å de espessura sobre substratos de alumínio após 6hrs de exposição em plasma DECR [Duez00]. No entanto como neste tipo de dispositivo há muito contato do plasma com as paredes do reator, os filmes apresentam traços de oxigênio e silício, como impurezas.

Não encontramos na literatura nenhuma referência ao crescimento de AlN diretamente num dispositivo ECR do tipo construído neste trabalho. Como o custo é muito mais baixo e a operação destes dispositivos é muito mais simples do que máquinas MBE, nossos resultados são muito promissores. Por outro lado como determinamos as condições de plasma necessárias para produzir o AlN em máquinas ECR, temos a possibilidade de otimizar o processo e investigar em detalhe os mecanismos físicos de interação plasma superfície responsáveis pelo crescimento dos cristais. É interessante também notar que a configuração magnética de nosso dispositivo minimiza a interação do plasma com a parede da cavidade de reação, resultando em filmes bastante puros conforme sugere o difratograma da Fig. 5.6.

5.4 Referências

- [Jain00] S.C. Jain, M. Willander, J. Narayan e R. Van Overstraeten,
J. Appl. Phys. 87, vol. 3, 965(2000)
- [Klug74] H.P. Klug e L.E. Alexander, X-ray Diffraction Procedures (Wiley,1974)
- [Fantini98] M.C.A. Fantini, Análise Estrutural e Morfológica por
Raios X, I Escola Brasileira de Magnetismo, IFUSP, 1998
- [Cullity67] B.D. Cullity, Elements of X-Ray Diffraction (Addison-Wesley, 1967)
- [Duez00] N. Duez, B. Mutel, O. Dessaux, P. Goudmand e J. Grimblot,
Surface & Coatings Technol. 125, 79(2000)

Capítulo 6

Conclusões e Sugestões para Trabalhos Futuros

Neste trabalho foi projetado e construído um reator para deposição de filmes finos e tratamento de superfícies baseado na absorção elétron-ciclotrônica de microondas num plasma magnetizado. Ao longo de sua construção foram estudados modelos de acoplamento ECR e RF. O plasma utilizado para processos foi caracterizado por sondas eletrostáticas preparadas para operação em meio a campos de microondas e rádio-frequência. O resultado de sua caracterização indica a possibilidade de operação em largo intervalo de temperatura e densidade eletrônicas (tabela abaixo), possibilitando variadas aplicações.

Tipo de configuração	$T_e(eV)$	$n_e(10^9 \text{ cm}^{-3})$
config. espelho magnético	7-15	5-20
config. campo divergente	8-11	6-12
config. espelho c/polariz. RF	9-26	4-20

Diversas dificuldades surgidas ao longo do projeto impossibilitaram a concretização de alguns dos principais objetivos, como a deposição de c-BN. No entanto resultados positivos, como o crescimento de cristais de AlN, demonstram a viabilidade de novos processos a partir das condições atuais.

O equipamento foi inteiramente construído no Laboratório de Física de Plasma do Instituto de Física da USP (LFP-IFUSP). Entre as perspectivas de trabalhos

futuros propomos algumas modificações que melhorariam em muito o condicionamento do equipamento para operações de processos prolongados (além de 12 hrs), como a modificação da flange que contorna a janela de quartzo; seria interessante que a mistura gasosa fosse admitida na cavidade através de um anel injetor instalado nesta flange. Instalação de um cilindro de aço-inox para troca da peça de PYREX na cavidade de reação. Este cilindro deverá ser prontamente confeccionado com flanges contendo isoladores de vácuo com anéis metálicos. Com estas modificações, acreditamos poder implementar novos processos, estudando o crescimento de outras formações cristalinas de interesse aplicativo, como GaN e InN ou formações estequiométricas amorfas de TiAlN. Do ponto de vista das caracterizações, é importante que façamos medidas de espectroscopia ótica para termos melhor conhecimento das espécies ionizadas e seus respectivos estados na descarga, além da possibilidade de fornecer suas densidades. Somando-se estes dados às medidas de sondas já existentes estaremos complementando nosso diagnóstico de plasma e determinando as condições que envolvem a deposição.

