

ESTUDIO Y MEDIDA
DE LAS CARACTERÍSTICAS
IÓNICAS DE PLASMAS
MEDIANTE
ESPECTROMETRÍA DE MASAS

UNIVERSIDAD DE CÓRDOBA

DEPARTAMENTO DE FÍSICA

Memoria presentada por:
MARIA VANESSA LUCENA POLONIO
para optar al grado de DOCTOR EN FÍSICA
Córdoba, Mayo 2014



TITULO: *Estudio y medida de las características iónicas de plasmas mediante espectrometría de masas*

AUTOR: *María Vanessa Lucena Polonio*

© Edita: Servicio de Publicaciones de la Universidad de Córdoba. 2014
Campus de Rabanales
Ctra. Nacional IV, Km. 396 A
14071 Córdoba

www.uco.es/publicaciones
publicaciones@uco.es



TÍTULO DE LA TESIS: Estudio y medida de las características iónicas de plasmas mediante espectrometría de masas

DOCTORANDO/A: María Vanessa Lucena Polonio

INFORME RAZONADO DEL/DE LOS DIRECTOR/ES DE LA TESIS

(se hará mención a la evolución y desarrollo de la tesis, así como a trabajos y publicaciones derivados de la misma).

El trabajo presentado por D^a María Vanessa Lucena Polonio para acceder al grado de Doctor reproduce la calidad de una labor de investigación que se ha desarrollado de forma adecuada durante los últimos años. Esta labor comenzó con una búsqueda de la bibliografía relacionada con el tema a investigar, desde las bases hasta el estado actual. Esta búsqueda le permitió estudiar con profundidad todo lo relacionado con la teoría y técnicas que se pretendían utilizar en la investigación. Fruto de este estudio ha sido la puesta a punto de una nueva técnica para la diagnosis de plasmas a baja a presión que se describirá en los siguientes párrafos. La labor de investigación ha concluido con la redacción de una memoria muy completa sobre todos los aspectos desarrollados en la investigación.

Una de las aplicaciones más relevantes de la Física del Plasma consiste en el tratamiento de una superficie para dotarla de características específicas. Para ello, se introduce la superficie a tratar dentro de una atmósfera de plasma, bien flotante, o bien polarizada respecto del plasma. Para controlar el efecto que el plasma produce sobre la superficie, es imprescindible conocer las características del plasma. En la tesis doctoral presentada, se propone un nuevo método de diagnosis que permite conocer las características fundamentales de los iones, tanto positivos como negativos, que componen el plasma. La nueva técnica utiliza la sonda de entrada de un espectrómetro de masas analizador de iones. Para implementar esta nueva técnica se ha instalado en la sonda de entrada del espectrómetro un aditamento que permite polarizar dicha sonda de entrada respecto del plasma. De esta forma, el orificio de entrada de la sonda del espectrómetro de masas, actúa como una sonda electrostática plana ya que las dimensiones del orificio son mucho menores que las dimensiones de la vaina que rodea a la sonda de entrada del espectrómetro. Este dispositivo permite medir la curva característica, intensidad de corriente frente a potencial de polarización, de una especie concreta de ion que se sintoniza con el espectrómetro, para poder así aplicar las técnicas clásicas de diagnosis mediante sondas electrostáticas de Langmuir, a cada una de las especies de iones.

La nueva técnica se ha utilizado para caracterizar la especie de ion mayoritario en tres tipos de plasmas generados mediante una descarga de corriente continua en: argón, helio y aire. Para comprobar la bondad del método propuesto, se han utilizado

varios test: se ha comprobado que el potencial del plasma coincide con el que se obtiene del analizador de iones, asimismo, el potencial del plasma no depende de la especie de ion que se mida y la función de distribución de probabilidades de energía del ion medida mediante el nuevo método coincide con la que proporciona el analizador de iones. Además, se ha comprobado que el hecho de polarizar la superficie de entrada del espectrómetro de masas no influye en la estructura del plasma. La nueva técnica desarrollada permite además, conocer la cantidad de iones que llegan a la superficie y su distribución de probabilidades de energía, por lo que supone un avance significativo para la mejora de las técnicas de tratamiento de superficie en atmósfera de plasma.

Finalmente, D^a María Vanessa ha disfrutado de una estancia en la Queen's University de Belfast, lo que le permitirá obtener el doctorado con mención internacional. Durante su estancia ha trabajado en plasmas generados por radiofrecuencia, que son también muy utilizados en las técnicas de tratamiento de superficie. El trabajo desarrollado va a permitir al grupo a comenzar a investigar en este tipo de plasmas.

Los resultados principales de la tesis doctoral se han publicado en un artículo en la revista Plasma Physics and Controlled Fusion, titulado *Mass spectrometry diagnosis on ion species in low-pressure plasmas* (M. V. Lucena Polonio, J. M. Díaz Cabrera, J. I. Fernández Palop, R. Morales Crespo, M. A. Hernández y J. Ballesteros, Plasma Phys. Control. Fusion **53** 124024 2011). Además, la doctoranda ha participado de forma activa en la publicación de otros trabajos desarrollados dentro del grupo de investigación y que se han publicado en revistas de prestigio como Journal of Applied Physics, IEEE Transactions on Plasma Physics y Plasma Sources Sciences and Technology.

La tesis doctoral que se presenta tiene una alta calidad en cuanto a metodología y resultados y es una gran aportación al desarrollo de la Física del Plasma

Por todo ello, se autoriza la presentación de la tesis doctoral.

Córdoba, __27__ de __mayo__ de __2014__

Firma del/de los director/es



Fdo.: _José Ignacio Fernández Palop_ Fdo.: _____

A mis padres,
Manuel Lucena y Francisca Polonio.
A mis hermanos,
Manuel Jesús y María.

AGRADECIMIENTOS

Quiero dar las gracias a todos los que han hecho posible que yo pueda comenzar, desarrollar y finalizar este trabajo, si es posible sin olvidar a nadie.

En primer lugar agradecer a mi familia el apoyo incondicional y constante desde el primer día que comencé en este proyecto hasta el día de hoy. Quiero dar las gracias a mi padres por su apoyo moral en cada momento y, por qué no decirlo, por el apoyo económico. Doy a mi hermano gracias por escuchar todos y cada uno de los relatos cuando volvía de trabajar, que aunque él no comprendiera la mitad de la historia (porque ya sabemos que la física del plasma se escapa del conocimiento general de la mayoría de las personas) era capaz de aconsejarme y entenderme. También doy las gracias a mis amigos, y de manera muy especial a Loles, por apoyarme cuando nadie lo hacía y por aguantar todas las consecuencias que lleva hacer un doctorado con mención internacional.

Doy las gracias de manera fervorosa a todos mis compañeros del Departamento de Física de la Universidad de Córdoba porque cada uno ha aportado un granito de arena a ésto que presento aquí. Doy las gracias a mi director de tesis, Dr. José Ignacio Fernández Palop, por la paciencia que me ha mostrado, por lo que me ha enseñado y por su eficacia. Quiero dar las gracias de manera muy especial a la persona que ha estado conmigo día a día, en los malos momentos y en los buenos, porque a pesar de todo el trabajo que pudiera tener él, siempre tenía un huequito para ir al laboratorio a preguntarme cómo estaba, porque me ha tratado como a una hija y porque siempre tiene la solución a los problemas por más complicados que parezcan, el Dr. Jerónimo Ballesteros Pastor. Porque sin él yo no podría haber avanzado lo que he avanzado, porque no podría haber aprendido ni la mitad de lo que sé ahora, porque no hubiera tan siquiera comenzado con ello. Es por todo ello y mucho más por lo que doy las gracias a «mi señorito» Jerónimo.

También doy las gracias de manera especial a mis compañeros de grupo, Dr. Miguel Ángel Hernández Aláez, Dr. Rut Morales Crespo por dar una respuesta rápida y concisa a todas mis preguntas y llevar hacia adelante el progreso del "Grupo de Vainas".

Mandar mi agradecimiento a la Junta de Andalucía y en particular a la Consejería de Innovación, Ciencia y Empresa (Ref. No P07-TEP-02874 JA-CICE, Proyectos de Investigación de Excelencia) que me dieron el apoyo económico necesario para la realización de mi proyecto de trabajo, así como la posibilidad de completar mi formación con tres meses en una de las univer-

sidades más prestigiosas de Europa, la Queen 's University of Belfast. Doy las gracias pues, a todos los compañeros de la Queen 's que me acogieron como a una más en esos tres meses, mencionando de manera destacada a Mujahid Zaka-ul-Islam y en especial a mi tutor el Dr. Bill Graham.

Quiero agradecer que se me haya dado la posibilidad de superarme como persona, de estudiar lo que me gusta, de trabajar en lo que quiero, de realizar un sueño, de viajar por numerosas partes del mundo por todo ello y mucho más, muchísimas gracias.

Muchas gracias sinceramente.

ABSTRACT

This work proposes a method to measure the $I_i - V$ characteristic of a plane probe for each one of the ion species present in a low-pressure plasma, by using a mass spectrometer as the ammeter whose probe entrance can be biased at an arbitrary electric potential. From the $I_i - V$ characteristic, the corresponding ion energy probability distribution function of each ion species in the plasma is obtained. Moreover, the corresponding ion temperature and the plasma potential are obtained. The results are in good agreement with those obtained from classical diagnosis methods as Langmuir probes and mass spectrometry.

Plasma processing of materials is a very complex task since it involves plasmas including multiple species of ions. In order to control and enhance these technological processes, it is necessary to improve the plasma diagnostics methods for the determination of the plasma potential, the electric field distribution in the plasma and the energy distribution function of each charged species in the plasma, both electrons and ions, which will let us determine their corresponding densities and temperatures. Moreover, these measurements are necessary for understanding the ion flux to the plasma boundary close to the surface to be processed and improving the plasma-wall interaction knowledge. So, these types of measurements are fundamental to understanding the plasma-wall interaction on which the plasma processing of materials is based (Oksuz L. and Hershkowitz N., 2002, Lee D. et al., 2007 and Ghim Y. C. and Hershkowitz N., 2009). In this way, systems for ion analysis based on mass spectrometry are commonly used since they allow us studying each one of the multiple species of ions present in the plasma separately (Hollenstein C. et al., 1994, Stoffels E. et al., 1998 and Gudmundsson J. T., 1999). In fact, these instruments can determine the ion energy probability distribution function (IEPDF) using energy filters. Nevertheless, their usual accuracy in energy is about 0,05 eV (20 data per eV). This value is not accurate enough in low-temperature plasmas, in which the ion thermal energy is close to that value, and should be lowered.

On the other hand, Langmuir probe methods are still being widely used in plasma diagnostics, even in the case of electronegative plasmas or in those in which the positive ion temperature should be considered (Fernández Palop J. I. et al., 1996 , Demidov V. I. et al., 2002, Morales Crespo R. et al., 2003, Morales Crespo R. et al., 2004 a) y b), Ballesteros J. et al., 2006 and Díaz-Cabrera J. M. et al., 2012). In these types of plasmas, methods considering

the positive ion saturation/accelerating zone of the $I - V$ characteristic are used since the perturbation due to the probe immersed in the plasma is quite negligible (Dengra A., 1990, Fernández Palop J. I. et al. 1996, Ballesteros J. et al., 2006 and Díaz-Cabrera J. M. et al., 2012). Nevertheless, these probe methods are not so useful in multicomponent plasmas since the ion current is very small, and hence, difficult to measure. Furthermore, it is the superposition of the current due to several ion species present in the plasma. Thus, Langmuir probe diagnosis methods are unable to discriminate which part of the measured current corresponds to each ion species.

Moreover, even in the case of monocomponent plasmas, such as argon plasmas, there are always other gases present as impurities due to residual air or the sputtering from the walls or electrodes of the discharge. From this point of view, the measurement of the $I_i - V$ characteristic of a specific ion species is of considerable technological interest since it gives information about the flow of this specific ion species to the probe as a function of the biasing potential. This information about the ion current collected by the probe as a function of its biasing potential of a specific ion species may be used in surface treatment devices, in which the probe plays the role of the substrate.

The aim of this work is to present a method to measure the $I_i - V$ characteristic of a plane probe for each one of the ion species present in a low-pressure Argon, Helium and Oxygen plasma using a mass spectrometer as the ammeter whose probe entrance can be biased at an arbitrary electric potential. We will show how the mass spectrometer probe entrance, biased in potential, can behave as a plane probe. Moreover, the experimental setup and measurement method are analyzed. Using this method, the plasma potential, the Ion Energy Probability Distribution Function (IEPDF) and the corresponding ion temperature are obtained; Furthermore, these results are analyzed. Finally, in order to ensure the validity of the proposed measurement method, we have checked it in three different ways. The good results obtained from this check are presented and analyzed.

RESUMEN

Este trabajo propone un método para medir la característica $I_i - V$ de una sonda plana para cada una de las especies de iones presentes en un plasma a baja presión, utilizando un espectrómetro de masas como amperímetro cuya sonda de entrada puede ser polarizada a un potencial eléctrico arbitrario. De la característica $I_i - V$ se obtiene la función de distribución de probabilidades de energía de cada especie iónica presente en el plasma. Además se obtienen la temperatura de los iones y el potencial del plasma. Los resultados están de acuerdo con los obtenidos a partir de los métodos clásicos de diagnosis, tales como los de sondas de Langmuir clásicos y la espectrometría de masas.

El procesamiento de materiales con plasma es una tarea muy compleja porque comprende plasmas con varias especies de iones. Con el fin de controlar y mejorar los procesos tecnológicos, es necesario mejorar los métodos de diagnóstico del plasma para la determinación del potencial del plasma, la distribución del campo eléctrico en el plasma y la función de distribución de energía de cada especie cargada en el plasma, electrones y iones, parámetros que nos permitirán determinar sus correspondientes densidades y temperaturas. Además, esas medidas son necesarias para establecer el flujo de iones desde el plasma hacia la superficie y mejorar así el conocimiento de la interacción plasma-pared. (Oksuz L. and Hershkowitz N., 2002, Lee D. et al., 2007 y Ghim Y. C. y Hershkowitz N., 2009). Los sistemas para el análisis de iones basados en la espectrometría de masas se utilizan comúnmente, ya que nos permiten estudiar cada una de las múltiples especies de iones presentes en el plasma por separado (Hollenstein C. et al., 1994, Stoffels E. et al., 1998 y Gudmundsson J. T., 1999). De hecho, estos instrumentos pueden determinar la función de distribución de probabilidad de energía de los iones (IEPDF) utilizando filtros de energía. Sin embargo, su precisión habitual en energía es de aproximadamente 0,05 eV (20 datos por eV), valor que no es suficientemente preciso en plasmas de baja temperatura, en el que la energía térmica de los iones está cerca de ese valor, y debe ser disminuido.

Por otro lado, los métodos de sonda de Langmuir están siendo ampliamente utilizados en la diagnosis de plasmas, incluso en el caso de plasmas electronegativos o en aquellos en los que la temperatura de los iones positivos debe ser considerada (Fernández Palop J. I. et al., 1996, Demidov V. I. et al., 2002, Morales Crespo R. et al., 2003, Morales Crespo R. et al., 2004 a) y b), Ballesteros J. et al., 2006 y Díaz-Cabrera J. M. et al., 2012). En este

tipo de plasmas se usa la zona de saturación iónica de la característica $I - V$ ya que la perturbación debida a la presencia de la sonda en el plasma es despreciable (Dengra A., 1990, Fernández Palop J. I. et al., 1996, Ballesteros J. et al., 2006 y Díaz-Cabrera J. M. et al., 2012). Sin embargo, estos métodos de sondas de Langmuir no son tan útiles en los plasmas multicomponentes, ya que la corriente iónica es muy pequeña y, por lo tanto, difícil de medir y además es la superposición de la corriente debido a las distintas especies de iones presentes en el plasma. Por lo tanto, los métodos de sonda Langmuir no pueden discriminar la parte de la corriente iónica medida que corresponde a cada especie iónica.

Además, incluso en el caso de los plasmas monocomponente, tal como un plasma de Argon, siempre hay otros gases presentes como impurezas debidas a la presión residual o al bombardeo iónico de las paredes o de los electrodos de la descarga. Desde este punto de vista, la medida de la característica $I_i - V$ de una especie iónica específica es de interés tecnológico considerable, ya que da información sobre el flujo de esta especie iónica a la sonda como una función del potencial de polarización. Esta información acerca de la corriente recogida por una sonda en función de su potencial de polarización de una especie iónica puede ser utilizada en dispositivos de tratamiento de superficies, ya que la sonda interpreta el papel del sustrato.

El objetivo del presente trabajo es presentar un método de medida de la característica $I_i - V$ de una sonda plana para cada una de las especies iónicas presentes en plasmas de Argon, Helio y Oxígeno a baja presión usando como amperímetro un espectrómetro de masas cuya sonda de entrada puede ser polarizada a un potencial arbitrario. Se mostrará cómo la sonda de entrada del espectrómetro de masas, polarizada a un potencial arbitrario, se comporta como una sonda plana. Se analizará el dispositivo experimental y el método de medida utilizados para dicho propósito. Como resultados se obtienen el potencial del plasma, la Función de Distribución de Probabilidad de Energía de los Iones (IEPDF) y la temperatura de los iones. Se ha verificado la bondad de los resultados obtenidos con el método propuesto comparándolos con los resultados obtenidos del método clásico de sondas de Langmuir. Finalmente, se han realizado tres comprobaciones con el fin de asegurar la validez del método propuesto. Dichas comprobaciones serán presentadas y analizadas

Índice general

1. Objetivos	15
2. Introducción	19
2.1. Plasma	19
2.1.1. Parámetros de un plasma	21
2.1.2. Modelos teóricos	25
2.2. Vainas iónicas positivas. Criterio de Bohm	26
2.2.1. Vaina y prevaina	31
2.3. Curva característica $I - V$ de una sonda	35
2.3.1. Zona de saturación iónica: modelos de vainas iónicas	37
2.3.2. Zona de retardo electrónico	56
2.3.3. Zona de saturación electrónica	57
2.4. Aplicaciones de los estudios de vainas iónicas	58
2.4.1. Diagnóstico de plasmas	58
2.4.2. Aplicaciones industriales	67
3. Dispositivo experimental	73
3.1. Finalidad y requisitos	73
3.2. Descripción del dispositivo experimental	73
3.2.1. Cámara de vacío	76
3.2.2. Electrodo	78
3.2.3. Sistema de vacío	78
3.2.4. Medida de vacío	80
3.2.5. Sistema de calentamiento	81
3.2.6. Regulador de presión	82
3.2.7. Fuente de alta tensión	83
3.2.8. Control del dispositivo experimental	84
3.3. Descripción del dispositivo de medida	84

3.3.1.	Sistema de análisis de iones de un plasma por espectrometría de masas	85
3.3.2.	Driven Electrode Probe Accesory (DEPA)	90
3.3.3.	Sistemas de polarización del DEPA	94
3.3.4.	Sondas electrostáticas de Langmuir	95
3.3.5.	Sistema de polarización de sondas de Langmuir	98
3.3.6.	Dispositivo de adaptación de señales de las sondas de Langmuir	99
3.3.7.	Dispositivo de adquisición de datos. Tarjeta de medida	99
3.3.8.	Control del dispositivo de medida	100
4.	Método de medida	101
4.1.	Introducción	101
4.2.	Instrumentación Virtual. <i>LabVIEW</i> [®]	102
4.2.1.	Características de <i>LabVIEW</i> [®]	102
4.3.	Lenguaje de programación de <i>LabVIEW</i> [®]	104
4.4.	Calibración del PSM para una especie iónica	109
4.5.	Calibración de la salida analógica del detector del PSM	110
4.6.	Medida de la composición del plasma con el PSM	111
4.7.	Medida de la característica $I - V$	115
4.7.1.	Descripción del VI ELE: toma y tratamiento de datos	119
4.8.	Medida de la curva característica $I_i - V$ por especies iónicas	147
4.8.1.	Descripción del panel frontal del VI ESE	151
4.8.2.	Descripción del diagrama de bloques del VI ESE. Proceso de medida	152
4.9.	Protocolo de medida	159
5.	Resultados y análisis	163
5.1.	Resultados de espectros de iones para un plasma de Argon	163
5.2.	Característica $I_i - V$ de la sonda plana para el ion Ar^+	164
5.3.	Función de Distribución de Probabilidades de Energía del ion Ar^+	168
5.4.	Caracterización de descargas mediante las sondas electrostáticas	170
5.4.1.	Sondas cilíndricas	170
5.5.	Verificación de los resultados obtenidos por el nuevo método	177
5.6.	Estudio de los resultados obtenidos para el plasma de Argon	184
5.7.	Resultados para un plasma de Helio	198
5.7.1.	Sonda plana (orificio del DEPA)	198

Índice general	13
<hr/>	
5.7.2. Sondas de Langmuir	203
5.8. Resultados para un plasma de aire	206
6. Conclusiones	209
6.1. Conclusions	209
6.2. Conclusiones	212
Bibliografía	223
Anexos	231

Capítulo 1

Objetivos

En general, el estudio de los plasmas en la actualidad es de gran interés debido a sus diversos campos de aplicación en la industria y la tecnología: tratamiento de superficies, fabricación de semiconductores y microprocesadores, tratamiento de desechos, tecnología de alimentos, iluminación, ...