Outro ponto importante é a substituição do sistema de admissão de gases para que o equipamento possa operar em atmosferas contendo CH_4 , B_2H_6 e Silana; implementando processos como deposição de filmes finos de c-BN, diamante e novas formações como nanotubos de SiC.

Algumas modificações de ordem estrutural da descarga formada poderiam ser feitas como a instalação, na cavidade de reação, de uma antena de semi-ciclo acoplada à fonte de RF para excitarmos ondas helicons, o que possibilitaria a operação de plasmas híbridos (ECR-Helicons), com maiores taxas de ionização e operação em diferentes intervalos de pressão. Também podemos modificar a forma de acoplamento da microonda utilizando guias conectados ortogonalmente ao campo magnético, isto é, fazendo com que a microonda entre lateralmente na cavidade, para promover a propagação de ondas ordinárias $\vec{E} \parallel \vec{B} \perp \vec{k}$. Este arranjo evitaria que o plasma ataque as janelas de microondas.

Apêndice A

Comentários sobre microondas e rádio frequência

A.1 Disruptura - Início das descargas elétricas

A disruptura elétrica é o processo de transformação de um meio não condutor em um meio condutor, como resultado da aplicação de campos elétricos intensos; podendo ser de natureza variada, isto é, campos elétricos constantes, pulsados, periódicos, ou mesmo ondas eletromagnéticas. A disruptura é iniciada por uma avalanche eletrônica, que se desenvolve em um gás em meio a um campo elétrico. Esta avalanche inicia-se, por exemplo, com elétrons surgidos da ionização por raios cósmicos ou da irradiação de um catodo por UV (raios ultra-violeta), que estimulem a emissão de fotoelétrons. Estes sofrem aceleração devido ao campo elétrico, alcançando uma energia cinética pouco maior que o potencial de ionização do gás e passam a promover outros elétrons. Portanto não notamos nenhuma mudança do meio enquanto aumentamos gradativamente o nível de tensão entre os eletrodos (ou a intensidade de radiação eletromagnética). De uma forma geral existe um conjunto de condições determinando um valor de campo elétrico crítico, a partir do qual a ionização inicial dará lugar à descarga elétrica. A criação e remoção de elétrons são os mecanismos principais, responsáveis pela continuidade da descarga. O fornecimento de novos elétrons depende da frequência de ionização, que é uma função sensível da temperatura eletrônica, enquanto que as perdas são dadas por colisões inelásticas,

recombinação, difusão para as paredes, etc.

Ao campo elétrico crítico (E_c) associamos um potencial crítico para a disruptura (V_d). No caso de descargas que fazem uso de eletrodos, estes parâmetros são funções do tipo de gás utilizado, material do catodo, pressão (p) e o intervalo (d), entre os eletrodos; este regime leva o nome de processo de Townsend, por seus trabalhos iniciais nesse tipo de descargas [Raizer91]. O potencial de ruptura depende do produto pd e as curvas experimentais para $V_d(pd)$ refletem muito bem a teoria de Townsend; são as curvas de Paschen [Brown59]. Neste trabalho apresentamos especial interesse nas disrupturas por campos de microondas. Neste tipo de descargas não temos a presença de superfícies polarizadas.

O processo com microondas é caracterizado por um pequeno deslocamento eletrônico, devido à alta frequência do campo elétrico aplicado. Quando a direção do campo muda, a força que atua nos elétrons é alterada e estes irão oscilar dentro de um pequeno volume do gás, uma vez que as paredes estão longe o bastante. Esta é característica que distingue as descargas de microondas das demais em RF e DC. Em frequências menores, a direção do campo não muda antes que os elétrons escapem do volume. Em altas frequências, se só tivéssemos elétrons, na ausência das moléculas de gás, os elétrons iriam oscilar fora de fase com o campo aplicado, e não teríamos transferência de energia. Na presença do gás, após cada colisão, os elétrons ganham energia do campo; se este for intenso o bastante, alguns elétrons irão exceder o nível de energia de excitação e ionização das moléculas (átomos) do gás. Como resultado, teremos o efeito de avalanches localizadas e o campo não estará conduzindo estas em direção às paredes ou eletrodos [MacDonald66].

As medidas para determinar o campo crítico, são feitas por intermédio da injeção controlada de microondas em uma cavidade ressonante. As disrupturas em baixas pressões são afetadas por perdas eletrônicas na região periférica da descarga em formação; estas perdas estão relacionadas ao comprimento característico de difusão Λ . Sendo o modo ressonante uma função do raio da cavidade, devemos alterar a sua altura para diminuir Λ , aumentando a potência transferida aos elétrons. A disruptura ocorre inicialmente no centro da cavidade, onde a amplitude de campo é máxima, E_c . As frequências de ionização e *attachment* (footnote) são determinadas pelo valor médio quadrático $E_{rms} = E_c/\sqrt{2}$; $\nu_i(E_{rms})$ e $\nu_a(E_{rms})$ descrevem a criação e remoção de elétrons. Quando o deslocamento na oscilação eletrônica é muito menor

que Λ , então a densidade eletrônica obedece uma equação de balanço:

$$\frac{\partial n_e}{\partial t} = D \nabla^2 n_e + n_e(\nu_i - \nu_a) \quad (A.1)$$

onde o coeficiente de difusão eletrônica $D \equiv D_e = cte$. Supondo o campo homogeneamente formado, ν_i e ν_a são independentes das coordenadas espaciais. Através da comprimento característico de difusão Λ , expressamos a equação de auto-valor com solução pelo método de separação das variáveis

$$\nabla^2 n_e + \frac{n_e}{\Lambda^2} = 0 \quad (A.2)$$

Para uma coluna cilíndrica de plasma, raio R e altura L

$$n_e(r, z) \propto \text{sen}\left(\frac{\pi z}{L}\right) J_0\left(\frac{2,405r}{R}\right) \quad (A.3)$$

sendo o comprimento característico de difusão dado por:

$$\frac{1}{\Lambda^2} = \left(\frac{2,405}{R}\right)^2 + \left(\frac{\pi}{L}\right)^2. \quad (A.4)$$

e a solução da Eq. A.1 é

$$n_e(t) = n_{e0} \exp\left[(\nu_i - \nu_a - \frac{D}{\Lambda^2})t\right], \quad (A.5)$$

onde n_{e0} é a densidade de elétrons que dão início a avalanche. Esta solução leva a uma condição estacionária para a formação da descarga:

$$\nu_i = \nu_a + \frac{D}{\Lambda^2} \quad (A.6)$$

As medidas experimentais do campo E_{rms} como função da pressão exibem um valor mínimo [Gaskell63]. Do lado esquerdo da curva (Fig. A.1.a), o valor do campo decresce com o aumento da pressão e neste ramo o campo necessário é menor para frequências mais baixas e comprimentos característicos de difusão maiores. O mesmo comportamento é observado sobre o ponto de mínimo. Do lado direito da curva, o valor do campo cresce com o aumento da pressão; no entanto a dependência com a frequência e Λ são menos expressivas. Para altas pressões convergem assintoticamente sobre uma mesma curva.

Figura A.1: Disrupturas em microondas, medidas de campo crítico; (a) Descarga em Ar; $f=9,4$ GHz, λ indicado (b) Descarga em gás Heg (mistura He e vapor de Hg); $\lambda = 0,6$ cm Dados do experimento de MacDonald [Gaskell63]

Para obtermos uma estimativa do valor de E_{rms} , partimos da expressão de potência absorvida [Brown59], em dois limites: regime não colisional e colisional. A potência absorvida por um único elétron em um campo de microondas de frequência ω é dada por:

$$\bar{P} = \frac{e^2 E_c^2}{2m_e \nu_{col}} \frac{\nu_{col}^2}{\omega^2 + \nu_{col}^2} \quad (A.7)$$