En particular, cabe resaltar el tratamiento de superficies en atmósfera de plasma, es decir, la deposición de sustancias sobre superficies, sustratos, a las que se les quiere dotar de unas características determinadas, eléctricas, ópticas, mecánicas, etc. Son muchas las técnicas que se utilizan en estos procesos, siendo una de las más usuales la denominada Deposición Química Asistida por Plasmas (Plasma Assisted Chemical Vapor Deposition, PACVD). En todas ellas es necesario estudiar el tipo de iones que acceden a la superficie, su flujo, su energía, etc. Por todo ello son necesarios estudios sobre diagnosis de plasmas que nos den las características $I_i - V$, temperaturas, densidades de las distintas especies y potenciales característicos del plasma así como, distribuciones espaciales de los mismos en la cámara de descarga. También es necesario estudiar la interfase, que denominaremos vaina, entre dicho plasma y la superficie a tratar, puesto que ésta influirá notablemente en el resultado de la deposición. En los últimos tiempos estos cometidos se están llevando a cabo utilizando un novedoso instrumento denominado Sistema de Análisis de Iones del Plasma (SAIP), que consiste en un colector de iones, un selector de velocidades (energías) de los iones y un espectrómetro de masas, de modo que nos permite estudiar por separado las especies que acceden a la superficie a tratar, que en este caso es el orificio de la sonda del SAIP que introducimos en el plasma, su flujo y la energía con que acceden a dicha superficie.

Sin embargo, hay un parámetro de capital importancia en estos procesos de PACVD que es la polarización del sustrato, ya que si se pretenden depositar iones positivos, por ejemplo, parece lógico polarizar el sustrato negativamente respecto del plasma para atraerlos. No obstante, esto puede ser perjudicial puesto que un valor muy elevado de ese potencial implicaría que los iones impactarían contra el sustrato con mucha energía y en vez de adherirse a él, rebotarían e incluso arrancarían otros iones ya depositados, o dañarían la superficie a tratar, fenómeno conocido como sputtering.

Para realizar este estudio hemos acoplado un sistema de polarización a la sonda del espectrómetro de masas que nos permitirá medir el flujo de las diferentes especies iónicas que atraviesan el orificio de entrada en función de la polarización de dicha sonda. Es decir, la característica $I_i - V$ de las distintas especies iónicas del plasma, las cuales nos aportarán diagnosis alternativas del plasma y de las especies iónicas que lo constituyen por separado.

Por último cabe resaltar la importancia de este estudio para las aplicaciones industriales, ya que son muchas las técnicas de diagnosis usadas en la industria para la realización de tratamientos de superficies. Por tanto, cabe resaltar las distintas aplicaciones industriales en las que se puede usar el método presentado en este trabajo. Con este estudio se va a obtener el tipo de iones que llegan a la sonda, el flujo y la energía con que estos iones llegan, haciendo ésta el papel de superficie a tratar. Por lo tanto, el método de diagnosis que se presenta en este trabajo puede ser muy útil para mejorar los distintas aplicaciones ya nombradas.

Así, los objetivos que nos planteamos en el presente trabajo son:

- Hacer una revisión bibliográfica para estudiar los antecedentes y la situación actual del tema objeto del presente trabajo. Es decir, estudiaremos los conceptos generales y básicos y las últimas teorías que tenemos sobre medida de especies iónicas en plasmas y las diferentes teorías de vainas iónicas.
- Poner a punto el sistema de análisis de iones por espectrometría de masas, con filtro de energía de los iones y sistema de polarización de sonda.
- Poner a punto el método de medida de características $I_i - V$ de una sonda plana para las distintas especies iónicas con el sistema de análisis de iones.

- Tratar los datos de la característica $I_i - V$ de una sonda plana para las distintas especies iónicas para obtener los resultados siguientes: potencial del plasma, V_p , temperatura iónica, T_i , la IEPDF, y el parámetro A de esas especies iónicas, cuyo significado se explicará a lo largo del trabajo.
- Comparar de los datos obtenidos con otros métodos clásicos, tales como sondas de Langmuir y SAIP con filtros de energía.
- Comprobar la validez de los mismos de varios modos diferentes.

Capítulo 2

Introducción

2.1. Plasma

Los términos plasma y vaina fueron introducidos por Langmuir en 1923 y 1928 respectivamente [Langmuir I., 1923 y Langmuir I., 1928]. Posteriormente, se volvieron a usar en un trabajo sobre la teoría de columna positiva en un plasma a baja presión cuyos autores fueron el propio Langmuir y Tonks [Tonks L. y Langmuir I., 1929, a) y b)].

Se denomina plasma al conjunto cuasineutro de electrones e iones, positivos y negativos, que interactúan entre sí dando lugar a un comportamiento colectivo del mismo.

- El plasma se diferencia de un gas precisamente en que tiene portadores de carga eléctrica libres que hacen de él un medio conductor y que reacciona fuertemente ante campos eléctricos o magnéticos.
- El hecho de ser cuasineutro indica que si tomamos una pequeña región del plasma habrá, en promedio, la misma cantidad de partículas cargadas positiva que negativamente. Es decir, generalmente un plasma está formado por igual número de cargas positivas y negativas, lo que anula la carga total del sistema. En tal caso se habla de un plasma neutro o cuasineutro. También existen plasmas no neutros o inestables, como el flujo de electrones dentro de un acelerador de partículas, pero requieren algún tipo de confinamiento externo para vencer las fuerzas de repulsión electrostática. Los plasmas más comunes son los formados por electrones e iones. En general puede haber varias especies de

iones dentro del plasma, como moléculas ionizadas positivas (cationes) y otras que han capturado un electrón y aportan una carga negativa (aniones).

- El plasma es capaz, por su comportamiento colectivo, de generar campos eléctricos y magnéticos. En el plasma también tienen lugar colisiones entre partículas cargadas y entre éstas y los átomos neutros. El carácter de las colisiones y su mecanismo se diferencia de las colisiones entre partículas neutras. Durante la colisión de partículas neutras hay cambios abruptos de dirección del movimiento, mientras que en el plasma los cambios de dirección, resultado en su mayoría de la interacción con el campo eléctrico ($\sim 1/r^2$), son más suaves.
 - El Recorrido Libre Medio lo podemos definir como la distancia promedio que viaja una partícula en un medio atenuante, antes que ésta interactúe. Con el incremento de la temperatura la sección eficaz de colisión disminuye, las partículas cargadas a altas temperaturas adquieren altas velocidades, con lo cual interactúan solamente por un período de tiempo muy corto y las desviaciones del sentido original son pequeñas.
 - La Conductividad Eléctrica en el plasma está dada por el carácter de las colisiones. La conductividad depende principalmente de la temperatura ($s \sim T^{3/2}$) y mínimamente de la concentración de las especies cargadas del plasma. La corriente proporciona, en bajas concentraciones, un número pequeño de portadores de carga, y ante altas concentraciones, proporciona un número grande de colisiones. Con el incremento de temperatura la conductividad del plasma se incrementa (en los metales es al contrario), porque la sección eficaz de colisión disminuye.

Siempre que se tenga un gas con todas estas características se le llama plasma, y será éste al que nos referimos en nuestro estudio. Pero no son plasmas, por ejemplo, las llamas de las velas por no cumplir el comportamiento colectivo, ni cualquier conjunto de partículas cargadas donde no se cumpla la cuasineutralidad.

2.1.1. Parámetros de un plasma

Puesto que existen plasmas en contextos muy diferentes y con características muy diversas, la primera tarea de la física del plasma es definir apropiadamente los parámetros que caracterizan su comportamiento. El conocimiento de estos parámetros permite al investigador escoger la descripción más apropiada para su sistema. Los principales parámetros son los siguientes:

Grado de ionización del plasma

Se define como la relación entre la cantidad de partículas ionizadas y la cantidad total de partículas presentes y es uno de los parámetros más importantes, que permite precisar el comportamiento del plasma. Depende principalmente de la temperatura y es posible deducirlo, en una primera aproximación, a partir de la ecuación de Saha para un plasma en equilibrio termodinámico:

$$\frac{n_i^2}{n_n} = CT^{2/3}e^{-U_i/KT} \quad (2.1)$$

en donde n_i es la concentración de partículas ionizadas que han perdido un electrón, n_n es la concentración de partículas neutras, U_i el potencial de ionización, T la temperatura del plasma y una constante que vale, $C \simeq 2,4 \cdot 10^{21} m^{-3}$.

Longitud de Debye

La longitud de Debye o de apantallamiento electromagnético (λ_D) determina el rango típico de las interacciones electrostáticas de una determinada especie. Supongamos una cierta carga positiva presente en un plasma de electrones e iones. Los electrones serán atraídos y formarán una capa de carga negativa alrededor de ella. A partir de cierta distancia la carga habrá quedado neutralizada y no tendrá efectos apreciables. La longitud de Debye es una estimación de esta distancia. Para un gas de electrones de densidad n_e y temperatura T_e , la longitud de Debye, λ_D , viene dada por la expresión:

$$\lambda_D = \sqrt{\frac{\epsilon_0 k_B T_e}{e^2 n_e}} \quad (2.2)$$

donde e la carga elemental, ϵ_0 es la permitividad eléctrica del vacío, k_B es la constante de Boltzmann, T_e la temperatura electrónica, n_e la densidad electrónica en el plasma.

La longitud de Debye crece al aumentar la temperatura (pues en los gases más calientes las partículas se mueven más rápidamente y entonces el apantallamiento es menos efectivo) y disminuye al aumentar la densidad de las cargas (pues cuando hay una gran densidad de cargas el apantallamiento es mayor). Es importante hacer notar que es precisamente la temperatura (relacionada con la agitación térmica de las partículas que integran el plasma) la que impide que las cargas se recombinen para formar átomos o moléculas neutras. Los plasmas fríos sólo pueden mantenerse a muy baja densidad ya que en ese caso tampoco es muy probable que haya recombinaciones. La longitud de Debye es un buen indicador de la distancia a la cual domina la influencia de cada partícula.

Como cada partícula tiene su propia esfera de Debye, es de esperar que estas esferas se solapen y de esta manera el plasma va a responder colectivamente. Como ya mencionamos, la longitud de Debye aumenta al disminuir la densidad; sin embargo, si la densidad de carga en un gas ionizado es tan baja que no hay suficientes cargas en las dimensiones del plasma como para garantizar un comportamiento colectivo, este gas ionizado no será un plasma. Es fácil ver que en este caso tampoco podrá obtenerse la condición de cuasineutralidad. De hecho, para que un plasma exista es necesario que las dimensiones del espacio ocupado por el plasma sean mucho mayores que la longitud de Debye. Por ejemplo, en el medio interplanetario, la densidad de electrones (y de iones) es de 10 partículas por cm^3 . En las dimensiones espaciales este medio se comporta como un plasma y presenta toda la gama de interesantes procesos que caracterizan a los plasmas. Pero si en una botella de laboratorio colocamos un gas formado por iones y electrones con esa misma densidad, tendríamos un vacío prácticamente perfecto del cual no podríamos obtener ninguna respuesta. Ésta representa una de las dificultades para experimentar con plasmas pues no son escalables, y en general los prototipos de laboratorio no se comportarán como los enormes sistemas naturales.

Frecuencia de los electrones del plasma

Así como la longitud de Debye proporciona una medida de las longitudes típicas en un plasma, la frecuencia del plasma (ω_p) describe sus tiempos característicos. Supóngase que en un plasma en equilibrio se produce un pequeño

desplazamiento de todos los electrones en una dirección. Éstos sentirán la atracción de los iones en la dirección opuesta, se moverán hacia ella y comenzarán a oscilar en torno a la posición original de equilibrio. La frecuencia de tal oscilación es lo que se denomina frecuencia de los electrones del plasma y viene dada por la expresión:

$$\omega_p = \left(\frac{n_e e^2}{\epsilon_0 m_e} \right)^{1/2} \quad (2.3)$$

donde m_e es la masa del electrón.

Temperatura electrónica

Por lo general las partículas de una determinada especie localizadas en un punto dado no tienen igual velocidad; presentan por el contrario una distribución que en el equilibrio térmico es descrita por la distribución de Maxwell-Boltzmann. A mayor temperatura, mayor será la dispersión de velocidades (más ancha será la curva que la representa). En la Fig. 2.1 vemos representada un ejemplo de estas distribuciones que siguen la ecuación 2.4. En el eje X se representa la velocidad de las partículas (que está directamente relacionada con la energía de las mismas) y en el eje Y la función de distribución. Como podemos observar para temperaturas mayores la curva se hace más plana ocupando una mayor superficie. Por tanto, al obtener la temperatura como integral de la función de distribución será mayor para curvas más aplanadas y anchas que para curvas altas y estrechas. Ello es debido a que en los sistemas las partículas no son monoenergéticas sino que existe una cierta distribución de energía de ahí que la función tenga un determinado grosor.

$$f(v) = 4\pi \left(\frac{m}{2\pi k_B T} \right)^{3/2} v^2 e^{-\frac{mv^2}{2k_B T}} \quad (2.4)$$

Una medida de tal dispersión es la velocidad cuadrática media que, en el equilibrio, se denomina también velocidad térmica. Es frecuente, aunque formalmente incorrecto, hablar también de velocidad térmica y de temperatura en plasmas lejos del equilibrio termodinámico. En tal caso, se menciona la temperatura que correspondería a una velocidad cuadrática media determinada. Se puede demostrar que la velocidad térmica de los electrones es:

$$v_{Te} = \left(\frac{3k_B T_e}{m_e} \right)^{1/2} \quad (2.5)$$

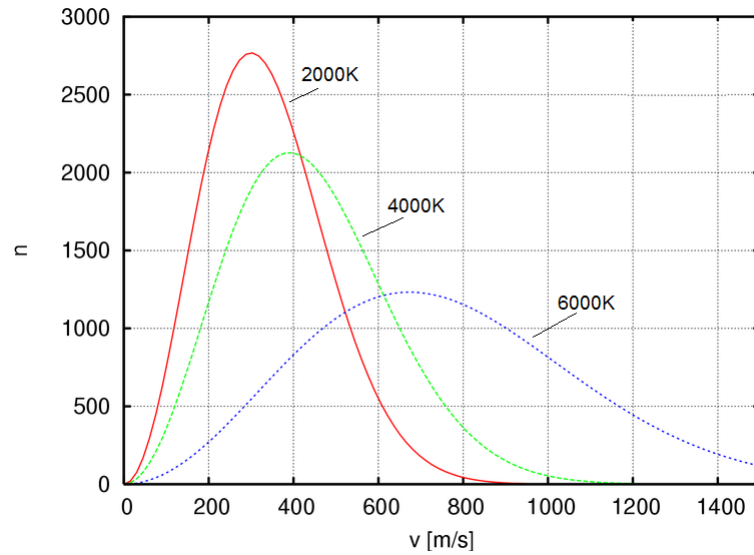


Figura 2.1: Función de distribución de Maxwell-Boltzmann.

El parámetro de plasma

El parámetro de plasma, Γ , indica el número medio de partículas contenidas en una esfera cuyo radio es la longitud de Debye (esfera de Debye). Por ejemplo: el parámetro de plasma de los electrones es

$$\Gamma = \frac{4\pi}{3} n_e \lambda_D^3 \quad (2.6)$$

La definición de plasma según la cual la interacción electromagnética de una partícula con la multitud de partículas distantes domina sobre la interacción con los pocos vecinos próximos, puede describirse en términos del parámetro del plasma como $\Gamma \gg 1$. Esto es: hay una gran cantidad de partículas contenidas en una esfera de Debye. Es común referirse a esta desigualdad como «condición de plasma».

2.1.2. Modelos teóricos

Tras conocer los valores de los parámetros descritos en la sección anterior, deberemos escoger el modelo más apropiado para el fenómeno que nos ocupa. Las diferencias entre diferentes modelos residen en el detalle con el que describen el sistema, de modo que se puede establecer así jerarquía en la que descripciones de nivel superior se deducen de las inferiores tras asumir que algunas de las variables se comportan de forma prescrita. Estas asunciones o aproximaciones razonables no son estrictamente ciertas pero permiten entender fenómenos que serían difíciles de tratar en modelos más detallados.

Es común estudiar el movimiento de iones considerando a los electrones en equilibrio termodinámico debido a la diferencia de masas entre los electrones y los iones, o considerando que los iones permanecen inmóviles por el mismo motivo. Así, los iones no interactúan entre sí, mientras que sí interactúan con los electrones.

Todo modelo se describirá a partir de las ecuaciones de Maxwell ya que las fuerzas electromagnéticas de largo alcance son las que predominan.

Los modelos fundamentales más usados en la física del plasma, listados en orden decreciente de detalle, es decir de microscópicos a macroscópicos, son los modelos discretos, los modelos cinéticos continuos y los modelos de fluidos o hidrodinámicos.

Modelos discretos

El modelo más exhaustivo es sin duda el modelo discreto ya que describe la dinámica de cada una de sus partículas usando la segunda ley de Newton. Esto hace que se requieran numerosas ecuaciones para las numerosas interacciones posibles. Es por tanto, un modelo muy costoso a nivel práctico y la capacidad de cálculo necesaria es superior a nuestras posibilidades.

Los modelos numéricos, *Particle-In-Cell (PIC)*, son una simplificación de dicho problema. El espacio del sistema se divide en un número no muy grande de pequeñas celdas. En cada instante de la evolución se cuenta el número de partículas y la velocidad media en cada celda, con lo que se obtienen densidades de carga y de corriente que, insertadas en las ecuaciones de Maxwell permiten calcular los campos electromagnéticos. Tras ello, se calcula la fuerza ejercida por estos campos sobre cada partícula y se actualiza su posición, repitiendo este proceso tantas veces como sea oportuno.

Los modelos *PIC* gozan de gran popularidad en el estudio de plasmas a

altas temperaturas, en los que la velocidad térmica es comparable al resto de velocidades características del sistema [Dawson, J.M., 1983 y Büchner, J. y Dum, C.T., 2003].

Modelos cinéticos continuos

Cuando la densidad de partículas del plasma es suficientemente grande es conveniente reducir la distribución de las mismas a una función de distribución promediada. Ésta representa la densidad de partículas contenida en una región infinitesimal del espacio de fases, es decir el espacio cuyas coordenadas son posiciones y cantidades de movimiento. La ecuación que gobierna la evolución temporal de las funciones de distribución es la ecuación de Boltzmann. En el caso particular en el que las colisiones son despreciables la ecuación de Boltzmann se reduce a la ecuación de Vlasov.

Por otra parte, los modelos cinéticos constituyen la base de los estudios analíticos sobre plasmas calientes [Chen, F. F., 1984].

Modelos de fluidos o hidrodinámicos

Para plasmas a bajas temperaturas, podemos simplificar el modelo y asumir, que todas las partículas de una especie en un punto dado tienen igual velocidad o que están suficientemente cerca del equilibrio como para suponer que sus velocidades siguen la distribución de Maxwell-Boltzmann, con una velocidad media dependiente de la posición. Entonces se pueden derivar unas ecuaciones de fluidos para cada especie que, en su forma más general, son llamadas ecuaciones de Navier-Stokes. Lamentablemente en muchos casos estas ecuaciones siguen siendo demasiado complejas y hay que recurrir a simplificaciones adicionales.

Este tipo de modelo es el que vamos a usar en nuestro estudio teórico ya que nuestro plasma es un plasma a baja temperatura.

2.2. Vainas iónicas positivas. Criterio de Bohm

Para comenzar vamos a describir a qué nos referimos cuando hablemos a lo largo del trabajo de las distintas zonas del plasma. Para ello, vamos

a describir las características de cada una de ellas. Cuando una sonda es introducida en el seno de un plasma se pueden identificar las siguientes zonas [Morales Crespo R. et al., 2004]:

- *Región del plasma*: caracterizado por la simetría de la distribución de carga (cuasineutralidad) y de la dirección de distribución de velocidad de los iones (isotropía). Se trata del plasma imperturbado.
- *Región de prevaina*: se encuentra entre la región del plasma y la vaina y es donde la simetría de carga se cumple pero la isotropía ha sido rota debido al campo eléctrico de la sonda que penetra en la vaina.
- *Región de vaina*: lugar del plasma donde se rompen ambas simetrías. Es la región más próxima a la sonda.