- **Regime não colisional**, $\omega \gg \nu_c$. Devido as raras colisões, os elétrons irão descrever um livre caminho médio do tamanho da descarga, o que lhes permite absorver energias da ordem do potencial ionizante (eV_{ion}), consequentemente a potência absorvida pelos elétrons será gasta em ionizações:

$$\bar{P} = \nu_i e V_{ion} \quad \nu_i = \frac{\bar{P}}{e V_{ion}} \sim \frac{e E_c^2 \nu_c}{2m_e V_{ion} \omega^2} \quad (A.8)$$

No regime de baixas pressões o coeficiente de difusão, $D \sim 1/p$, é alto e as perdas eletrônicas por difusão são expressivas. Desprezando-se as perdas por attachment, a condição para formação da descarga fica por conta de um balanço entre a frequência de ionização e as perdas por difusão $D = v_{te}^2/\nu_c$:

$$\nu_i = \frac{D}{\Lambda^2} = \frac{v_{te}^2}{\nu_c \Lambda^2} \quad (A.9)$$

$$\frac{e\nu_c}{2m_e V_{ie} w^2} E_c^2 = \frac{v_{te}^2}{\Lambda^2 \nu_c} \quad (A.10)$$

observando que $\nu_c \propto p$ (linearmente na maioria dos gases), obtemos a relação entre o campo E_{rms} e a pressão:

$$E_{rms} = \frac{E_c}{\sqrt{2}} = C_1 \frac{w}{\Lambda p} \quad (A.11)$$

O valor médio do campo crítico é também proporcional à frequência e inversamente proporcional ao comprimento característico de difusão, em completo acordo com os dados experimentais (Fig. A.1.a).

- **Regime colisional**, $w \ll \nu_c$. Neste caso as colisões entre os elétrons e as partículas neutras do gás serão predominantes, o processo de transferência de energia é ineficiente devido a grande diferença de massas. McDaniel [Reece95] demonstra que a fração de energia de ionização transmitida do elétron à partícula neutra é dada por:

$$\epsilon_{col} = \frac{2m_e M e V_{ion}}{(m_e + M)^2} \sim \frac{2m_e e V_{ion}}{M} \quad M \gg m_e \quad (A.12)$$

A potência absorvida é dada pelo produto entre a frequência com que ocorrem as colisões e a energia absorvida pelos elétrons, $\bar{P} = \nu_c \epsilon_{abs}$

$$\epsilon_{abs} \sim \frac{e^2 E_c^2}{2m_e \nu_c^2} \quad w \ll \nu_c \quad (A.13)$$

Condição para ionização: $\epsilon_{abs} \sim \epsilon_{col}$

$$\frac{e^2 E_c^2}{2m_e \nu_c^2} \sim \frac{2m_e e V_{ion}}{M} \quad (A.14)$$

$$E_{rms} = \frac{E_c}{\sqrt{2}} = m_e \nu_c \sqrt{\frac{2V_{ion}}{eM}} \quad (A.15)$$

$$E_{rms} \sim C_2 p \quad (A.16)$$

Portanto o campo de disruptura é proporcional à pressão e independente da frequência e do comprimento característico de difusão. A independência sobre a frequência aplicada resulta do limite $\omega \ll \nu_c$, uma vez que, em pressões mais altas, o efeito de um campo oscilante sobre os elétrons é indistinguível do efeito de um campo elétrico constante.

Campos Magnéticos

Ao incluirmos o efeito de um campo magnético no processo de disruptura, altera-se o movimento eletrônico e a difusão não é mais isotrópica (capítulo 4). A difusão radial é reduzida, uma vez que o raio da cavidade é "aumentado" dando lugar ao raio efetivo:

$$R_{ef} = R \sqrt{1 + \frac{w_{ce}^2}{\nu_c^2}}, \quad (A.17)$$

originando uma nova expressão para o comprimento característico de difusão [Macdonald]:

$$\frac{1}{\Lambda^2} = \left(\frac{2,405}{R}\right)^2 \frac{\nu_c^2}{\nu_c^2 + w_{ce}^2} + \left(\frac{\pi}{L}\right)^2 \quad (A.18)$$

Nos experimentos em disrupturas de descargas magnetizadas Lax, Allis e Brown [Lax50], observaram que para valores de campo magnético próximos ao campo magnético associado à ressonância eletrôn-ciclotrônica, a intensidade de campo elétrico crítico, E_{cB} , exibe um ponto de valor mínimo, e é reduzido ainda mais no limite de baixas pressões, Fig. A.2.

$$E_{cB}^2 = E_c^2 \frac{\nu_c^2}{2} \left[\frac{1}{(w + w_{ce})^2 + \nu_c^2} + \frac{1}{(w - w_{ce})^2 + \nu_c^2} \right] \quad (A.19)$$

Figura A.2: Disrupturas em plasmas magnetizados, Gás Hélio, a pressão de operação é indicada, $f = 3,0$ GHz; dados da experiência de Lax, Allis e Brown.

O efeito ressonante próximo à frequência eletrôn-ciclotrônica torna-se evidente no regime de baixas pressões.

A.2 Magnetrons, válvulas de microondas

Os magnetrons são frequentemente utilizadas como fonte de potência de microondas para unidades de tratamento com raios-X de baixa energia, **linacs** (aceleradores), fornos caseiros, etc. O magnetron tipo diodo foi inventado por Arthur Hull

em 1913, inicialmente para baixas frequências, fazendo uso de um circuito ressonante LC externo [Hull21]. O tipo de magnetron com cavidade foi inventado por Boot e Randall em 1940. Tanto a frequência como a potência de saída foram aumentadas em comparação com o magnetron de Hull, tornando possível a construção do RADAR (radio-assisted detection and ranging) de alta definição durante a segunda guerra mundial [South50]. Este dispositivo faz uso de um campo magnético estático $\vec{B}$ ao longo da cavidade, perpendicular ao plano equatorial do dispositivo (Fig. A3). Os elétrons emitidos a partir do catodo cilíndrico interno, negativamente polarizado, migram para o anodo concêntrico conectado ao terra. A parte interna da cavidade é selada à vácuo. Contornando o catodo existe uma série de pequenas cavidades ressonantes que formam uma estrutura de onda lenta. Assim que os elétrons adquirem velocidade, sofrem o efeito da força de Lorentz, $e(\vec{v} \times \vec{B})$, e são forçados na direção tangencial, descrevendo um complexo movimento cicloidal ao redor do catodo. No estado estacionário, são formadas nuvens eletrônicas giratórias que atuam sobre as cavidades ressonantes, induzindo um campo $\vec{E}$ oscilante nas cavidades. Quando estas nuvens assumem a mesma velocidade de fase do modo ressonante, há uma forte interação entre $\vec{E}$, na entrada destas cavidades, e os elétrons presos às nuvens. Tais campos atuam de forma a retirar energia dos elétrons e esta energia cinética é convertida em energia eletromagnética de alta frequência. Com a redução de sua energia, os elétrons migram para trajetórias de raio menor e, por vezes, são refletidos de volta ao catodo, provocando aquecimento deste. Para estudar o movimento eletrônico devemos aplicar a equação de Lorentz. Em um sistema de coordenadas cilíndricas (r, θ) temos:

$$\frac{d\vec{v}}{dt} = -\frac{e}{m}(\vec{E} + \vec{v} \times \vec{B}) \quad (A.20)$$

onde,

$$\frac{dv_r}{dt} = \frac{d^2r}{dt^2} - r\left(\frac{d\theta}{dt}\right) = \frac{e}{m}E_r - \frac{e}{m}rB_z\frac{d\theta}{dt} \quad (A.21)$$

$$\frac{dv_\theta}{dt} = \frac{1}{r}\frac{d}{dt}\left(r^2\frac{d\theta}{dt}\right) = \frac{e}{m}B_z\frac{dr}{dt}. \quad (A.22)$$

Reescrevendo esta última equação em termos da frequência ciclotrônica, ω_c ; obtemos

$$\frac{d}{dt}\left(r^2 \frac{d\theta}{dt}\right) = \frac{e}{m} B_z r \frac{dr}{dt} = \frac{1}{2} w_c \frac{d}{dt} r^2 \quad (A.23)$$