Se considera una sonda polarizada negativamente respecto del potencial del plasma. Así este potencial es una barrera para los electrones que son repelidos. Esta repulsión provoca la formación de una región cargada positivamente en las cercanías de la sonda que apantalla el potencial negativo de la sonda en el plasma. Esta zona se llama vaina iónica positiva, y tiene una extensión del orden de la longitud de Debye. Esta distancia es realmente pequeña comparada con otras distancias típicas del plasma y por ello podemos considerar que la zona de vaina está libre de colisiones.

Como se verá más adelante, Mott-Smith y Langmuir [Mott-Smith H. M. y Langmuir I., 1926] dividen la zona que rodea a la sonda en sólo dos, una el plasma imperturbado y la otra la vaina (que presenta un exceso de carga positiva). Más adelante, Bohm, Burhop y Massey [Bohm D. et al., 1949] y Lam [Lam, S. H., 1965] hablan de una tercera zona que se situaría entre la zona de vaina y el plasma imperturbado llamada prevaina. Se encuentra que para que exista vaina iónica positiva es necesario que en el borde de la vaina los iones positivos lleguen con una energía cinética que cumpla la siguiente desigualdad:

$$E_c = \frac{1}{2}m_+v^2 \geq \frac{1}{2}k_B T_e$$

ecuación que se reduce a:

$$v_{+0} \geq \sqrt{\frac{k_B T_e}{m_+}} \quad (2.7)$$

donde m_+ es la masa de los iones. Esta desigualdad es lo que se conoce como criterio de Bohm para la formación de una vaina iónica positiva y fue formulada por primera vez por Bohm [Bohm D. et al., 1949].

Fue necesario recurrir a la prevaina debido a la necesidad de que los iones llegásen a la vaina con la energía cinética mínima necesaria que requiere el criterio de Bohm. Los iones, que sufren colisiones en el plasma imperturbado (ya que en la vaina no hay colisiones), pierden su energía y con ello la posibilidad de llegar al borde de la vaina con suficiente energía como para formarla, luego esto sería un inconveniente a la hora de formar la vaina, es por ello, que Bohm, Burhop y Massey introdujeron una nueva zona, la prevaina, en la cual los iones son capaces de adquirir la energía suficiente como para llegar al borde de la vaina y formarla. En la prevaina los iones ganarían la suficiente velocidad como para entrar en la vaina y de esta forma, se compensa la distorsión que sobre la distribución de iones en el plasma provoca la sonda al drenar iones del mismo, de manera que consigan formar una región cargada positivamente.

El criterio de Bohm da la condición que deben cumplir los iones positivos en el borde de la vaina iónica positiva para que ésta se forme. La condición para la formación de la vaina requiere que los iones entren en la región de la vaina con una velocidad alta, la cual no puede ser generada por el movimiento iónico térmico ya que la temperatura iónica, T_+ , en general, es más baja que la temperatura electrónica, T_e . Así los iones deben ser acelerados por un campo eléctrico que penetra en la región de la prevaina. Luego los iones que van a entrar en la vaina iónica deben ir con una velocidad supersónica según el criterio de Bohm. Éste es un concepto que ha dado lugar a bastantes teorías y controversias en el estudio de la física del plasma. Así el criterio de Bohm (1949) ocupa un lugar central en el entendimiento de cómo hay un ajuste entre un plasma y el borde de éste por la formación de una región que se conoce convencionalmente como vaina. Este criterio únicamente tiene sentido si en la vaina no se tienen colisiones, o lo que es lo mismo que el recorrido libre medio de los iones sea mayor que la longitud de Debye, es decir, $L > \lambda_i > \lambda_D$ donde L es la dimensión de la prevaina. Dicho criterio fue definido en un trabajo anterior [Tonks L. y Langmuir I., 1929, a) y b)]. Harrison y Thompson fueron capaces de resolver el problema analíticamente y encontrar una formulación cinética del criterio de Bohm válido bajo condiciones generales [Harrison E. R. y Thompson W. B., 1959].

Como se verá en la sección 2.2, en 1991 Riemann [Riemann, K. U., 1991] muestra que la condición de vaina está donde la solución cuasineutra del

campo presenta una singularidad (para el caso de sonda plana ver Fig. 2.2 [Fernández Palop J. I. et al., 2005 a])). La expresión para el criterio de Bohm, propuesta por Riemann, pone de manifiesto que para impedir que la densidad iónica caiga por debajo de la electrónica es necesario que los iones entren en la vaina con una energía mínima:

$$\rho_0 = \frac{1}{n_0} \left(\frac{dn_+}{dy} - \frac{dn_e}{dy} \right) \Big|_{y=0} \geq 0 \quad (2.8)$$

donde V el potencial e $y = -eV/kT_e$ es el potencial adimensional. Esta expresión se puede obtener si linealizamos la ecuación de Poisson en las proximidades del plasma, donde el potencial es suficientemente pequeño, de la forma:

$$\frac{d^2y(x)}{dx^2} = \rho_0 y(x) \quad y(x) \rightarrow 0^+ \quad (2.9)$$

donde x es la distancia a la sonda.

Esta forma de la ecuación de Poisson en las proximidades del plasma pone de manifiesto que, para obtener el apantallamiento del campo eléctrico que genera la sonda, es necesario que $\rho_0 \geq 0$.

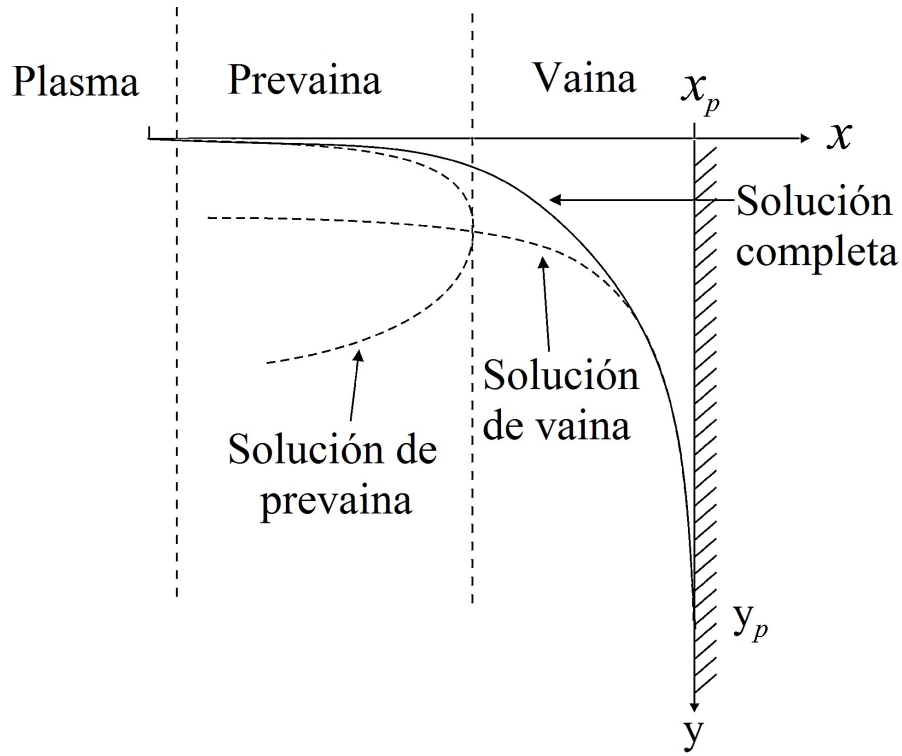


Figura 2.2: Criterio supersónico positivo. Esquema de las diferentes regiones alrededor de una sonda metálica plana.

Por otro lado, la medida de la anchura de la vaina viene dada por la localización del borde de la vaina pero es difícil localizar este punto en la práctica. Teóricamente, se encuentra donde la densidad de corriente positiva es suficientemente alta y se cumple la cuasineutralidad aproximadamente. Para solucionar este problema se pueden aplicar tres aproximaciones: el criterio de Nachmann-Tahn, el criterio supersónico o el criterio de curvatura.

- El criterio de Nachmann-Tahn [Nachmann M. y Tahn P. C., 1991] acuerda que el borde de la vaina está localizado en el punto donde la densidad electrónica, que depende del potencial aplicado a la sonda, es máxima.
- El criterio supersónico [Riemann K. U., 1991 y Fernández Palop J. I. et al., 1996 a)] es la generalización del criterio de Bohm para sondas planas y dice que los iones deben ser supersónicos en el borde de la

vaina para asegurar que la densidad de iones positivos sea alta como para formar la vaina iónica positiva, que se estudiará en la sección 2.7. Este criterio coloca el borde de la vaina donde el campo eléctrico de la solución cuasineutra tiene una singularidad [Morales Crespo R. et al., 2003, Morales Crespo R. et al., 2005 y Fernández Palop, J. I. et al., 2005]. Como se muestra en la Fig. 2.2 la vaina comienza a formarse cuando nos movemos hacia la sonda.

- El criterio de curvatura establece la localización del borde de la vaina donde la curvatura de V frente a X es máxima. Este criterio incluye al criterio de Bohm para un radio de la sonda (cilíndrica o esférica) suficientemente grande.

2.2.1. Vaina y prevaina

Como acabamos de ver, para que la vaina iónica positiva se forme debe haber en el borde de ésta un conjunto de iones positivos con una velocidad que siga el criterio de Bohm para que los iones que se pierden en la sonda se recuperen de manera que siempre exista dicha vaina. Pues bien, el criterio de Bohm se ha obtenido con un modelo en el que dividíamos al espacio que rodea a la sonda en tres zonas, el plasma imperturbado, prevaina y vaina. El problema viene cuando vemos que la velocidad con la que tiene que entrar los iones es del orden de $(\frac{kT_e}{m_+})^{1/2}$, que es una velocidad muy superior a la que pueden llevar los iones si les suponemos únicamente movimiento térmico [Gudmundsson J. T., 1999 y Lieberman M. A. y Lichtemberg A. J., 2005], ya que la $T_+ \sim T_{neutros} \ll T_e$.

Se verá cómo es posible que los iones alcancen la velocidad mínima para poder formar parte de la vaina.

Como ya se dijo anteriormente, se utiliza la zona de prevaina [Riemann K. U., 1991] o zona cuasineutra, donde parte del campo eléctrico producido por la sonda se filtra, para resolver el problema. Esta zona de prevaina se caracteriza porque en ella hay un campo eléctrico, lo suficientemente pequeño como para que la neutralidad se mantenga entre las especies cargadas, pero al mismo tiempo es capaz de proporcionar a los iones la energía necesaria

para que éstos alcancen la vaina. Si introducimos esta nueva zona en nuestro modelo llegamos a las mismas conclusiones y por tanto al mismo criterio de Bohm, sólo que ahora se pueden explicar físicamente mediante esta zona de prevaina. Luego la disposición del modelo es ahora sonda-vaina-prevaina-plasma y las ecuaciones obtenidas serían las mismas de antes.

Si incluimos el movimiento térmico de los iones, la velocidad en el borde de la prevaina-vaina es:

$$v_{+s} = \sqrt{\frac{k_B T_e + \nu k_B T_+}{m_+}} \quad (2.10)$$

donde ν , que es el coeficiente adiabático, toma los valores 1, 5/3 o 3 dependiendo de si los iones fluyen hacia la sonda de forma isoterma, adiabática mediante un flujo tridimensional o adiabática en un flujo monodimensional [Fernández Palop J I et. al., 1996].

Vamos a considerar, pues, que entre la vaina y el plasma hay una región cuya extensión es del orden de L , y en la que se proveen los mecanismos necesarios para que los iones sean acelerados hasta la vaina, cumpliendo el criterio de Bohm en el borde de la vaina. En la prevaina no se cumple el criterio de Bohm y por tanto las ecuaciones que nos llevaron a él tampoco. El problema está, en que ahora, sí que debemos considerar las colisiones, la formación de nuevos iones por ionización o la geometría del problema y por tanto las formas generales de las ecuaciones, es decir, la ecuación de Navier-Stokes en este caso. Así la longitud típica de la prevaina tendrá que ver con las longitudes típicas de estos nuevos procesos a considerar y por tanto podemos concluir que la extensión de la prevaina es muy grande en comparación con la extensión de vaina, entonces: $L \gg \lambda_D = \epsilon L$.

Para determinar la distribución de potencial en la prevaina debemos considerar el problema en la escala que le corresponde de la forma:

$$\xi = \frac{r}{L} = \epsilon \chi \quad (2.11)$$

donde

$$\chi = \frac{r}{\lambda_D} \quad (2.12)$$

y r es la región que ocupa el plasma desde la sonda hasta que termina el mismo. Dado que la condición de neutralidad se cumple en la prevaina y además la extensión de la vaina es prácticamente nula al lado de la de la

prevaina. Para que los iones sean acelerados hasta velocidades supersónicas es necesario que se cumpla una de las condiciones que siguen:

1. $\frac{dJ_+}{d\xi} > 0$, donde J_+ es el flujo de corriente iónica adimensional. Por tanto la densidad de corriente va creciendo a medida que los iones se acercan hacia la sonda.
2. $\frac{d\chi}{d\xi} < \frac{dy}{d\xi}$, es decir, a medida que los iones se aproximan hacia la sonda van siendo retardados por la fuerza de fricción que originan las colisiones de los iones con otras partículas.
3. $\frac{d\chi}{d\xi} > \frac{dy}{d\xi}$, este caso es equivalente al primer caso.

En la Fig. 2.3 tenemos la dependencia de J_+ con y para un plasma. El valor máximo se obtiene para $y = 0,5$ que es el valor que debemos elegir para el potencial en el caso límite $\lambda_D/L \rightarrow 0$.

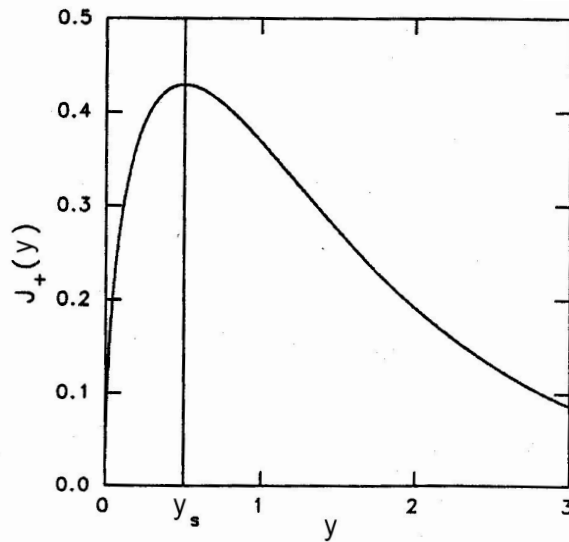


Figura 2.3: Densidad iónica de corriente positiva adimensional, J_+ , como función del potencial eléctrico adimensional, y , para una vaina electropositiva pura.

A medida que avanzamos en la prevaina, el campo eléctrico va creciendo hasta hacerse infinito, ver Fig. 2.2, en este punto deja de cumplirse la condición de prevaina (cuasineutralidad) y debemos usar la de vaina.

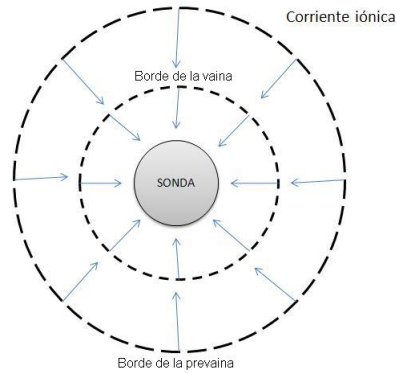


Figura 2.4: Corriente iónica en una sonda esférica y cilíndrica.

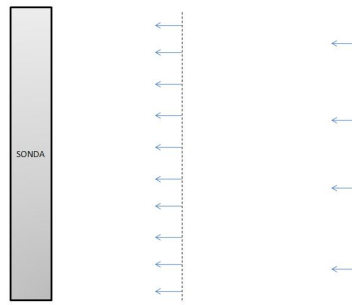


Figura 2.5: Corriente iónica en una sonda cilíndrica.

En las Fig. 2.4 y 2.5 podemos ver como serán las distribuciones de intensidad de corriente iónica a la sonda para el caso de sonda esférica y sonda cilíndrica.

La Fig. 2.4 muestra como a medida que los iones se aproximan hacia la sonda, la densidad de corriente aumenta debido a la geometría de la prevaina, es decir, a medida que nos acercamos a la sonda hay una mayor densidad de corriente iónica.

La Fig. 2.5 muestra el aumento de la densidad de corriente debido a la ionización, que va generando nuevos iones. A medida que nos acercamos a la vaina por la prevaina, el campo eléctrico aumenta hasta llegar a infinito, en este punto la descripción de prevaina no es adecuada, ya que deja de cumplirse la cuasineutralidad, luego se debe describir el campo eléctrico en la escala de vaina.

El problema de este modelo de zonas es que no hay una superposición del modelo de vaina y prevaina en la frontera que las une y por tanto no se puede encontrar una escala intermedia entre ambas soluciones [Riemann K. U., 1991 y Lam S. H., 1965].

2.3. Curva característica $I - V$ de una sonda

Cuando un plasma formado por electrones, iones positivos e iones negativos entra en contacto con una superficie metálica conductora aislada, estos portadores de carga se precipitan hacia ella y se recombinan allí. Como los electrones tienen una mayor movilidad que los iones, la superficie quedará cargada negativamente atrayendo a los iones positivos hacia ella. El resultado es una nube iónica positiva cubriendo la superficie, que impide que sigan llegando electrones e iones negativos a ella, siendo este proceso nombrado como apantallamiento de Debye. Así, este proceso seguirá hasta que se llegue al potencial flotante, que es el potencial al que las corrientes debidas a los electrones y a los iones que llegan a la sonda se igualan o, lo que es lo mismo, la corriente neta que llega a la sonda es nula.

Recordamos que a la nube iónica positiva que se forma en torno a la superficie que quedó cargada positivamente es a lo que llamamos vaina iónica positiva, y en esta región se dejan de cumplir las condiciones de neutralidad y se desarrolla un campo eléctrico. Obviamente la vaina influirá sobre el movimiento de los iones hacia la superficie del conductor, es decir, el estudio de la vaina es fundamental en el tratamiento de superficies en atmósfera de plasma.

Más allá de la vaina, el plasma permanece imperturbado y el campo eléctrico debido a la superficie conductora penetra en el plasma hasta una longitud típica que, obviamente, está relacionada con la longitud de Debye, es decir, la vaina apantalla la perturbación causada por el conductor.

En este tipo de superficies conductoras se pueden encuadrar las sondas de Langmuir. En las que se puede imponer un potencial arbitrario a la sonda, de modo que se estudiarán las curvas que relacionan la intensidad de corriente recogida en función del potencial al que se somete la sonda y que se llaman curvas características $I - V$ de la sonda.

En estas curvas se diferencian tres zonas: saturación iónica (región A), retardo electrónico (región B) y saturación electrónica (región C), según el potencial aplicado a la sonda sea negativo o positivo (Fig. 2.6). En la Fig. 2.6, V_p es el potencial del plasma y V_C es el potencial flotante.

Supongamos primero que $V = V_p$. En este caso las cargas alcanzan la superficie de la sonda sólo debido a su movimiento térmico (no hay campo eléctrico entre la sonda y el plasma). En ese caso dominan los electrones, por su mayor movilidad.

- Para $V > V_p$, zona de aceleración electrónica, se repelen los iones positivos, y se forma unas capas negativas alrededor de la sonda, en donde el potencial cae hasta V_p . Habrá una cierta capa externa a partir de la cual el plasma no está perturbado. Los electrones llegan desde el plasma hasta esa superficie por movimiento térmico, y esto determina su flujo, el cual depende muy débilmente del potencial de la sonda: la corriente electrónica está saturada $i_{e,sat}$. Si la superficie colectora fuera infinita, la corriente sería constante (en la práctica, crece un poco por el tamaño finito de la sonda).
- Si $V < V_p$, zona de retardo electrónico, la cantidad de electrones que alcanzan la sonda cambia muy fuertemente con V . Esta es la región B de la curva.

Habrà un cierto potencial negativo respecto del plasma $V = V_C$ para el cual la corriente neta se anula. En este caso el pequeño flujo de electrones capaces de vencer a V es compensado por el flujo de iones. V_C es conocido como el potencial flotante, y es el potencial que adquiriría un objeto aislado introducido en el plasma.

A potenciales más negativos, $V < V_C$, la sonda repele a todos los electrones y los iones negativos, pero atrae a los iones positivos: la corriente es puramente iónica, y se forma alrededor de la sonda una lámina de carga positiva. El flujo de corriente iónica depende muy débilmente de V .