Figura A.3: Diagrama esquemático do funcionamento do magnetron

Integrando sobre $r = a$, raio do catodo cilíndrico, podemos expressar a velocidade angular por:

$$\frac{d\theta}{dt} = \frac{1}{2} w_c \left(1 - \frac{a^2}{r^2}\right) \quad (A.24)$$

Uma vez que o campo magnético não exerce trabalho sobre a partícula, a energia cinética dos elétrons é dada por

$$\frac{1}{2} m v^2 = e \Phi \quad v_r^2 + v_\theta^2 = \left(\frac{dr}{dt}\right)^2 + \left(r \frac{d\theta}{dt}\right)^2 \quad (A.25)$$

em $r = b$, onde b é o raio na borda do anodo, onde $\Phi = \Phi_0$, e $\frac{dr}{dt} = 0$, quando os elétrons tangenciam o anodo. Temos então

$$b^2 \left(\frac{d\theta}{dt}\right)^2 = b^2 \left[\frac{1}{2} w_c \left(1 - \frac{a^2}{b^2}\right)\right]^2 = \frac{2e}{m} \Phi_0, \quad (A.26)$$

de forma que o elétron adquire velocidades tangencial e radial. Defini-se então a equação de corte magnético de Hull, estabelecendo a razão B_z/Φ_0 que determina quando o elétron é refletido, retornando ao catodo:

$$B_{0H} = \frac{\sqrt{8\Phi_0 \frac{e}{m}}}{b(1 - \frac{a^2}{b^2})} \quad (A.27)$$

Significando que, para $B_z > B_{0H}$, para um dado potencial Φ_0 , os elétrons não alcançarão o anodo. Por outro lado a tensão de corte de Hull

$$\Phi_{0H} = \frac{e}{8m} B_z^2 b^2 (1 - \frac{a^2}{b^2})^2 \quad (A.28)$$

onde percebemos que, caso $\Phi_0 < \Phi_{0H}$, para um dado B_z , os elétrons não chegam ao anodo.

O período de revolução dos elétrons é $\tau = 2\pi m / eB_z$. Desde que a estrutura de onda lenta seja fechada, as oscilações somente serão possíveis se o deslocamento de fase ao redor da estrutura for um múltiplo inteiro de 2π radianos. Portanto se tivermos N cavidades no anodo, o deslocamento de fase entre duas cavidades vizinhas será

$$\phi_n = \frac{2\pi n}{N} \quad (A.29)$$

onde o inteiro n indica o n -ésimo modo de oscilação. Para que as oscilações ocorram na estrutura, o potencial DC no anodo deve ser ajustado, de forma que a velocidade de rotação dos elétrons corresponda à velocidade de fase do campo gerado na cavidade. Os magnetrons são preferencialmente operados com oscilação no modo π , $\phi_n = \pi$. Sendo L a separação média entre duas cavidades adjacentes, a constante de fase β_0 do modo fundamental é dada por

$$\beta_0 = \frac{2\pi n}{NL} \quad (A.30)$$

Podemos determinar os campos dentro da estrutura de onda lenta resolvendo as equações de Maxwell com as respectivas condições de contorno. A solução para a componente fundamental E_θ do campo elétrico tem a forma [Lebedev74]

$$E_{\theta 0} = iE_0 \exp^{i(\omega t - \beta_0 \theta)} \quad (A.31)$$

Portanto o modo fundamental na cavidade tem velocidade angular $\frac{d\theta}{dt} = \frac{\omega}{\beta_0}$. Quando esta velocidade angular do campo for igual à frequência ciclotrônica dos elétrons,

$$w_c = \beta_0 \frac{d\theta}{dt}, \quad (A.32)$$

então ocorre a transferência de energia.

A.2.1 Potência de saída e eficiência

A potência de saída e eficiência numa válvula magnetron dependem da fonte de potência DC e da estrutura ressonante (cavidade). Cada cavidade na estrutura de onda lenta constitui uma cavidade ressonante em separado (Fig. A.4). O fator de qualidade da cavidade não carregada e o fator de qualidade externo do circuito carregado são dados por [South50]:

$$Q_{nc} = \frac{w_0 C}{G_r} \quad e \quad Q_{ex} = \frac{w_0 C}{G_l} \quad (A.33)$$

onde w_0 é a frequência angular ressonante, C é a capacitância entre as aletas das cavidades e G é a condutância. O fator Q_c para carga do circuito ressonante é expressado pela equação

$$Q_c = \frac{w_0 C}{G_r + G_l} \quad (A.34)$$

Defini-se eficiência do circuito através da equação

$$\eta_c = \frac{G_l}{G_r + G_l} = \frac{G_l}{G_{ex}} = \frac{1}{1 + Q_{ex}/Q_{nc}} \quad (A.35)$$

Portanto a eficiência máxima do circuito é obtida quando o magnetron está muito carregado, $G_l \gg G_r$, o que torna o magnetron muito sensível à carga. Por isso a razão Q_l/Q_{ex} é escolhida num intervalo de alta eficiência do circuito e que não comprometa a estabilidade da frequência. Um fator que envolve as perdas pode ser definido através da eficiência eletrônica:

$$\eta_e = \frac{P_{tot}}{P_{DC}} = \frac{\Phi_0 I_0 - P_{perdas}}{\Phi_0 I_0} \quad (A.36)$$

Onde P_{tot} é a potência de microondas induzida no circuito do anodo, P_{DC} é a potência da fonte DC, I_0 é a corrente no anodo e P_{perdas} é a potência dissipada no

Figura A.4: Ressonador da magnetron-circuito equivalente

circuito do anodo. Como exemplo consideremos os seguintes parâmetros de uma magnetron convencional Litton pulsada, L-5080, para alta potência.

Potência dissipada $P_{perdas} = 18,5 \text{ kW}$

Frequência de operação $f_0 = 9 \times 10^9 \text{ Hz}$

Corrente no anodo $I_0 = 4,5 \text{ A}$

Tensão no anodo $\Phi_0 = 5,5 \text{ kV}$

Condutância do ressonador $G_r = 2 \times 10^{-4} \text{ mho}$

Condutância carregada $G_l = 2,5 \times 10^{-5} \text{ mho}$

Capacitância $C = 2,5 \text{ pF}$

Resultando uma eficiência de circuito, $\eta_c = 21\%$; e uma eficiência eletrônica $\eta_e = 35,35\%$.

A.3 Polarização dinâmica em Rádio Frequência

No caso em que uma voltagem harmônica (senoidal) é aplicada ao porta-substrato como um eletrodo, eletricamente isolado do restante da cavidade, a média temporal da diferença de potencial entre qualquer ponto no plasma e o substrato deve desaparecer, se o campo for harmônico em todo o volume da descarga. Isto se dá

na região de plasma neutro, $n_e \sim n_i$. Contudo na região da bainha, $n_e < n_i$ em torno do substrato, o campo não é harmônico, de forma que o substrato adquire um potencial constante e negativo em relação ao plasma, $-V_e$. Esta queda de potencial é observada experimentalmente no substrato e é chamada auto-polarização [Chapman80]. Sua origem está na diferença de mobilidade entre íons e elétrons numa descarga. Para explicarmos este efeito devemos considerar alguns aspectos físicos de descargas DC e AC, e então extrapolarmos para as altas frequências de RF.