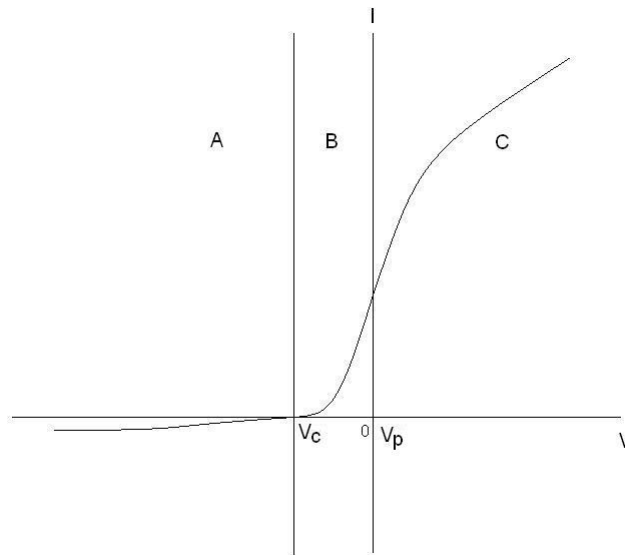


Figura 2.6: Curva característica $I-V$ de una sonda electrostática de Langmuir.

Vamos a ver ahora cada una de las zonas de la curva característica $I - V$ con detalle.

2.3.1. Zona de saturación iónica: modelos de vainas iónicas

La primera zona que nos encontramos en la característica $I - V$, que se corresponde con la región A del esquema, es la zona de saturación iónica. Se llama así porque la corriente recogida por la sonda es mayoritariamente debida a los iones positivos. Ocurre cuando el potencial al que se somete la sonda es negativo y, por tanto, se trata de un potencial retardador de electrones e iones negativos pero acelerador de iones positivos. De modo que la corriente debida a aquellos, es prácticamente nula cuando el potencial sea extremadamente negativo comparado con kT_e/e . Como la corriente iónica es pequeña, es una región difícil de estudiar de modo general. Sin embargo la diagnosis en esta zona es interesante porque la vaina apantalla el campo eléctrico que genera la sonda y la corriente que se drena en esta zona es

mínima en comparación a la que se drena debido a otros mecanismos de pérdida, de uno a dos órdenes de magnitud de diferencia. [Chen F. F., 1965, Annaratone B. M. et al., 1992, Chen F. F., 1995, Ballesteros J. et al., 2006, Chen F. F., 2009, Díaz-Cabrera J. M. et al., 2012].

Ya que, como hemos comentado, el presente trabajo está centrado en el estudio de las características $I - V$ de especies iónicas positivas en el plasma, vamos a dedicar a esta zona una especial atención. Existen distintas descripciones en función del régimen en que se encuentra el plasma y de las características de la sonda.

Para plasmas a baja presión, que son los que nosotros estudiamos, existen dos teorías aceptadas para la corriente iónica positiva recogida por una sonda polarizada negativamente: la teoría de movimiento orbital limitado (*OML*) y la teoría de movimiento radial para $T_+ = 0$, donde T_+ es la temperatura de los iones positivos en el plasma, desarrollada por Allen, Boyd y Reynold para sondas esféricas y extendida para sondas cilíndricas por Chen (*ABR*). La teoría *OML* fue extendida por Bernstein y Rabinowitz para iones monoenergéticos y por Laframboise para iones que siguen una función de distribución Maxwelliana. Como el recorrido libre medio de los iones es mucho mayor que la longitud de Debye y, como el espesor de la vaina es del orden de esta longitud, podemos considerar que dentro de la vaina no habrá colisiones como se planteó anteriormente, y en ello se basan los modelos *ABR* en los que se considera que $T_+/T_e \rightarrow 0$ [Allen J. E. et al., 1957 y Annaratone B. M. et al., 1992].

Nuestro grupo de investigación ha desarrollado una generalización del modelo *ABR* considerando $\beta = T_+/T_e \neq 0$ para sondas esféricas y cilíndricas en plasmas a baja presión y baja temperatura [Fernández Palop J. I. et al., 1996 a), Morales Crespo R. et al., 2003, 2004, 2006, 2008, 2009, 2010].

Vamos a ver a continuación la descripción de los modelos de vaina iónica más significativos para este trabajo. Se han clasificado en función de si son orbitales o radiales. De manera que nos encontramos en primer lugar con los modelos orbitales:

- Modelo Mott Smith y Langmuir para sondas esféricas y cilíndricas
- Modelo de Bohm, Burhop y Massey para sondas esféricas
- Modelo de Bernstein y Rabinowitz para sondas esféricas
- Modelo de Laframboise para sondas cilíndricas

Se continuará con los modelos radiales:

- Modelo de Allen, Boyd y Reynolds para sondas esféricas (ABR) y Chen para cilíndricas
- Modelo de Fernández Palop y Morales Crespo para sondas esféricas y cilíndricas (considerando $\beta = 0$)
- Modelo de Fernández Palop y Morales Crespo para sondas esféricas y cilíndricas (considerando $\beta \neq 0$)
- Modelo de Morales Crespo para sondas planas

Por último describiremos el modelo de Lam que es tanto modelo orbital como radial ya que une las teorías de Allen, Boyd y Reynolds con las de Bernstein y Rabinowitz.

Modelo de Mott-Smith y Langmuir

La siguiente teoría a estudiar es la de Mott-Smith y Langmuir [Mott-Smith H. M. y Langmuir I., 1926] para una sonda esférica o cilíndrica.

Para contabilizar la corriente iónica recogida por la sonda se usan las leyes de conservación de la energía y momento angular, sin considerar la distribución de potencial en la vaina que estará determinada por la ecuación de Poisson:

$$\frac{1}{2}m_+(v_+^2 + u_+^2 + w_+^2) + e\phi(r) = E = const \quad (2.13)$$

$$m_+u_+r = J = const \quad (2.14)$$

donde m_+ es la masa iónica, r es la distancia desde el centro de la sonda hasta el punto correspondiente al potencial $\phi(r)$, $\phi(r)$ el potencial eléctrico en el plasma en r y u , v y w las componentes de la velocidad. Distinguiremos en lo que sigue el borde de la vaina de la superficie de la sonda mediante los subíndices s para el primero y p para el segundo.

Se hacen las consideraciones:

1. Las densidades de los iones y de los electrones se conocen en el borde de la vaina.

2. Las funciones de distribución de velocidades de iones y electrones se conocen en el borde de la vaina.
3. El potencial en el plasma es muy pequeño en comparación con el que hay en la vaina.
4. La presión es lo suficientemente baja como para considerar que el recorrido libre medio de los iones es mucho mayor que la longitud de Debye, con lo que en la vaina no se producen colisiones.
5. Los iones, al llegar a la superficie de la sonda, son absorbidos por la misma o se recombinan, pero no se reflejan ni hay emisión secundaria. La vaina se comporta como un conductor absorbente perfecto.
6. La sonda es suficientemente pequeña como para que no perturbe el plasma.

Mott-Smith y Langmuir consideran en su trabajo que tanto los iones como los electrones poseen una función de distribución de velocidades maxwelliana en el borde de la vaina. La intensidad recogida por una sonda cilíndrica es de la forma:

$$I_i = 2\pi r_p L n_{+s} e \sqrt{\frac{k_B T_+}{2\pi m_+}} \left\{ e^{\frac{-e\phi_p}{k_B T_+}} \operatorname{erfc}\left(-\frac{e\phi_p}{1-(r_p/r_s)^2 k_B T_+}\right) + \frac{1}{(r_p/r_s)^2} \left(1 - \operatorname{erfc}\left(-\frac{(r_p/r_s)^2 e\phi_p}{1-(r_p/r_s)^2 k_B T_+}\right)\right)^{1/2} \right\} \quad (2.15)$$

Los casos que nos interesan son:

- *Orbital Motion Limited (OML)*: en esta aproximación tenemos que la intensidad de corriente iónica, con la condición $e\phi_p > 2kT_+$, es:

$$I_i = 2\pi r_p L n_{+s} e \sqrt{\frac{k_B T_+}{2\pi m_+}} \frac{2}{\sqrt{\pi}} \sqrt{1 - \frac{e\phi_p}{k_B T_+}} \quad (\text{Sonda cilíndrica}) \quad (2.16)$$

$$I_i = 4\pi r_p^2 n_{+s} e \sqrt{\frac{k_B T_+}{2\pi m_+}} \left(1 - \frac{e\phi_p}{k_B T_+}\right) \quad (\text{Sonda esférica}) \quad (2.17)$$

Estas expresiones son suficientemente sencillas y se pueden contrastar experimentalmente [Chen F. F., 2009]. Además tienen la ventaja de que no dependen del espesor de la vaina. Representando I_i^2 frente a ϕ_p , en el caso de sonda cilíndrica o I_i frente a ϕ_p , en el caso de sonda esférica, podemos comprobar que tanto la pendiente como la ordenada en el origen son función de n_{+s} y T_+ .

- *Thin Sheath Limited (TSL)*: en este caso tenemos que las intensidades de corriente iónica para ambas geometrías de sondas son:

$$I_i = 2\pi r_s L n_{+s} e \sqrt{\frac{k_B T_+}{2\pi m_+}} \approx 2\pi r_p L n_{+s} e \sqrt{\frac{k_B T_+}{2\pi m_+}} \quad (\text{Sonda cilíndrica}) \quad (2.18)$$

$$I_i = 4\pi r_s^2 n_{+s} e \sqrt{\frac{k_B T_+}{2\pi m_+}} \approx 4\pi r_p^2 n_{+s} e \sqrt{\frac{k_B T_+}{2\pi m_+}} \quad (\text{Sonda esférica}) \quad (2.19)$$

Vemos que estas expresiones no dependen del potencial al que se somete la sonda, sólo dependen del movimiento térmico de los iones y es lógico ya que en este límite la vaina no tiene espesor y por tanto todos los iones que lleguen al borde de la vaina llegarán a la sonda, sin importar el potencial al que esté polarizada la sonda.

El problema de este modelo, de manera general sin tener en cuenta las aproximaciones, es que no tiene en cuenta la forma del potencial en la vaina y tampoco la dependencia de las intensidades de corriente iónicas con la temperatura de los electrones en el plasma.

Modelo de Bohm, Burhop y Massey

Este modelo [Bohm D. et al., 1949] se desarrolla para una sonda esférica en la aproximación TSL. Este nuevo modelo considera la temperatura electrónica, pero tampoco da cuenta de la dependencia de la intensidad con el potencial eléctrico.

En el análisis del problema Bohm, Burhop y Massey muestran que hay un determinado radio, r_a , que está fuera de la vaina, tal que si un ión llega

a esta distancia es absorbido por la sonda y contribuye a la corriente iónica. En este radio además se cumple la condición de cuasineutralidad.

Consideran que los iones positivos poseen una distribución de energía monoenergética. Así, si E_0 es la energía de los iones positivos, obtuvieron que:

$$I_i = \pi h^2 n_{+0} e \sqrt{\frac{2E_0}{m_+}} \quad (2.20)$$

donde h es el parámetro de impacto de un ión que en el plasma tiene energía E_0 y que llega a r_a , y que depende del potencial en r_a que a su vez depende de $\beta = T_+/T_e$

Expresando E_0 en función de T_+ se obtiene la dependencia de ϕ_a con β :

$$2e^{\frac{e\phi_a}{k_B T_e}} = \sqrt{1 - \frac{\pi}{4\beta} \frac{e\phi_a}{k_B T_e}} \quad (2.21)$$

Modelo de Bernstein y Rabinowitz

La teoría OML fue extendida por Bernstein y Rabinowitz para iones con una energía total fija y homogénea [Bernstein I. B. y Rabinowitz I. N., 1959], y por Laframboise [Laframboise J. G., 1966] para iones descritos a partir de la función de distribución de Maxwell.

Consideran la ley de conservación de la energía y la del momento angular para estudiar las posibles órbitas de los iones.

Primero, consideran una sonda esférica de radio r_p sometida a un potencial negativo, $\phi_p < 0$, monótono creciente.

Bernstein y Rabinowitz plantean el problema de determinar las curvas características para la sonda a partir de las ecuaciones de Boltzmann y Poisson. Consideran que en $r_p < r < \lambda_{mfp}$ (siendo este último el recorrido libre medio de los iones) no hay colisiones. La distribución de iones que obtienen es:

$$n_+(r) = \frac{n_{+0}}{2Z} \left[\sqrt{1 - \frac{Ze\phi(r)}{E_0}} \pm \sqrt{1 - \frac{Ze\phi(r)}{E_0} - \frac{I_i}{I_r}} \right] \quad (2.22)$$

donde:

$$I_r = \pi r^2 n_{+0} e \sqrt{\frac{2E_0}{m_+}} \quad (2.23)$$

y r_0 está determinada por:

$$1 - \frac{Ze\phi(r)}{E_0} - \frac{I_i}{I_r} = 0 \quad (2.24)$$

$$\frac{d}{dr} \left[1 - \frac{Ze\phi(r)}{E_0} - \frac{I_i}{I_r} \right]_{r_0} = 0 \quad (2.25)$$

donde $z = \frac{r_p}{r}$.

Las curvas características $I - V$ se obtienen de forma gráfica al igual que en el modelo de Allen, Boyd y Reynolds. Con su modelo observan que las curvas son sensibles a la temperatura de los iones positivos. De modo que conociendo la temperatura de los electrones es también posible conocer la temperatura de los iones.

El modelo es compatible con el modelo de Allen, Boyd y Reynolds; de hecho el modelo de Allen, Boyd y Reynolds es un caso límite del modelo que nos ocupa en este apartado cuando $\beta = 0$.

Modelo de Laframboise

La teoría más completa que describe a la corriente iónica recogida por una sonda cilíndrica de Langmuir fue desarrollada por Laframboise en los años 60 [Laframboise J. G., 1966], basándose en el marco matemático que desarrollaron Bernstein y Rabinowitz.

Esta teoría tiene en cuenta todas las órbitas posibles alrededor de la sonda descritas por los iones positivos. Sin embargo, los experimentos muestran que los iones positivos no describen un movimiento orbital sino uno radial hacia la sonda. Es por ello, que Allen, Boyd y Reynolds desarrollaron una teoría teniendo en cuenta este hecho y que se describe a continuación.

Modelo de Allen, Boyd y Reynolds

Este modelo [Allen J. E. et al., 1957] es sólo para sondas esféricas y considera que los iones positivos no tienen movimiento térmico en el plasma. Se

considera que los electrones poseen una función de distribución de Maxwell-Boltzmann. Como el movimiento iónico se debe exclusivamente al campo eléctrico se tiene que:

$$\frac{1}{2}m_+v_+^2 + e\phi(r) = 0 \quad (2.26)$$

$$I_i = 4\pi r^2 e n_+(r) v_+(r) \quad (2.27)$$

La distribución de carga, I_i , y potencial en torno a la sonda, $\phi(r)$ está determinada por la ecuación de Poisson imponiendo como condiciones de contorno en el plasma, el potencial cero y que el campo eléctrico es muy pequeño en comparación con el que hay en el interior de la vaina.

A pesar de que este modelo sólo es aplicable al caso de que $\beta = 0$, permite obtener curvas características $I - V$ de la sonda. Además predice la forma del potencial a partir de la ecuación de Poisson. Posteriormente, Chen desarrolla un modelo similar para el caso de sondas cilíndricas [Chen, F. F., 1965].

Ya que éste, es el modelo que usaremos en el tratamiento de los datos obtenidos a partir del dispositivo experimental, vamos a desarrollar ciertos casos que nos permitirán tener un mejor conocimiento acerca de la situación teórica del problema a tratar.

Modelo de Fernández Palop y Morales Crespo (considerando $\beta = 0$)

A continuación, se presenta un resumen del modelo *ABR* con $\beta = 0$ desarrollado por nuestro grupo, modelo radial para una vaina iónica positiva sin colisiones para sondas cilíndricas y esféricas [Morales Crespo R. et al., 2003].

Se considera un plasma neutro de iones positivos y electrones en el cual se coloca una sonda de Langmuir alrededor de la cual se forma la zona de vaina, caracterizada por la presencia de una carga neta positiva.

Los parámetros del modelo son el radio de la sonda y el potencial al cual polarizamos la sonda. Con esta parametrización se puede obtener un perfil de potencial analítico, el potencial flotante y el borde de la vaina de acuerdo al criterio de Nachmann y Tahn [Nachmann M. y Tahn P. C., 1991]. Este modelo tiene como caso límite la geometría plana (radio suficientemente grande).

La ecuación de Poisson nos da el potencial eléctrico, $\phi(r)$, referido al potencial del plasma.

$$\frac{d^2\phi(r)}{dr^2} + \frac{k}{r} \frac{d\phi(r)}{dr} = -\frac{e}{\varepsilon_0} [n_+(r) - n_e(r)] \quad (2.28)$$

donde r es la distancia desde el centro de la sonda, n_+ y n_e son la densidad iónica positiva y electrónica respectivamente y k es un parámetro que depende de la geometría del problema ($k = 1$ para sondas cilíndricas y $k = 2$ para sondas esféricas).

Los iones positivos son atraídos hacia la sonda, por tanto, se describen a partir del modelo hidrodinámico. La ecuación de continuidad queda de la siguiente forma:

$$\frac{1}{r^k} \frac{d}{dr} (r^k n_+(r) v_+(r)) = 0 \quad (2.29)$$

y la ecuación de Navier-Stokes:

$$n_+(r) \frac{d}{dr} \left(\frac{v_+^2(r)}{2} \right) = -\frac{en_+(r)}{m_+} \frac{d\phi(r)}{dr} \quad (2.30)$$

donde $v_+(r)$ es el campo de velocidades iónico positivo y m_+ su masa. Ya que la función de distribución electrónica está en equilibrio con el campo eléctrico generado por la sonda, se considera una función de distribución de densidades de tipo Maxwell-Boltzmann.

$$n_e(r) = n_{e0} e^{e\phi(r)/k_B T_e} \quad (2.31)$$

donde T_e y n_{e0} son la temperatura y la densidad electrónica, respectivamente. Las condiciones de frontera que se requieren para la resolución de este modelo son las indicadas a continuación:

$$n_+(r) \rightarrow n_{e0}(r), \quad v_+(r) \rightarrow 0, \quad \phi(r) \rightarrow 0, \quad \frac{d\phi(r)}{dr} \rightarrow 0, \quad (2.32)$$

cuando se alcanza la región del plasma para $r \rightarrow \infty$

Por integración de las ecuaciones 2.29 y 2.30 y definiendo la corriente iónica positiva recogida por la sonda cilíndrica o esférica, I_+ , se obtienen las siguientes ecuaciones:

$$I_+ = 2\pi k e r^k n_+(r) v_+(r) \quad (2.33)$$

$$\frac{1}{2}m_+v_+^2(r) + e\phi(r) = 0 \quad (2.34)$$

Para escribir las ecuaciones del modelo en la forma adimensional se definen las siguientes variables y parámetros adimensionales:

$$x = \frac{r}{\lambda_D}, \quad y(x) = -\frac{e\phi(r)}{k_B T_e}, \quad N(x, y) = \frac{n_+(r)}{n_{+0}}, \quad a = \frac{j_D}{en_{+0}v_{+0}} \quad (2.35)$$

donde λ_D es la longitud de Debye, j_D la densidad de corriente iónica positiva en la longitud de Debye y v_{+0} la velocidad iónica en el punto donde el potencial eléctrico es comparable a la energía media electrónica:

$$j_D = \frac{I_+}{2\pi k \lambda_D^k}; \quad v_{+0} = \sqrt{\frac{2k_B T_e}{m_+}} \quad (2.36)$$

La corriente iónica positiva adimensional recogida por la sonda por unidad de longitud para el caso de sonda cilíndrica puede ser definida como:

$$I = ax_p^k = \frac{I_+ r_p^k e^{2k-1} n_{+0}^{k-1}}{2\pi k \varepsilon_0^k} \left(\frac{m_+}{2(k_B T_e)^{2k+1}} \right)^{1/2} \quad (2.37)$$

donde x_p es el radio adimensional de la sonda.

Así, la vaina se describe a través de las siguientes ecuaciones:

$$\left(\frac{a}{x^k} \right)^2 - y(x)N^2(x, y) = 0 \quad (2.38)$$

$$\frac{d^2 y(x)}{dx^2} + \frac{k}{x} \frac{dy(x)}{dx} = N(x, y) - e^{-y(x)} \quad (2.39)$$

$$N(x, y) \approx e^{-y(x)}, \quad x \rightarrow \infty \quad (2.40)$$

donde la tercera ecuación representa la condición de cuasineutralidad en el plasma. Sustituyendo la ecuación 2.40 en 2.38, la solución del potencial asintótica y su primera derivada son:

$$a^2 \left(\frac{1}{x} \right)^2 k - y(x)e^{-2y(x)} = 0 \quad (2.41)$$

$$\frac{dy(x)}{dx} = 2ka^2 \left(\frac{1}{x}\right)^{2k+1} \left(\frac{1}{2y(x) - 1}\right) e^{2y(x)} \quad (2.42)$$

Cuando $k = 1$ y $k = 2$ se recuperan los modelos de Chen y de Allen-Boyd-Reynolds para sondas cilíndricas y esféricas respectivamente.

En la Fig. 2.7 podemos ver como afecta el parámetro a que se ha definido en el perfil de potencial, mientras que en la Fig. 2.8 se muestran las curvas características para la sonda cilíndrica para varios valores del radio:

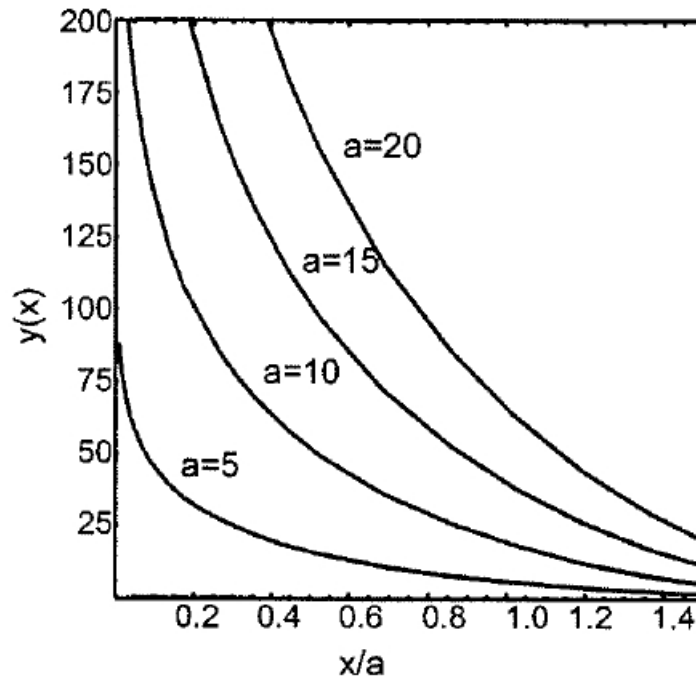


Figura 2.7: Perfil de potencial de una sonda cilíndrica para varios valores de a .

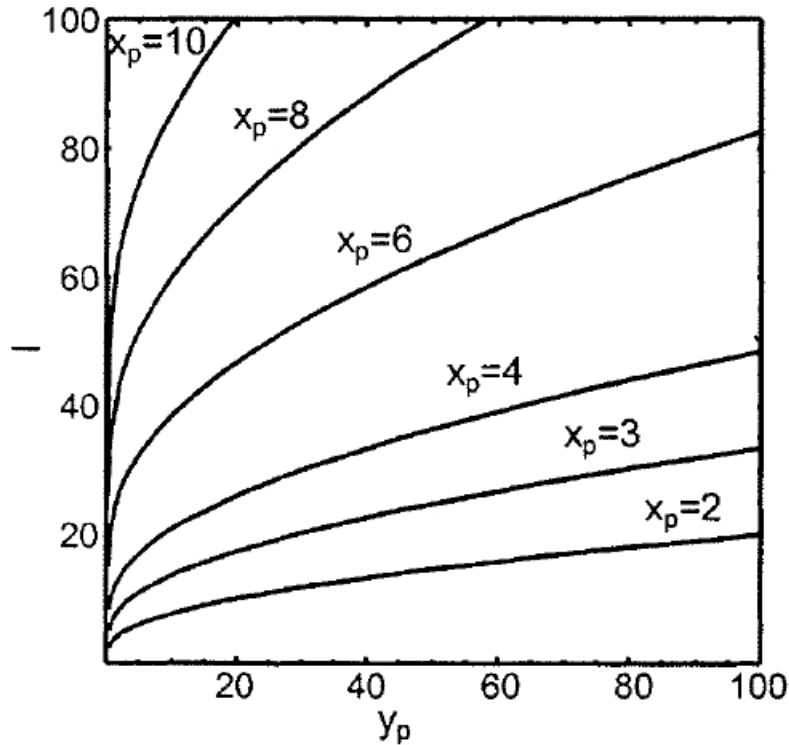


Figura 2.8: Curvas características $I - V$ de una sonda cilíndrica.

Modelo de Fernández Palop y Morales Crespo (considerando $\beta \neq 0$)

Como se ha comentado anteriormente, fue Fernández Palop el autor que amplió el modelo ABR para el caso de sondas cilíndricas y considerando la temperatura de iones positivos [Fernández Palop J. I. et al., 1996a)] que incluye el modelo ABR , para el caso límite en el cual la temperatura iónica sea despreciable frente a la electrónica. Posteriormente, Morales Crespo amplió el modelo de Fernández Palop unificando el modelo radial sin colisiones para sondas cilíndricas y esféricas [Morales Crespo R. et al., 2003], más tarde lo hizo considerando una temperatura finita de los iones positivos [Morales Crespo R. et al., 2004a)]. En este último trabajo, se justifica la gran aplicabilidad del modelo radial a los problemas de plasmas fríos. Cuando se considera movimiento térmico la corriente iónica recogida es mayor que la que predice el modelo radial para iones fríos, la cual se consideraba un máximo, ya que al caer los iones hacia la sonda radialmente, el flujo sería

máximo. Sin embargo, nuestros resultados experimentales demuestran que en nuestra descarga los valores de corriente son mayores que los predichos por el modelo radial, que se suponía que era la máxima [Díaz-Cabrera J. M. et al., 2012]. Este hecho es debido a la temperatura finita de los iones positivos. Los parámetros del modelo deben cumplir una condición para que el modelo radial sea aplicable cuando se considera el movimiento térmico de los iones positivos, llamado criterio geométrico-cinemático [Morales Crespo R. et al., 2004].

Ya que se va a verificar el método de medida, objeto de este trabajo, con sondas cilíndricas de Langmuir vamos a ver un resumen de un modelo para éstas. Además, en este trabajo se estudia un plasma con temperatura de iones positivos, que como se ha dicho, este caso ha sido resuelto por Fernández Palop y Morales Crespo tanto para sondas cilíndricas ($k=1$) como para sondas esféricas ($k=2$) y que se muestra a continuación.

Las ecuaciones que rigen el problema serán la ecuación de Poisson,

$$\frac{d^2\phi(r)}{dr^2} + \frac{k}{r} \frac{d\phi(r)}{dr} = -\frac{e}{\varepsilon_0} [n_+(r) - n_e(r)] \quad (2.43)$$

La de continuidad,

$$\frac{1}{r^k} \frac{d}{dr} (r^k n_+(r) v_+(r)) = 0 \quad (2.44)$$

Y la de Navier Stokes que incluye un término de presión,

$$n_+(r) \frac{d}{dr} \left(\frac{v_+^2(r)}{2} \right) = -\frac{en_+(r)}{m_+} \frac{d\phi(r)}{dr} - \frac{1}{m_+} \frac{dP(r)}{dr} \quad (2.45)$$

donde $P(r)$ es la presión parcial del gas constituido por los iones positivos en la vaina que supondremos se comporta como un gas ideal. Esta suposición está fundamentada en el hecho de que nuestro gas es diluido, presenta una baja densidad y una baja temperatura, que hace que los iones no interaccionen entre sí en la vaina. Éstas son las condiciones que deben verificar las partículas de un gas ideal para que se les pueda aplicar la teoría cinética clásica. Los electrones se siguen describiendo según la relación de Boltzmann:

$$n_e(r) = n_{e0} e^{e\phi(r)/k_B T_e} \quad (2.46)$$

Para introducir el movimiento térmico de los iones se considera un flujo adiabático del gas ideal conformado por los iones positivos que caen hacia la sonda:

$$P(r) = Cn_+^\delta(r) \quad (2.47)$$

donde δ es el coeficiente adiabático. De acuerdo a la geometría de la sonda este coeficiente puede ser expresado:

$$\delta = 3 + \frac{k(k-4)}{3} \quad (2.48)$$

Teniendo en cuenta la ecuación de estado del gas constituido por los iones positivos la constante C que aparece en la ecuación 2.47 es:

$$C = n_{+0}^{1-\delta} k_B T_+ \quad (2.49)$$

donde n_{+0} y T_+ son la densidad y temperatura iónica positiva respectivamente. Luego la ecuación 2.47 puede expresarse:

$$P(r) = n_{+0} k_B T_+ \left[\frac{n_+(r)}{n_{+0}} \right]^\delta \quad (2.50)$$

Las condiciones de frontera son las mismas que para el caso de no considerar temperatura iónica, es decir, las que aparecen en la ecuación 2.32.

Si sustituimos la ecuación 2.50 en las ecuaciones 2.44 y 2.45 resultan las siguientes ecuaciones:

$$I_+ = 2\pi k e r^k n_+(r) v_+(r) \quad (2.51)$$

$$\frac{1}{2} m_+ v_+^2(r) + e\phi(r) + k_B T_+ \frac{\delta}{\delta-1} \left[\frac{n_+(r)}{n_{+0}} \right]^{\delta-1} = k_B T_+ \frac{\delta}{\delta-1} \quad (2.52)$$

Para expresar las ecuaciones del modelo en la forma adimensional se introducen los parámetros y variables adimensionales de la ecuación 2.35 y 2.36 y $\beta = T_+/T_e$.

La corriente iónica recogida por la sonda por unidad de longitud para una sonda cilíndrica queda igual al caso de $T_+ = 0$, ecuación 2.37. Además, la vaina alrededor de la sonda queda descrita según:

$$\left(\frac{a}{x^k} \right)^2 - y(x) N^2(x, y) + \beta \frac{\delta}{\delta-1} N^2(x, y) [N^{\delta-1}(x, y) - 1] = 0 \quad (2.53)$$

$$\frac{d^2y(x)}{dx^2} + \frac{k}{x} \frac{dy(x)}{dx} = N(x, y) - e^{-y(x)} \quad (2.54)$$

$$N(x, y) \approx e^{-y(x)}, \quad x \rightarrow \infty \quad (2.55)$$

La ecuación 2.53 se obtiene de las ecuaciones 2.51 y 2.52 por eliminación de $v_+(r)$. La ecuación 2.54 es la ecuación de Poisson y la 2.55 es la condición de cuasineutralidad en el plasma. Las condiciones de frontera para resolver las ecuaciones 2.53, 2.54 y 2.55 son obtenidas por sustitución de la ecuación 2.55 en 2.53. Así, la solución asintótica y su derivada en este caso son:

$$a^2 \left(\frac{1}{x}\right)^2 k - y(x)e^{-2y(x)} + \beta \frac{\delta}{\delta - 1} [e^{-(\delta+1)y(x)} - e^{-2y(x)}] = 0 \quad (2.56)$$

$$\frac{dy(x)}{dx} = 2ka^2 \left(\frac{1}{x}\right)^{2k+1}.$$

$$\cdot \left\{ e^{-2y(x)} [2y(x) - 1] + \beta \frac{\delta}{\delta - 1} [2e^{-2y(x)} - (\delta + 1)e^{-(\delta+1)y(x)}] \right\}^{-1} \quad (2.57)$$

Este estudio, para sondas cilíndricas, ha sido verificado experimentalmente por Díaz-Cabrera [Díaz-Cabrera J. M. et al., 2012] existiendo un magnífico acuerdo entre la curva característica $I - V$ iónica positiva teórica y los valores experimentales utilizando el Sonin plot [Sonin A. A., 1966] (representación de la corriente iónica positiva recogida por la sonda). El Sonin plot es una herramienta que nos permite comparar las curvas teóricas y los valores experimentales y determinar si la corriente recogida por la sonda una teoría de sondas se debe describir mediante la teoría de movimiento orbital límite (OML) o mediante la de movimiento radial (ABR).

La Fig. 2.9, muestra una comparación entre el Sonin plot obtenido del modelo radial teórico para distintos valores de β y los valores de la corriente iónica positiva recogida por la sonda obtenida de la curva característica $I - V$ suavizada experimental (las condiciones son para un plasma de Argon a una presión de 5,4 Pa y una intensidad interelectródica de 2,8 mA)[Díaz-Cabrera J. M. et al., 2012]. La corriente iónica dada por el modelo ABR ($\beta = 0$) proporciona un límite máximo del que ya hemos hablado.

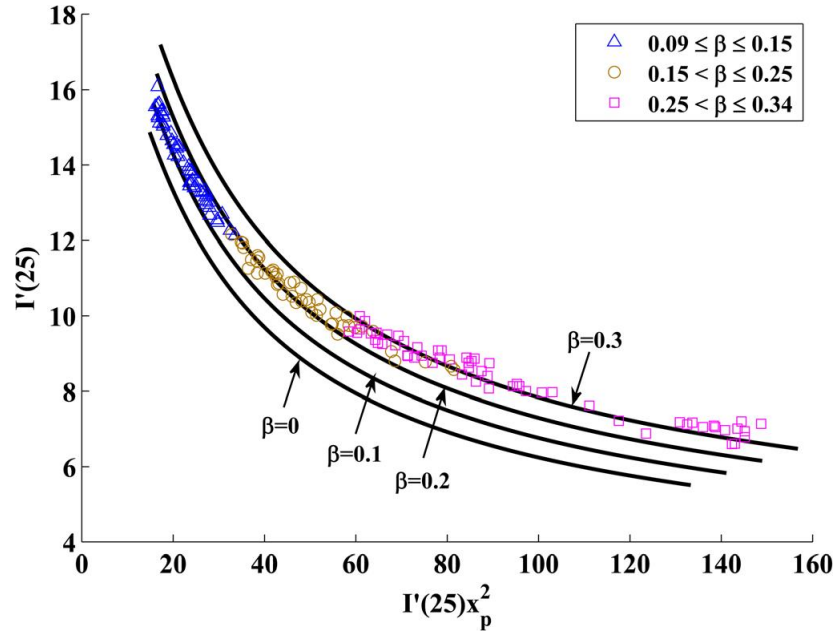


Figura 2.9: Sonin plot teórico para una $y_p = -25$ y varios valores de β (línea sólida) y Sonin plot experimental (triángulos, círculos y cuadrados) como función del correspondiente valor de β .

Modelo de Morales Crespo para sondas planas

Para finalizar, y ya que el orificio del espectrómetro de masas juega el papel de sonda plana, como se verá más adelante en la sección 3, vamos a estudiar un modelo sencillo para la vaina iónica en las cercanías de una sonda plana. Como ya se ha comentado en la sección 2.2.1, en el caso de una sonda plana la vaina sólo puede formarse a partir de la ionización de los átomos neutros y no por la propia geometría de la sonda, que es lo que ocurre con las sondas esféricas y cilíndricas (Fig. 2.4 y 2.5). Así, se debe introducir en los modelos un término correspondiente a la ionización que permita la formación de la vaina iónica [Morales Crespo R., 2008].

Se considera un plasma electropositivo débilmente ionizado en el cual está inmerso una sonda plana infinita (polarizada negativamente respecto del plasma). Las ecuaciones que describen la vaina son:

La ecuación de continuidad,

$$\frac{dn_+(z)v_+(z)}{dz} = Zn_e(z) \quad (2.58)$$

La ecuación de Navier-Stokes queda como:

$$n_+(z)v_+(z)\frac{dv_+(z)}{dz} + Zv_+(z)n_e(z) + \frac{e}{M}n_+(z)\frac{d\phi(z)}{dz} = 0 \quad (2.59)$$

Y la ecuación de Poisson,

$$\frac{d^2\phi(z)}{dz^2} = -\frac{e}{\epsilon_0}[n_+(z) - n_e(z)] \quad (2.60)$$

Como en el caso de las geometrías anteriormente estudiadas, se asume que los electrones están en equilibrio con el campo y, por lo tanto, vienen descritos por una función de distribución de Maxwell-Boltzmann donde la densidad electrónica es:

$$n_e(z) = n_{e0}e^{e\phi(z)/k_B T_e} \quad (2.61)$$

En las ecuaciones descritas, z es la distancia a la sonda, M , v_+ y n_+ son la masa, la velocidad y la densidad iónicas, respectivamente, $\phi(z)$ es el potencial eléctrico respecto del plasma y Z es el grado de ionización. Esas ecuaciones se pueden expresar de forma adimensional a partir de las siguientes variables:

$$x = \frac{z}{\lambda_D}, \quad N = \frac{n_+}{n_{e0}}, \quad y = \frac{-e\phi}{k_B T_e}, \quad \chi = \frac{Mv_+^2}{2k_B T_e} \quad (2.62)$$

Aquí, n_{e0} es la densidad electrónica en el plasma y λ_D la longitud de Debye.

Además, se define el grado de ionización adimensional como:

$$\sigma = \frac{\lambda_D}{\lambda_i} \quad (2.63)$$

siendo λ_i la longitud de ionización

$$\lambda_i = \frac{1}{Z} \sqrt{\frac{2k_B T_e}{M}} \quad (2.64)$$

Por lo tanto, las ecuaciones quedarían como siguen:

$$\frac{d(N\chi^{1/2})}{dx} = \sigma e^{-y}, \quad (2.65)$$

$$\frac{d\chi}{dx} - \frac{dy}{dx} = -\frac{2\sigma}{N}\chi^{1/2}e^{-y}, \quad (2.66)$$

$$\frac{d^2y}{dx^2} = n - e^{-y}. \quad (2.67)$$

Para resolver estas ecuaciones, la condición inicial se determinada a partir de la solución cuasineutra para pequeños valores del campo eléctrico. Tomando la longitud característica de ionización como patrón, λ_i y se define la variable espacial $\xi = z/\lambda_i$, las ecuaciones 2.65, 2.66 y 2.67 se transforman en:

$$\frac{dN}{d\xi}\chi^{1/2} + \frac{N}{2\chi^{1/2}}\frac{d\chi}{d\xi} = e^{-\eta} \quad (2.68)$$

$$\frac{d\chi}{d\xi} - \frac{d\eta}{d\xi} = -\frac{2}{N}\chi^{1/2}e^{-\eta} \quad (2.69)$$

$$\sigma^2\frac{d^2\eta}{d\xi^2} = N - e^{-\eta} \quad (2.70)$$

donde $\eta(\xi) = y(\xi/\sigma) = y(x)$.

En la prevaina, donde $N \sim e^{-\eta}$, la solución cuasineutra se corresponde al caso límite $\sigma \rightarrow 0$ y entonces $\eta(\xi) \sim \eta_0(\xi)$.

En este caso límite, se pueden obtener las ecuaciones siguientes determinando $\eta_0(\zeta)$ de las ecuaciones 2.68-2-70:

$$\frac{dN}{d\zeta}\chi^{1/2} + \frac{N}{2\chi^{1/2}}\frac{d\chi}{d\zeta} = e^{-\eta_0} \quad (2.71)$$

$$\frac{d\chi}{d\zeta} - \frac{d\eta_0}{d\zeta} = -\frac{2}{N}\chi^{1/2}e^{-\eta_0} \quad (2.72)$$

$$0 = N - e^{-\eta_0} \quad (2.73)$$

Sustituyendo la ecuación 2.73 en 2.71 y 2.72 se obtiene:

$$-\frac{d\eta_0}{d\zeta}\chi^{1/2} + \frac{1}{2\chi^{1/2}}\frac{d\chi}{d\zeta} = 1 \quad (2.74)$$

$$\frac{d\chi}{d\xi} - \frac{d\eta_0}{d\xi} = -2\chi^{1/2} \quad (2.75)$$

Como solución se obtiene lo siguiente, siendo la solución cuasineutra la más usada para obtener las condiciones iniciales:

$$\xi(\chi) = -\sqrt{\chi} + \sqrt{2}\tan^{-1}\sqrt{2\chi} \quad (2.76)$$

$$\eta_0(\chi) = \ln(1 + 2\chi) \quad (2.77)$$

Modelo de Lam

Lam presenta una teoría que abarca las de Bohm et al, Allen, Boyd y Reynolds y la de Bernstein y Rabinowitz como casos especiales [Lam, S. H., 1965]. Lam considera que el radio de la sonda esférica es mucho mayor que la longitud de Debye con lo que se acerca al límite de sonda plana y parte de la distribución iónica de Bernstein y Rabinowitz. Para el caso de sondas sometidas a potenciales extremadamente negativos, aunque el modelo de Lam original abarca también el caso de potencial moderadamente negativo, la distribución de electrones es de la forma:

$$N_e = e^{-y} \quad (2.78)$$

donde $y = -\frac{e\phi}{kT_e}$.