Suponhamos uma descarga DC, em que o catodo suporta um dielétrico em contato com o plasma, e que estará polarizado negativamente ($-V_e$). Sua superfície, atraindo íons positivos, atenuará o potencial negativo, e a descarga desaparece quando este potencial passar pelo valor crítico de ruptura. Numa descarga AC o processo é idêntico, alternando o papel de catodo entre os dois eletrodos da descarga, na frequência utilizada. Uma vez que o dielétrico carrega-se muito rapidamente, teremos uma sequência de arcos elétricos (flash's). Apenas para estimarmos o tempo da carga, t_c , deste dielétrico, tomemos alguns valores característicos: a capacitância de uma peça de quartzo de 4 mm de espessura fica em torno de 1 pF/cm^2 , numa diferença de potencial de 1 kV. Supondo uma densidade de corrente iônica 1 mA/cm^2 constante, temos

$$C = \frac{Q}{V} = \frac{it_c}{V} \quad e \quad t_c = \frac{CV}{i} \sim 1 \times 10^{-6} \text{ s}. \quad (\text{A.37})$$

Portanto, o dielétrico será carregado em $1 \mu\text{s}$. Para que tivéssemos uma descarga contínua seria necessário uma frequência mínima de 1 MHz. Observando o circuito de alta frequência na figura A.5 (fonte de onda quadrada, 2kV de pico a pico, $f > 1 \text{ MHz}$), podemos acompanhar a evolução do potencial na superfície do dielétrico, V_B (b), em relação ao potencial aplicado, V_A (a). Em $t=0$ $V_A = V_B = -1 \text{ kV}$, as cargas positivas passam a bombardear o dielétrico, sendo neutralizadas em sua superfície. A partir daí o potencial V_B aumenta até -800 V em $\tau/2$, instante em que V_A passa para a segunda parte do ciclo, sendo polarizado a $+1 \text{ kV}$, e seguido por $V_B = +1,2 \text{ kV}$. Com isso, a superfície do dielétrico passa a coletar elétrons, devido à sua mobilidade ser maior que a dos íons, e a corrente neste ciclo será maior, proporcionando uma variação do potencial V_B maior que na parte iônica do ciclo. Digamos que em τ , $V_B = +100 \text{ V}$, novamente a tensão da fonte muda para

$V_A = -1kV$, consequentemente $V_B = -1900$, e assim por diante. Em poucos ciclos a superfície apresentará um nível DC negativo de polarização.

Figura A.5: Esquema para um diodo RF; diagramas das formas de onda para tensão da fonte (a), autopolarização formada na superfície do dielétrico (b), corrente total (c), forma de onda senoidal, de uma fonte convencional (d).

Devido a esse nível DC, a superfície passa a ser bombardeada por íons ininterruptamente, apenas uma pequena parte do ciclo eletrônico permanecerá, bastando para que sejam coletados os elétrons necessários ao equilíbrio da corrente iônica (c). As fontes convencionais de RF fornecem um sinal senoidal que descreve um estado estacionário exibido na parte (d) da figura. A auto-polarização DC, de uma forma geral, não ultrapassa o valor de metade da tensão pico a pico oferecida pela fonte e depende muito da geometria de eletrodos utilizada, devido à distribuição de potencial. Podemos dizer que conforme aumentamos a frequência aplicada diminuimos a duração do transiente inicial, primeiros ciclos antes de atingir o estado estacionário; sem que seja alterado o nível DC de auto-polarização final.

A.4 Referências

- [Raizer91] Yuri P. Raizer, Gas Discharges Physics (Springer-Verlag, 1991)
- [Brown59] Sanborn C. Brown, Basic Data of Plasma Physics (MIT Press, 1959)
- [MacDonald66] A.D. MacDonald, Microwave Breakdown in Gases (Wiley, 1966)
- [Gaskell63] A.D. MacDonald, D.U. Gaskell e H.N. Gitterman, Phys. Rev. 130, 1841(1963)
- [Reece95] J. Reece Roth, Industrial Plasma Engineering, vol.1 (Institute of Physics Publishing, 1995)
- [Lax50] B. Lax, W.P. Allis e Sanborn C. Brown, J. Appl. Phys. 21, 1297(1950)
- [Hull21] A.W. Hull, Phys. Rev. 18, 31(1921)
- [South50] G.C. Southworth, Principles and Applications of Waveguide Transmission (Van Nostrand, 1950)
- [Lebedev74] I. Lebedev, Microwave Electronics (MIR, 1974)
- [Chapman80] B. Chapman, Glow Discharge Processes (Wiley, 80)