Con esto y la ecuación de Poisson se obtiene el potencial eléctrico. Igualando N_e y N (dada por la distribución de Bernstein y Rabinowitz) se obtiene la ecuación que determina la caída de potencial, válida siempre que el campo eléctrico sea suficientemente pequeño, dy/dz , es decir cuando $0 = z = z_1$ y $0 = y = y_1$. Si j es la densidad de corriente:

$$z = \frac{r_p}{r} \quad (2.79)$$

$$jz^2 = 4e^{-y}\sqrt{\frac{\beta}{1+\beta}}\left[\sqrt{1+\frac{y}{\beta}}e^{-y}\right] \quad (2.80)$$

Para estudiar el comportamiento del potencial eléctrico en las cercanías del punto (z_1, y_1) , Lam vuelve a definir variables z e y , y en torno al punto dado considerando una capa transitoria en la que estudia el comportamiento

del potencial pero ya en las nuevas variables. Esta primera capa transitoria que separa la zona cuasineutra de la vaina presenta otro punto donde el campo eléctrico vuelve a ser infinito. Vuelve a definir las variables de su modelo para hacer un estudio en torno a este nuevo punto, con lo que obtiene una segunda capa transitoria. Después de esta segunda capa transitoria comienza ya la vaina.

Así resulta que el borde de la vaina está en el punto r_s definido por:

$$\frac{r_p}{r_s} = z_1 + 3,45 \left[\frac{(z_1 j^{1/2})^8}{\zeta_e^4 j^{\frac{9}{2}} A} \right]^{\frac{1}{5}} \quad (2.81)$$

donde A es una constante que solo depende de β y su valor es del orden de la unidad. Si definimos el parámetro:

$$j_m = j \frac{r_p}{r_s} \quad (2.82)$$

en el caso que estamos considerando $j_m^{(1/2)} \rightarrow j^{(1/2)} z_1$ y $\xi_e \gg 1$. En el trabajo original Lam demuestra que la relación entre el potencial al que se polariza la sonda y la intensidad de corriente iónica que recoge dicha sonda es:

$$I_i = -\phi_p^{3/2} \left(\frac{2e}{m_+} \right)^{1/2} \left[1 / \left(F \frac{j^{1/2}}{j_m^{1/2}} \right)^{3/2} \right] \quad (2.83)$$

donde F es una función universal tabulada en el artículo de Lam y ϕ_p es el potencial al que se polariza la sonda.

2.3.2. Zona de retardo electrónico

En esta zona de la curva característica $I - V$, que se corresponde con la región B, el potencial al que se somete la sonda sigue siendo negativo pero no tan negativo como en la zona de saturación iónica. Debido a la diferencia de movilidad de electrones e iones podemos considerar que la corriente que recoge la sonda es fundamentalmente de electrones ya que al ser más ligeros llegan con mayor facilidad a la sonda.

Vemos en la Fig. 2.13 que la zona de retardo electrónico se extiende desde el potencial de corte, V_c , hasta el potencial del plasma, V_p . Cuando la sonda se encuentra al potencial de corte, la corriente neta recogida por ésta es nula, por tanto la intensidad de corriente debida a los electrones se iguala a la debida a los iones positivos. Este potencial de corte cuando lo referimos al potencial del plasma se denomina potencial flotante (que es negativo respecto al potencial del plasma). La diferencia entre ellos es varias veces la energía térmica de los electrones del plasma (kT_e/e).

Dado que hemos supuesto que los electrones del plasma vienen descritos por una función de distribución de Maxwell-Boltzmann, la intensidad de corriente debida a los electrones seguirá la forma de una función de distribución de Maxwell-Boltzmann.

A partir de esta zona podemos obtener parámetros característicos del plasma como son la temperatura de los electrones y su densidad. Ya que los electrones están en equilibrio con el campo eléctrico, que es repulsivo para ellos, y la iónica no se tiene en cuenta porque estamos muy cerca del potencial del plasma, se puede considerar que la expresión para la intensidad electrónica es la siguiente:

$$I_e = I_0 e^{\frac{e\phi(r)}{kT_e}} \quad (2.84)$$

donde I_0 representa la corriente electrónica que la sonda recoge por efusión cuando está sometida al potencial del plasma por lo que toma el valor:

$$I_0 = -eA_p n_0 \sqrt{\frac{kT_e}{2\pi m_e}} \quad (2.85)$$

2.3.3. Zona de saturación electrónica

Por último, se estudia la región C de la curva característica $I - V$, a la que se denomina zona de saturación electrónica. El punto que separa la región C de la B es el potencial del plasma, donde la característica presenta un punto de inflexión. En este caso, la sonda se ve sometida a un potencial positivo y por ello la corriente recogida por dicha sonda se debe exclusivamente a los electrones e iones negativos ya que la debida a los iones positivos es

despreciable, sobre todo a potenciales que superan el potencial del plasma varias veces $k_B T_e/e$.

En este caso podemos aplicar las mismas técnicas que las aplicadas para el caso de saturación iónica, obteniendo resultados similares. Siempre teniendo en cuenta que en este caso en lugar de tratar iones lo que consideramos es fundamentalmente electrones aunque también iones negativos en el caso de estudiar plasmas electronegativos.

Existe un gran acuerdo entre las medidas experimentales y las que obtuvieron Mott-Smith y Langmuir con su modelo aplicado al movimiento de los electrones en un potencial atractivo hacia la sonda y, operando ésta en el régimen OML (válido para plasmas de baja densidad):

$$I_e = -e2\pi r_p L n_e \sqrt{\frac{kT_e}{2\pi m_e}} \frac{2}{\sqrt{\pi}} \sqrt{1 + \frac{e\phi_p}{kT_e}} \quad (\text{Sonda cilíndrica}) \quad (2.86)$$

$$I_e = -e4\pi r_p^2 n_e \sqrt{\frac{kT_e}{2\pi m_e}} \left(1 + \frac{e\phi_p}{kT_e}\right) \quad (\text{Sonda esférica}) \quad (2.87)$$

$$I_e = -eA_p n_e \sqrt{\frac{kT_e}{2\pi m_e}} \quad (\text{Sonda plana}) \quad (2.88)$$

Es posible la diagnosis a partir de esta zona, de hecho, de la representación $I^2 - V$ podemos obtener la densidad electrónica, método usado por Fernández Palop [Fernández Palop J. I. et al., 1995, Ballesteros J. et al., 2004, Chen F. F., 2009 y Díaz-Cabrera J. M. et al., 2012]

2.4. Aplicaciones de los estudios de vainas iónicas

2.4.1. Diagnóstico de plasmas

La diagnosis de plasmas se puede definir como el estudio completo de un plasma. Es decir, diagnosticar un plasma es dar datos acerca de las magnitudes físicas que lo caracterizan, temperatura, potencial, densidad, etc. En

la actualidad, son muchas las técnicas que hay para diagnosticar un plasma, y van desde usar un espectrómetro de masas (que es el tema que nos ocupa en este trabajo) a hacerlo a través de microcápsulas cargadas, sondas, espectroscopía de emisión y/o absorción, etc.

Sondas de Langmuir

Como se ha comentado anteriormente, la diagnosis con sondas de Langmuir es una técnica ampliamente conocida. El motivo de este estudio es que usaremos dos sondas de Langmuir para diagnosticar el plasma y poder así comparar con los resultados obtenidos utilizando el espectrómetro de masas como sistema de diagnosis.

La simplicidad de las sondas de Langmuir la hacen una de las herramientas más útiles para el diagnóstico de plasmas. Este método involucra la medida de corrientes iónica y electrónica en un pequeño electrodo metálico (o sonda) como función de un voltaje aplicado a la sonda. La curva obtenida es la llamada curva característica $I - V$ de la sonda. A diferencia de otros electrodos que son usados para controlar los plasmas, son pequeñas, baratas y bajo condiciones convenientes producen perturbaciones locales despreciables en el plasma.

Fue Langmuir y Mott-Smith [Langmuir I. y Mott-Smith H., 1924] los primeros en usar esta técnica, de hecho, las sondas electrostáticas llevan su nombre en su honor. Langmuir demostró, que para sondas cilíndricas y esféricas inmersas en un plasma débilmente ionizado a baja presión, en el cual la dimensión del volumen del plasma distorsionado por la sonda es significativamente más pequeño que el recorrido libre medio de los electrones, λ_e , la aplicación de un voltaje V a la sonda y la medida de la corriente de la sonda, I_p , (curva característica $I - V$) pueden proporcionar información acerca del potencial del plasma y de la densidad y temperatura electrónicas. El siguiente paso lo da Druyvesteyn [Druyvesteyn M. J., 1930], quien demuestra que la segunda derivada de la corriente recogida por la sonda con respecto al potencial de la sonda, $d^2 I_p / dV^2 \equiv I_p''$, está relacionada con la función de distribución de energía de los electrones, EEDF (Función de Distribución de Energía de los Electrones), en el plasma.

Y muchos son los autores que han estudiado el proceso de diagnosis por sondas de Langmuir y que han obtenido resultados satisfactorios a partir de esta técnica, Mott-Smith H. M. y Langmuir I., 1926, Allen J. E. et al., 1957, Hopkins M. B. y Graham W. G., 1987, Annaratone B. M., 1992, Fernández

Palop J. I. et al., 1995 b), Fernández Palop J. I. et al. a), 1996, Demidov V. I. et al., 2002, Ballesteros J. et al., 2004, Fernández Palop, J. I. et al., 2004 b), Godyak V. A. y Piejak R. B., 2005, Ballesteros J. et al., 2006, Gahan D. y Hopkins M. B., 2007, Chen F. F., 2009, Godyak V. A. y Demidov V. I., 2011, Díaz-Cabrera J. M. et al., 2012 y un largo etcétera. Como podemos ver es una técnica muy usada desde hace muchos años y por ello realmente fiable.

Una desventaja de las sondas de Langmuir como método de diagnosis es, que hay casos, en que su uso no es posible debido a la contaminación de la sonda. Otra desventaja es que es una técnica de diagnosis invasiva y por tanto produce pequeñas alteraciones locales en el plasma [Swift J. D. and Schwar M. J. R., 1970]. Otra es que no discrimina las cargas (los distintos tipos de iones) que recibe [Lucena-Polonio M. V. et al., 2011]. La sonda se comporta como un sumidero de partículas cargadas. La corriente que drena la sonda debe ser mucho menor que la que se pierde en total por cualquier otro mecanismo, como la recombinación con las paredes, para que la sonda no cambie sustancialmente la naturaleza del plasma. Por esta razón, es preferible que la sonda opere en el modo iónico, $V < V_p$, y no en el que lo que se atraen son electrones, ya que de esta manera se drena mucho menos corriente, por debajo de uno o dos órdenes de magnitud en el caso de corriente iónica [Annaratone B. M. et al., 1992, Fernández Palop J. I. et al., 1996a), Morales Crespo R. et al., 2003, Lucena-Polonio M. V. et al., 2011 y Díaz-Cabrera J. M. et al., 2012].

Esta técnica experimental, aparentemente simple, está asociada con teorías muy complejas que son necesarias para explicar el comportamiento de la corriente recogida por la sonda en función del potencial de polarización esta sonda inmersa en un plasma. De la comparación entre la curva característica $I - V$ experimental y de su correspondiente teórica se obtienen los diferentes parámetros que caracterizan al plasma.

Espectrómetro de masas

Como se ha dicho anteriormente, durante mucho tiempo se han usado las sondas de Langmuir como una técnica muy adecuada para la diagnosis de plasmas [Demidov V. I. et al., 2002, Kunze H. J., 2005 y Godyak V. A. y Demidov V. I., 2011]. Existen muchas técnicas de diagnosis, como se ha dicho, y en concreto, nos vamos a fijar en una de ellas, la diagnosis de plasmas usando un espectrómetro de masas.

Las medidas que se tienen sobre diversos tipos de plasmas con espectrómetros de masas abundan en la bibliografía, y más aún cuando se trata de un plasma de radiofrecuencia [Hollenstein C. et al., 1994, Tachibana K. et al., 1994, Fivaz M. et al., 1995, Stoffels E. et al., 1997, Hollenstein C. et al., 1998 y Gudmundsson J. T., 1999].

Sin embargo, en nuestro caso, no vamos a utilizar el espectrómetro de masas para analizar iones como tales, sino para contar el número de iones que llegan a su sonda. Con lo que usaremos el espectrómetro de masas como amperímetro, de modo que medirá la corriente de iones en función del potencial de la misma. Como veremos, esto se consigue utilizando un sistema acoplado al espectrómetro de masas denominado Driven Electrode Probe Accessory (DEPA), que permite cambiar la polarización de la sonda del espectrómetro de masas y así obtener las curvas características $I_i - V$.

Luego la novedad es precisamente ésta, se miden las curvas características $I_i - V$ de las distintas especies iónicas que integran el plasma. Éstas nunca antes se habían medido para comparar los resultados obtenidos, se miden las curvas características $I - V$ con las sondas electrostáticas de geometría cilíndrica.

El dispositivo experimental es tan novedoso como los propios resultados. Consta en una de sus partes de un espectrómetro de masas de cuadrupolo, del que se detalla, a continuación, el funcionamiento y las partes de las que consta este sistema.

El espectrómetro de masas es un instrumento que permite analizar con gran precisión los diferentes elementos químicos e isótopos atómicos que componen una muestra, separando los núcleos atómicos en función de su relación masa-carga (m/z). Puede utilizarse para identificar los diferentes elementos químicos que forman un compuesto, o para determinar el contenido isotópico de diferentes elementos en un mismo compuesto.

La Fig. 2.10 ilustra los elementos de los que está compuesto un espectrómetro de masas.

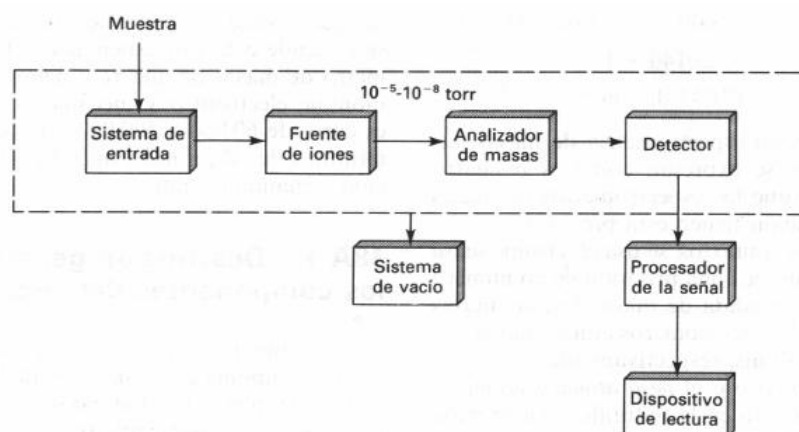


Figura 2.10: Componentes de un espectrómetro de masas.

Un espectrómetro de masas tiene tres partes fundamentales: la fuente de ionización, el analizador y el detector. De la fuente de ionización se obtiene un haz de iones, positivo o negativo, que es acelerado al analizador de masas. Se puede hacer una clasificación de espectrómetros de masas atendiendo a la naturaleza del analizador. Como ya se ha dicho, en este trabajo se usará un espectrómetro de masas de cuadrupolo. El detector convierte el haz de iones en una señal eléctrica que será procesada, almacenada y registrada de varias maneras. En estos sistemas, es necesario un vacío previo de 10^{-4} a 10^{-5} torr.

Sistemas de entrada de muestra

Su finalidad es la de permitir la introducción de una muestra representativa en la fuente de iones con la mínima pérdida de vacío. Existen dos tipos de sistemas de entrada:

- Entrada por sonda directa
- Sistemas de entrada cromatográficos
 - Cromatografía de gases/Espectrometría de masas
 - Cromatografía HPLC/Espectrometría de masas

Fuentes de iones

Históricamente, los iones para el análisis de masas se producían por bombardeo de los componentes de muestras gaseosas con electrones de elevada energía. En nuestro caso, la fuente de iones es el propio plasma, no obstante existen numerosos tipos de fuentes de iones entre los que destacan los siguientes:

- Fuentes de impacto de electrones (EI):
- Fuentes de ionización química (CI):
- Fuentes de ionización a presión atmosférica (API):
- Fuentes de ionización de campo (FI):
- Fuentes de desorción de campo (FD):
- Fuentes de bombardeo por átomos rápidos o iones (FAB o SIMS):

La fuente de iones del espectrómetro de masas de nuestro dispositivo experimental es del tipo SIMS.

Sistemas de vacío

Para que el proceso descrito pueda realizarse con éxito, debe hacerse en un ambiente de alto vacío, donde el recorrido libre medio de las moléculas y de los iones formados sea consistente con la longitud de la trayectoria que deben recorrer en su camino hasta el detector.

Los principales tipos de bombas que se utilizan para conseguir el alto vacío en espectrometría de masas son las difusoras y las turbomoleculares, sin olvidar las mecánicas o rotatorias que son las que se necesitan para hacer los vacíos preliminares que requieren las difusoras y las turbomoleculares para empezar a trabajar.

Nuestro sistema experimental cuenta con una bomba turbomolecular y una bomba rotatoria. La bomba rotatoria realiza el vacío previo al sistema para que comience a trabajar la turbomolecular, como se ha dicho.

Analizadores de masa

Para la separación de iones con diversas relaciones masa-carga son posibles varios métodos. Dependiendo del método que se utilice el analizador será de un tipo u otro.

- **Analizadores de sector magnético:** Los analizadores de sector magnético utilizan un imán permanente o un electroimán para hacer que el haz de iones de la fuente se mueva en una trayectoria circular de 180, 90 o 60 grados.
- **Filtros de masas de cuadrupolo:** Los espectrómetros de masa de cuadrupolo son normalmente más compactos, menos caros y más robustos que los de sector magnético. Son los que más se utilizan actualmente, siendo el tipo que incluye nuestro sistema experimental. La Fig. 2.11 muestra un esquema de este tipo de analizador.

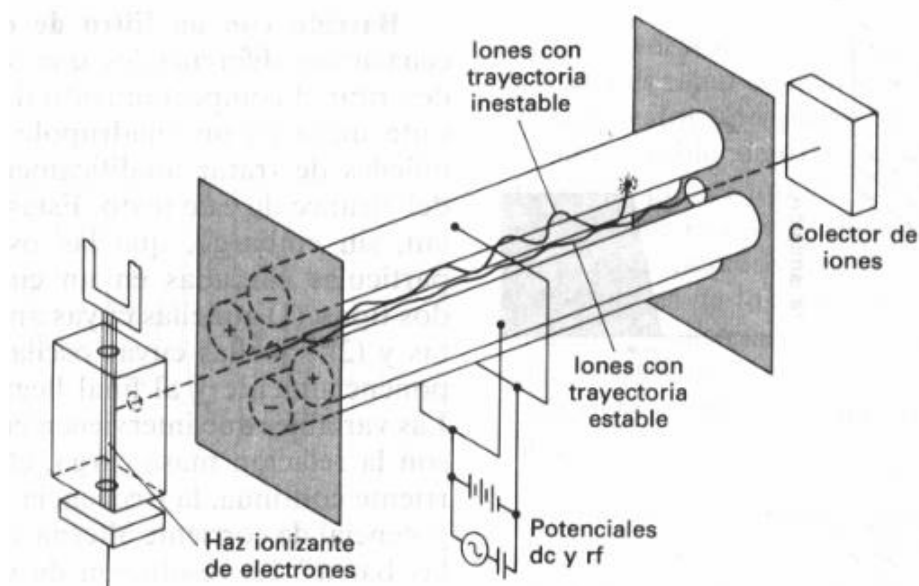


Figura 2.11: Espectrómetro de masas de cuadrupolo.

- **Analizador de trampa de iones (IT-MS o ITD):** Una trampa de iones es un dispositivo en el que los cationes o aniones gaseosos pueden ser formados y confinados durante largos períodos de tiempo por la acción

de campos eléctricos y/o magnéticos. Los espectrómetros de trampa de iones son robustos, compactos y más económicos que los instrumentos de sector o de cuadrupolo.

- Analizador de tiempo de vuelo (TOF): El fundamento de los TOF es que las partículas ligeras llegarán antes al detector que las pesadas. Luego analizando el tiempo que tardan en llegar al detector puede discernir la masa del ion y por tanto el tipo de ion que es.
- Resonancia ciclotrónica por transformada de Fourier (FT-ICRMS): La parte esencial de un instrumento de transformada de Fourier es una trampa de iones en la cual los iones circulan en órbitas bien definidas durante largos períodos. Presentan una elevada sensibilidad así como resolución.

Detectores

También existen diversos tipos de detectores en el mercado adaptados al tipo de aplicación al que irá destinado.

- Detector de copa de Faraday: Consiste en un simple electrodo, normalmente en forma de copa o caja, que recibe el impacto de los iones a detectar. Presenta una baja sensibilidad.
- Multiplicador de iones secundarios (SEM): El ión a detectar choca con el primer dínodo, provocando la emisión de un elevado número de electrones, que van a incidir sobre el segundo dínodo. El proceso de multiplicación se repite sucesivamente en los demás dínodos. Es un detector mucho más sensible que el de copa de Faraday con la desventaja de que tiene vida limitada. El espectrómetro de masas que se usa en este trabajo cuenta con un detector tipo SEM.
- Detector «Channeltron»: Está formado por un tubo de vidrio en forma de corneta, a veces terminado en forma de espiral o caracol, cuyo interior está recubierto por un óxido de plomo semiconductor de composición y características especiales. También presenta una vida limitada y como ventaja, puede usarse a presión atmosférica.
- Detector de conversión fotónica: Su filosofía de funcionamiento es parecida al SEM. Este detector es uno de los más eficientes, sensibles y de más larga vida.

- Detectores multicanal: Se basan en la utilización de una o dos capas de baterías de micromultiplicadores, seguidas de un sistema de detección, encargado de detectar simultáneamente todas las señales.

Filtro de energía de los iones

Además de todos lo indicado, nuestro sistema de análisis de iones por espectrometría de masas dispone de un filtro de energías que sólo deja pasar hacia el filtro de masas de cuadrupolo aquellos iones cuya energía cinética está dentro de un cierto intervalo. En nuestro caso, se trata de un filtro de Bessel como el que se ilustra en la Fig. 2.12. Esto nos va a permitir obtener la IEPDF de una especie iónica que será comparada con la obtenida a partir del método propuesto en este trabajo.

En la Fig. 2.12 podemos ver la estructura del espectrómetro de masas que usaremos:

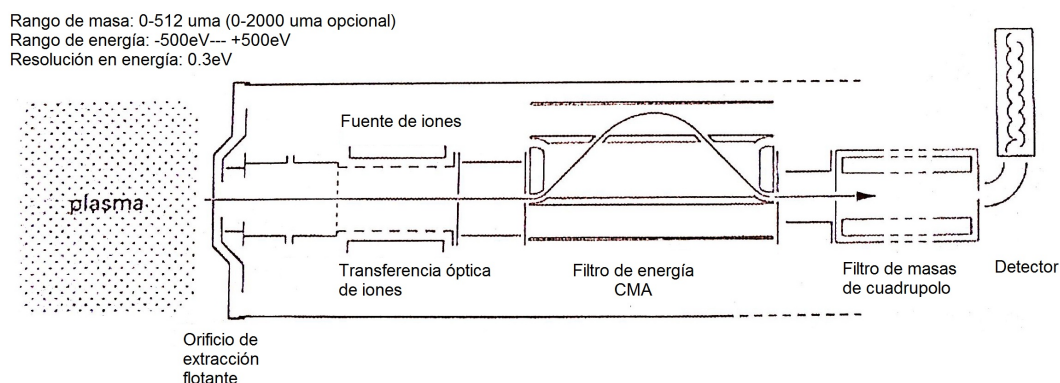


Figura 2.12: Filtro de Bessel del espectrómetro de masas.

Como vemos el analizador del masas se caracteriza por usar un filtro de Bessel. Además se ve claramente el cuadrupolo. Esta imagen ha sido tomada del manual de Hyden [*HydenAnalytical*[®], Users Manual, 2005].

2.4.2. Aplicaciones industriales

Los estudios teóricos de vaina iónica positiva, alrededor de una sonda de Langmuir inmersa en un plasma, son muy importantes porque muchas aplicaciones tecnológicas requieren la caracterización de esa vaina iónica positiva. Esas teorías se usan en la diagnosis de plasmas por sondas de Langmuir, que como hemos dicho, es una de las herramientas utilizadas para este efecto y que nos permiten obtener las temperaturas y densidades electrónicas e iónicas. En este trabajo también se usarán para la diagnosis con un espectrómetro de masas. La zona de saturación iónica de la curva característica $I - V$ de la sonda se usa, en la mayoría de los casos, para caracterizar el plasma porque la perturbación causada en el plasma por la sonda es bastante más pequeña en esta zona de la curva característica $I - V$, como se ha apuntado anteriormente en esta misma sección cuando se ha hablado de sondas de Langmuir [Annaratone B. M. et al., 1992, Ballesteros J. et al., 2006 y Lucena-Polonio M. V. et al., 2011 y Díaz-Cabrera J. M. et al., 2012].

Dada la importancia de cualquier estudio a la hora de poder aplicarlo o no a los problemas cotidianos que se nos presentan, este trabajo, que trata sobre plasmas fríos en los cuales la temperatura iónica, T_i , es comparable a la electrónica, T_e , y por tanto la relación $\beta = T_i/T_e$ no es despreciable, cuenta con numerosas aplicaciones industriales en las cuales el hecho de no tener una β despreciable juega un papel muy importante. Entre ellas vamos a destacar cuatro en concreto: Plasma Assisted Etching, Plasma Assisted Chemical Vapor Deposition (PACVD), Sputtering y la Implantación iónica. De ellas haremos un breve análisis para así poder identificar exactamente dónde podría ser útil este estudio.

Son muchos los que usan un espectrómetro de masas para diagnosticar plasmas pero, únicamente, en el trabajo que nos ocupa, se muestra como se puede usar un espectrómetro de masas como un amperímetro, para obtener la intensidad de iones que llega a la sonda, el tipo de ion y su energía. Permitiendo saber exactamente que sustancias alcanza el sustrato (o sonda del espectrómetro de masas, en este caso) que va a ser tratado y, que como se ha comentado, se necesita del DEPA para llevarlo a cabo.

Por tanto, la aplicación del método que se estudia en este trabajo sería directamente el tratamiento de superficies, siendo en este trabajo el DEPA el que juegue el papel de superficie a tratar. Con la revisión que sigue a continuación de algunas de las técnicas que existen para realizar tratamiento de superficies, nos damos cuenta que el método que se propone en este trabajo

es complementario a cualquiera de ellas. Pudiendo mejorarlo significativamente, ya que se pasaría a hacer un tratamiento de la superficie conociendo exactamente qué tipo de sustancia, en qué cantidad y con qué energía se está depositando sobre la superficie o sustrato que se quiere modificar.

Plasma Assisted Etching

El Plasma Assisted Etching o, traducido al español, grabado por plasma es una forma de procesamiento de plasma utilizado para la fabricación de numerosos componentes tecnológicos. Se trata de una corriente de plasma hacia una muestra. La fuente de plasma, conocida como «etch species», puede estar cargada (iones) o neutra (átomos y radicales). Durante el proceso, el plasma generará productos volátiles a temperatura ambiente de las reacciones químicas entre los elementos del material grabado y las especies reactivas generadas por el plasma. Finalmente, los átomos de los que está compuesto el plasma se incrustan en la superficie blanco, modificando las propiedades físicas de la misma. Podemos ver un esquema del proceso en la Fig. 2.13.

Se puede observar que las condiciones para las cuales se realiza el tratamiento son similares a las condiciones con para el dispositivo experimental en este trabajo y lo mismo ocurre en las demás aplicaciones industriales que describimos. Luego la aplicabilidad del estudio que se lleva a cabo en este trabajo es posible, ya que las condiciones de trabajo son similares.

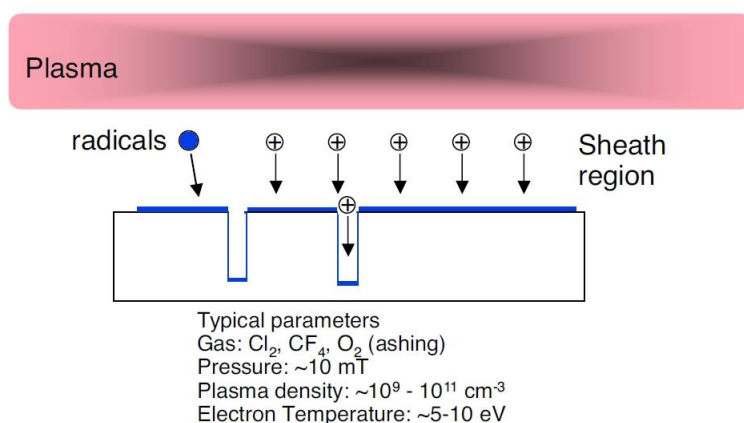


Figura 2.13: Plasma Assisted Etching.

Plasma Assisted Chemical Vapor Deposition (PACVD)

Se trata de una forma de tratamiento de superficies con plasma. En la técnica de CVD asistida por plasma de radiofrecuencia ("plasma-assisted CVD" ó PACVD) normalmente se trabaja a presiones bajas (0.01-1 Torr), y la temperatura de operación suele ser de 350°C o inferior.

La Fig. 2.14 muestra un esquema del proceso. Se observa como tanto los radicales producidos en el plasma como el gas suministrado, que sirve para formar el plasma, llegan a la superficie que se quiere tratar. Los radicales no reaccionan con el sustrato, sólo se combinan para formar sustancias estables (sólidos). El patrón de crecimiento que sigue es muy complejo.

Con este tratamiento se obtienen nanoestructuras que tan presentes están hoy en la Física del plasma.

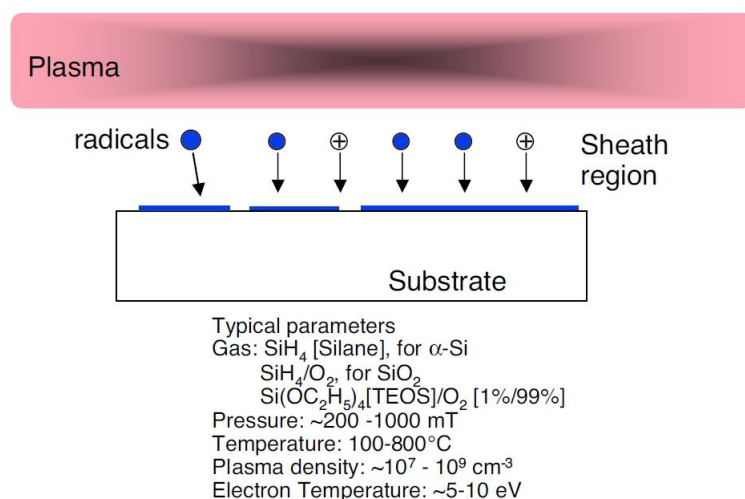


Figura 2.14: PACVD.

Sputtering

El sputtering es un proceso físico que consiste en la extracción de átomos de la superficie de un electrodo debido al intercambio de momento con iones que bombardean los átomos de la superficie [Behrisch R., 1981]. Este es un proceso muy utilizado en la formación de películas delgadas sobre materiales, técnicas de grabado y técnicas analíticas. También se llama pulverización catódica.

El número de átomos expulsados de la superficie por ion incidente es el rendimiento de pulverización ("sputter yield") y es una medida importante de la eficiencia del proceso. Algunos factores que influyen en este parámetro, son la energía de los iones incidentes, sus masas y las de los átomos del blanco y la energía de enlace del sólido.

El sputtering se usa frecuentemente en la industria para deposiciones de películas finas sobre materiales. El proceso se puede llevar a cabo a temperaturas muy bajas, por lo que es ideal para la fabricación de componentes electrónicos.

Analizando la Fig. 2.15, se observa como los iones son acelerados hacia el sustrato que quiere ser tratado. El flujo de iones de bombardeo debe atravesar la cámara para posteriormente depositarse.

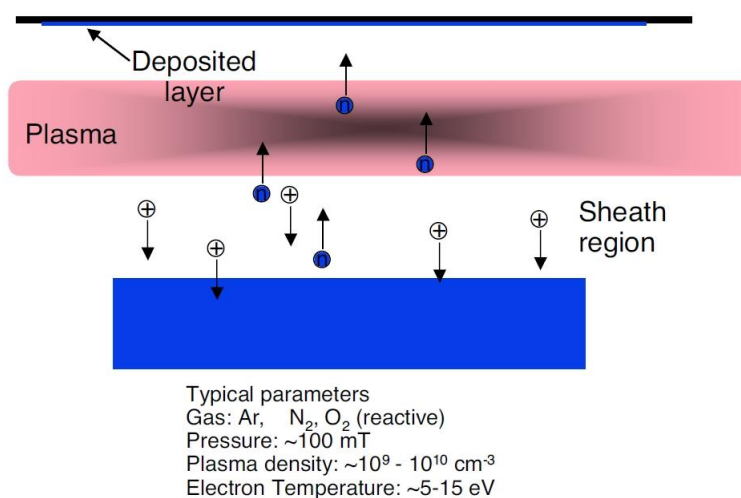


Figura 2.15: Sputtering.

Implantación iónica

Los tratamientos por implantación iónica consisten en someter la superficie de los materiales, a un bombardeo energético con un haz de iones que se incrustan en las primeras capas superficiales modificando su composición y estructura. Los tratamientos por implantación iónica pueden aplicarse sobre todo tipo de aceros, aleaciones de aluminio y aleaciones de titanio. Para determinadas aplicaciones también se pueden emplear sobre otros materiales metálicos, cerámicas, vidrios y, especialmente, polímeros. En todos los

casos son técnicas medioambientalmente limpias. Los tratamientos por implantación iónica ofrecen una combinación única de características que los convierten en una opción preferente para determinados problemas de deterioro superficial. Producen un cambio de las características superficiales (dureza, fricción, resistencia al desgaste, etc). En efecto:

- La temperatura de tratamiento no supera los 150°C, pudiendo incluso aplicarse a temperatura ambiente.
- Al no ser un recubrimiento no hay riesgo de que pueda desprenderse.
- No hay cambios de dimensiones, ni de acabados superficiales, ni se redondean los filos de las cuchillas o herramientas de corte.
- Puede aplicarse selectivamente sobre las zonas que requieren tratamiento, sin afectar al resto de la pieza.
- Pueden aplicarse sobre otros tratamientos, multiplicando sus efectos.

La Fig. 2.16 muestra el proceso que acabamos de describir.

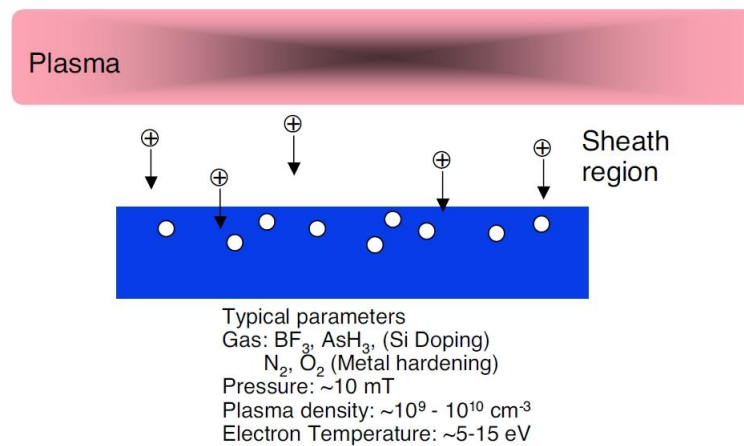


Figura 2.16: Implantación.

Capítulo 3

Dispositivo experimental

3.1. Finalidad y requisitos

Como se comentó en el apartado correspondiente, uno de los objetivos de este trabajo es la obtención de la característica $I_i - V$ de una sonda plana por especies iónicas en un plasma de corriente continua. Para tal efecto, se debe establecer una descarga que permita desarrollar el método de medida de estas características.

Para ello, la descarga debe ser estable para evitar posibles fluctuaciones de la misma que den lugar a resultados inaceptables. Asimismo, se deben poder controlar las condiciones de la descarga. Igualmente estas condiciones deben ser reproducibles en cualquier momento con total fiabilidad.

Por ello se ha elegido una descarga de corriente continua de un gas a baja presión. Este tipo de descargas aporta un plasma electropositivo muy estable, nos proporcionan un potencial de referencia y además la temperatura de los electrones es baja, comparable con las iónicas [Díaz-Cabrera J. M. et al., 2012]. Las temperaturas electrónicas, T_e , que se obtienen en este tipo de descargas están comprendidas entre los 1000 y los 3000 K [Swift J. D. and Schwar M. J. R., 1970], que como veremos más adelante son las que se obtienen en este trabajo.

3.2. Descripción del dispositivo experimental

La Fig. 3.1 ilustra una fotografía del dispositivo experimental. Asimismo, la Fig. 3.2 representa un esquema del mismo.



Figura 3.1: Fotografía del dispositivo experimental para la medida de curvas características $I - V$ de una sonda electrostática de geometría cilíndrica y curvas características $Ii - V$ de una sonda plana por especies iónicas.

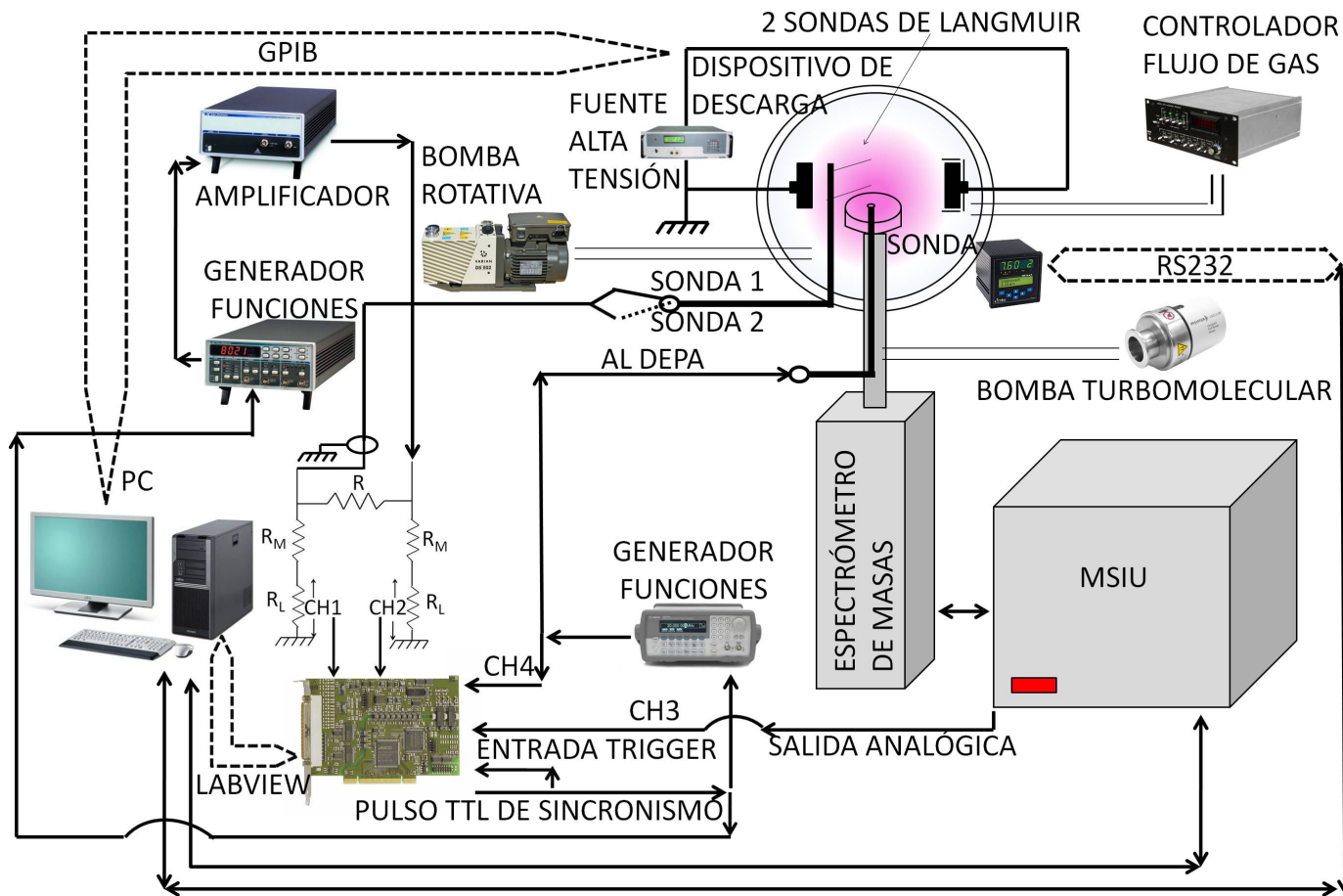


Figura 3.2: Esquema del dispositivo experimental para la medida de curvas características $I - V$ de una sonda electrostática de geometría cilíndrica y curvas características $I_i - V$ de una sonda plana por especies iónicas.

Como puede verse en dichas figuras, el dispositivo experimental está constituido por los elementos que se describen a continuación con más detalle.

3.2.1. Cámara de vacío

La cámara donde se crea el plasma es un cilindro de Pirex el cual se cierra por arriba y por abajo con dos tapas circulares de acero, ver Fig. 3.3. La tapa superior e inferior cuentan con una serie de accesos que pueden servir de entrada o salida al sistema de vacío.

La tapa superior presenta la entrada para los gases al sistema de vacío, otra entrada donde se coloca el Pirani, para medir la presión de la cámara en cada momento, y un último acceso que sirve para una rápida entrada de aire controlada por una válvula manual, los accesorios conectados a cada entrada están eléctricamente aislados para que la tapa quede al potencial flotante durante la descarga. La tapa inferior presenta el acceso para el sistema de análisis de iones, otro para la comunicación con la bomba de vacío y un último acceso en el que se han colocado tres pasamuros eléctricos, que permite conectar las sondas de Langmuir y el espectrómetro de masas con el sistema de adquisición de datos.

La cámara tiene de alto 40 cm y de diámetro 31 cm [Fernández Palop J. I., et al., 1995], si consideramos las tapas de acero citadas anteriormente, la Fig. 3.4 ilustra las medidas correspondientes.

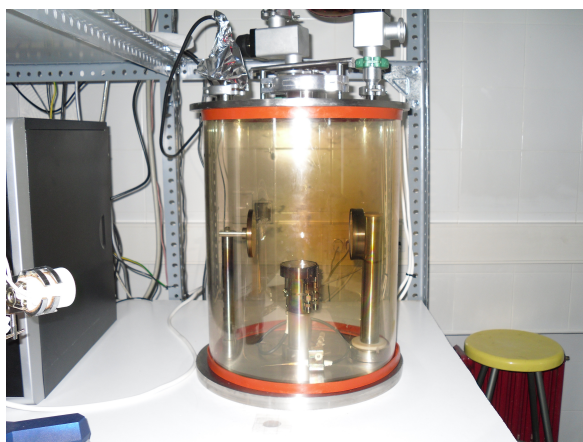


Figura 3.3: Fotografía de la cámara de vacío que contiene el plasma.

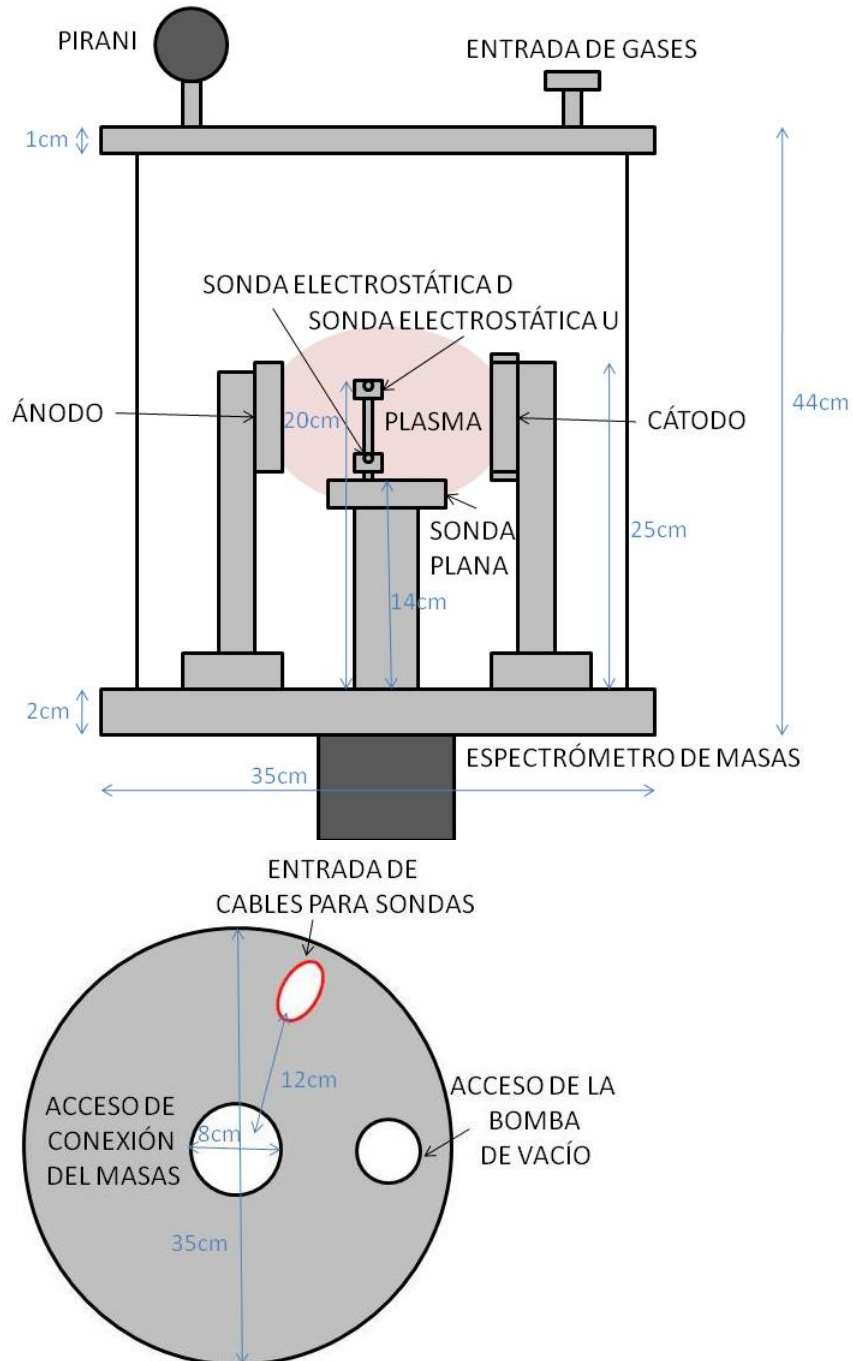


Figura 3.4: Esquema de la cámara y sus dimensiones (arriba). Esquema de la tapa de abajo de la cámara de vacío y sus dimensiones (abajo).

3.2.2. Electrodo

En el interior de la cámara de vacío se colocan dos electrodos circulares de acero, de 8 cm de diámetro, sobre dos postes, de acero también, que tienen una altura de 15 cm. Ambos electrodos están separados unos 17 cm. Tanto el poste, como el cátodo han sido recubiertos en parte con nylon y teflón, de modo que, sólo la superficie circular del electrodo queda expuesta a la descarga. Así se consigue que dicha descarga se produzca entre las superficies de los electrodos circulares y se garantiza que no se produzcan irregularidades en el campo eléctrico.

Entre ambos electrodos se crea una diferencia de potencial que hará que se produzca la descarga y se genere el plasma. Debido a la posición y geometría de los mismos, el plasma se sitúa en el centro de la cámara de vacío.

Los electrodos deben limpiarse cada cierto tiempo ya que el plasma produce deposiciones en los mismos (fundamentalmente en el cátodo) y pueden presentar capas de distintos compuestos, como por ejemplo Carbono.

3.2.3. Sistema de vacío

El sistema de vacío está constituido por dos bombas rotatorias y una turbomolecular junto con un sistema de tuberías conectadas a las bombas y a la cámara de vacío. Una de las bombas rotatorias se encarga de realizar el vacío en la cámara de descarga. Se trata de una VARIAN DS 602, bi-etapa, que alcanza una presión mínima de 10^{-4} mbar (0,01 Pa). Bombea hasta 25 m³/h siendo su la velocidad de rotación máxima 1800 rpm y su peso de 35 kg (ver Fig. 3.5)

La bomba turbomolecular se encarga del vacío en el PSM. Se trata de una PFEIFFER, modelo TMU 064, DN 63 CF-F.1P, capaz de bombear 53 l/s de N₂ y es capaz de obtener una presión mínima de 10^{-7} torr ($1,3 \times 10^{-5}$ Pa). La segunda rotatoria se encarga del vacío previo de la bomba turbomolecular. Se trata de una PFEIFFER modelo DUO 2.5A, capaz de bombar 2,5 m³/h y tiene una potencia de 0,13 kW(ver Fig. 3.5 y 3.6).

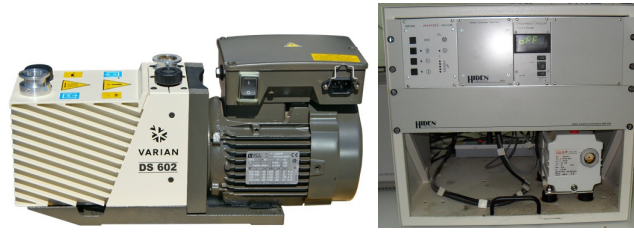


Figura 3.5: Bombas rotatorias: VARIAN DS 602 (izquierda); PFEIFFER modelo DUO 2.5A (derecha).



Figura 3.6: Bomba turbomolecular: PFEIFFER, modelo TMU 064, DN 63 CF-F.1P.

De este modo, la presión mínima que se consigue en la cámara de descarga es inferior a 0,1 Pa. Además, a la entrada de la bomba que realiza el vacío en la cámara de la descarga, se inserta una trampa de zeolita, encargada de evitar reflujos tanto de vapor de agua como de vapores de aceite de la bomba a la cámara de descarga.

Las zeolitas se usan para la absorción de una gran variedad de materiales. Por ello se utilizan en aplicaciones de secado, purificación y separación. Pueden eliminar agua a presiones parciales muy bajas y son unos desinfectantes muy efectivos. Pueden extraer químicos orgánicos volátiles de las corrientes de aire, en nuestro caso posibles vapores de aceite de la bomba rotatoria como se ha dicho, separar isómeros y mezclar gases.

Dicha trampa, posee un sistema de calentamiento para extraer las impurezas capturadas y reactivar la función de filtrado de la zeolita. En nuestro caso, no ha sido necesario someter a dicha ddp a la trampa, ya que se consigue eliminar el agua casi al 90 % sin dicha conexión, siendo más que suficiente para permitir la realización del proceso de medida.

3.2.4. Medida de vacío

Para medir la presión del gas plasmógeno en la cámara de descarga, se ha colocado un medidor de vacío tipo Pirani a la salida de la cámara de vacío en uno de los accesos de la tapa superior y separada de éste por un tubo dieléctrico (teflón). Se trata de un MKS HPS® 317 Convection-Enhanced Pirani Vacuum Sensor. Su rango de medida va de 0,13 a 133322 Pa. Está conectado al sistema de adquisición de datos, que controla todo el experimento, a través de un BUS de comunicación tipo RS232. En la Fig. 3.7 se ilustra este dispositivo Pirani.



Figura 3.7: Dispositivo controlador del Pirani (izquierda); Pirani modelo MKS HPS® 317 Convection-Enhanced Pirani Vacuum Sensor (derecha).

También se cuenta con un manómetro tipo Penning que mide la presión dentro del espectrómetro de masas. Para proteger el detector del PSM, el dispositivo de control Penning impide la inicialización del proceso de medida si la presión supera los 5×10^{-6} torr. Este sistema de seguridad impide que llegue al detector demasiado flujo de iones y le produzca un desgaste prematuro, ya que como se dijo, el detector tiene una vida media limitada. Se trata de un IKR 261 de PFEIFFER. A la izquierda de la Fig. 3.8 se muestra la cabeza detectora del Penning, que se coloca justo a la entrada del espectrómetro de masas. En la parte derecha, se ilustra el dispositivo que lo controla.



Figura 3.8: Dispositivo controlador del Penning (izquierda); Penning modelo IKR 261 de PFEIFFER (derecha).

3.2.5. Sistema de calentamiento

Como hemos comentado, el vapor de agua es un problema a la hora de hacer medidas con el dispositivo experimental que estamos describiendo, por ello se colocó la trampa de zeolita. No obstante, el agua seguía influyendo en los espectros de iones que hacíamos de la descarga. Tanto es así, que los espectros obtenidos del ion H_3O^+ era dominante como se verá más adelante (sección 4.6). Como el objetivo era obtener características $I_i - V$ de Ar^+ , He^+ , y NO_2^- , este ion H_3O^+ modificaba notablemente las condiciones de la descarga.

Para solucionar este problema con el vapor de agua se fue observando cuidadosamente espectros durante un cierto tiempo y se constató que las intensidades del ion H_3O^+ eran muy altas debido a que el acero inoxidable del espectrómetro de masas y de los electrodos absorbe vapor de agua. Es por ello, que se colocaron alrededor de la descarga y del espectrómetro de masas una serie de cuatro lámparas de infrarrojo de 250 W de potencia cada una. Dos en la zona de la cámara de vacío y dos más en los alrededores del espectrómetro de masas, sumando una potencia de 1000 W.

Cada día, antes de proceder a realizar las medidas, deben encenderse las lámparas de infrarrojo, al menos dos horas, para eliminar la mayor parte de vapor de agua acumulada en el recinto. Con ello se consiguió disminuir la cantidad de vapor de agua de la cámara de vacío casi en un 90 %, permitiendo el análisis de los iones de interés. En el capítulo 4 se verán unas gráficas donde se puede ver la composición de la descarga antes y después de usar las bombillas de infrarrojo (Fig. 4.6 y 4.7).

En la Fig. 3.9 podemos ver el sistema de calentamiento en funcionamiento.



Figura 3.9: Sistema de calentamiento, del PSM y la cámara de descarga, en funcionamiento.

3.2.6. Regulador de presión

Se ha incluido un regulador de presión del flujo de gas que se introduce en la cámara de vacío. Se utiliza un MKS Type 247D Four Channels Readout, que consta de una unidad central que controla a cuatro cabezales: Digital Mass Flow Controller MKS Type 1179B. Cada cabezal deja pasar un flujo máximo de 10 sccm y están calibrados para el gas correspondiente. La unidad central tiene una escala de 100 divisiones respecto del valor máximo del flujo de cada cabezal. Asimismo, permite mezclas, regulando la concentración, de hasta cuatro gases diferentes. De este modo, se puede controlar la presión que se necesita para cada uno de los canales, conectados a cada uno de los cabezales.

Contamos también con cabezales de 20, 50 y 100 sccm para gases que requieran un mayor flujo, para obtener la presión de interés. En la Fig. 3.10

podemos ver a la izquierda la unidad central que controla cuatro cabezales y a la derecha un cabezal.



Figura 3.10: Sistema de regulación de presión modelo MKS Type 247D Four Channels Readout (izquierda). Cabezal Digital Mass Flow Controller MKS Type 1179B (derecha).

3.2.7. Fuente de alta tensión

Este instrumento (ver Fig. 3.11) se utiliza para generar la descarga. Establece una diferencia de potencial de alta tensión entre los electrodos. Se trata de un KEPCO BHK 2000-0.1MG capaz de proporcionar una ddp de hasta $V_{max} = 2000$ V y una intensidad interelectrónica de hasta $I_{max} = 100$ mA. Por tanto, la potencia máxima de salida que suministra es de 200 W. Es una fuente de bajo ruido, la amplitud de su ruido está por debajo de 10^{-5} A, por tanto proporciona una descarga muy estable [Fernández Palop J. I. et al., Ballesteros J. et al., 2004, Ballesteros J. et al., 2006, 1995 y Díaz-Cabrera J. M. et al., 2012]. En nuestro dispositivo experimental, se usa como fuente de intensidad y es programable mediante BUS IEEE488.2, que lo conecta al PC que controla todo el proceso. Asimismo, es capaz de darnos como dato la ddp e intensidad que suministra a los electrodos de la descarga en cada momento.



Figura 3.11: Fuente de alimentación de alta tensión modelo KEPCO BHK 2000-0.1MG.

3.2.8. Control del dispositivo experimental

El dispositivo experimental se controla a través de un ordenador personal con S. O. Windows. Dispone de puertos RS232, USB y una tarjeta de comunicaciones de *National Instruments*[®] IEEE488.2. Como hemos comentado antes, controla tanto a la fuente de alta tensión (IEEE488.2) como al manómetro Pirani (RS232).

Como veremos, se ha desarrollado un Instrumento Virtual en el entorno *LabVIEW*[®] que controla todo el experimento, desde las condiciones experimentales, que se graban utilizando dicho Instrumento Virtual, hasta la adquisición y posterior tratamiento de los datos recogidos. Todo ello será descrito en capítulo 4.

MASsoft[®] de *HidenAnalytical*[®] es el programa que gestiona el PSM y se utilizará a la vez que el Instrumento Virtual. Éste también será descrito más adelante.

3.3. Descripción del dispositivo de medida

Para realizar el proceso de medida, se cuenta con varios instrumentos que pasamos a describir a continuación con detalle. Dicho dispositivo consta de un sistema de análisis de iones por espectrometría de masas, un DEPA y su sistema de polarización, sondas electrostáticas de Langmuir y su sistema de polarización, de un dispositivo de adaptación de señales de dichas sondas, de un dispositivo de adquisición de datos y de un sistema de control del dispositivo de medida.

3.3.1. Sistema de análisis de iones de un plasma por espectrometría de masas

El dispositivo experimental cuenta con un espectrómetro de masas de *HydenAnalytical*[®] Sampling Plasma Mass Spectrometer (PSM), modelo PSM003. Se trata de un espectrómetro de masas de cuadrupolo con un filtro de energía de Bessel (ver Fig. 3.12) que permite medir Funciones de Distribución de Probabilidad de Energía de Iones (IEPDF) y un detector de tipo SIMS. Puede medir espectros de masas de neutros, de iones positivos y de negativos ajustando los parámetros que proporciona Hyden para su control. En la Fig. 3.13 podemos ver un esquema externo del PSM en cuestión.

La Fig. 3.14 muestra un esquema del espectrómetro de masas en la cual se aprecia el cuadrupolo. Como se puede ver, éste está protegido con un armazón de acero que termina en la conexión al detector. También se puede ver la entrada al sistema de vacío en la parte izquierda.

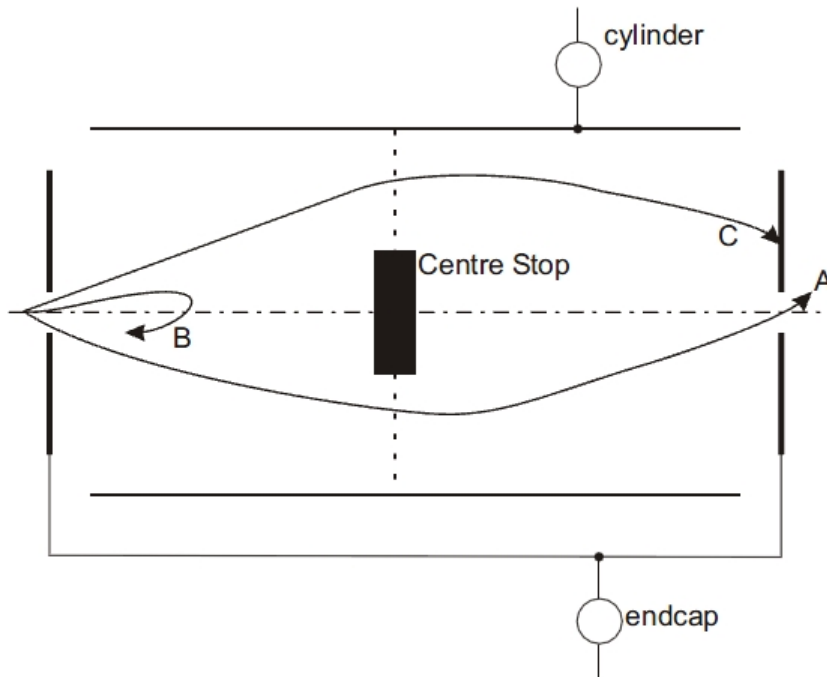


Figura 3.12: Filtro de Bessel del espectrómetro de masas, modelo PSM. Imagen presentada por cortesía de Hyden Analytical, del PSM003 Manual, HA-085-050.

Como hemos comentado el espectrómetro de masas viene provisto de un sistema de vacío previo compuesto de una bomba rotatoria y una bomba turbomolecular, capaces de conseguir en el interior del espectrómetro de masas una presión del orden de $1,3 \times 10^{-5}$ Pa. Para la medida de la presión en el espectrómetro de masas, se usa un manómetro Penning, como ya se ha comentado.

El sistema de protección del detector, del que se ha hablado, impide que se puedan realizar medidas por encima de los 5×10^{-6} torr para evitar un desgaste del detector extremo, ya que éste es muy sensible a grandes intensidades de corriente de iones. Así, el uso continuado del espectrómetro de masas o un fallo en el sistema de protección puede desembocar en la ruptura del detector.

El espectrométero de masas lo controla una interface llamada Mass Spectrometer Interface Unit, MSIU, que puede verse en la Fig. 3.15. La comunicación entre el ordenador personal y el MSIU se hace a través de una conexión USB y la gestión del sistema se hace a través de un programa, que proporciona *HiddenAnalytical*[®], llamado *MASsoft*[®], el cual será descrito más adelante.

El PSM del experimento de este trabajo está provisto de una salida analógica, (ver fig. 3.16), que proporciona una señal proporcional al número de cuentas que llegan al detector y que será conectada a nuestro sistema de adquisición de datos.

Este instrumento está equipado con un sistema de ajuste sofisticado (que permite modificar todos los parámetros del espectrómetro de masas, como la energía, el focus, el cylinder, etc) y detectores para permitir que sea utilizado para medidas a tiempo real.

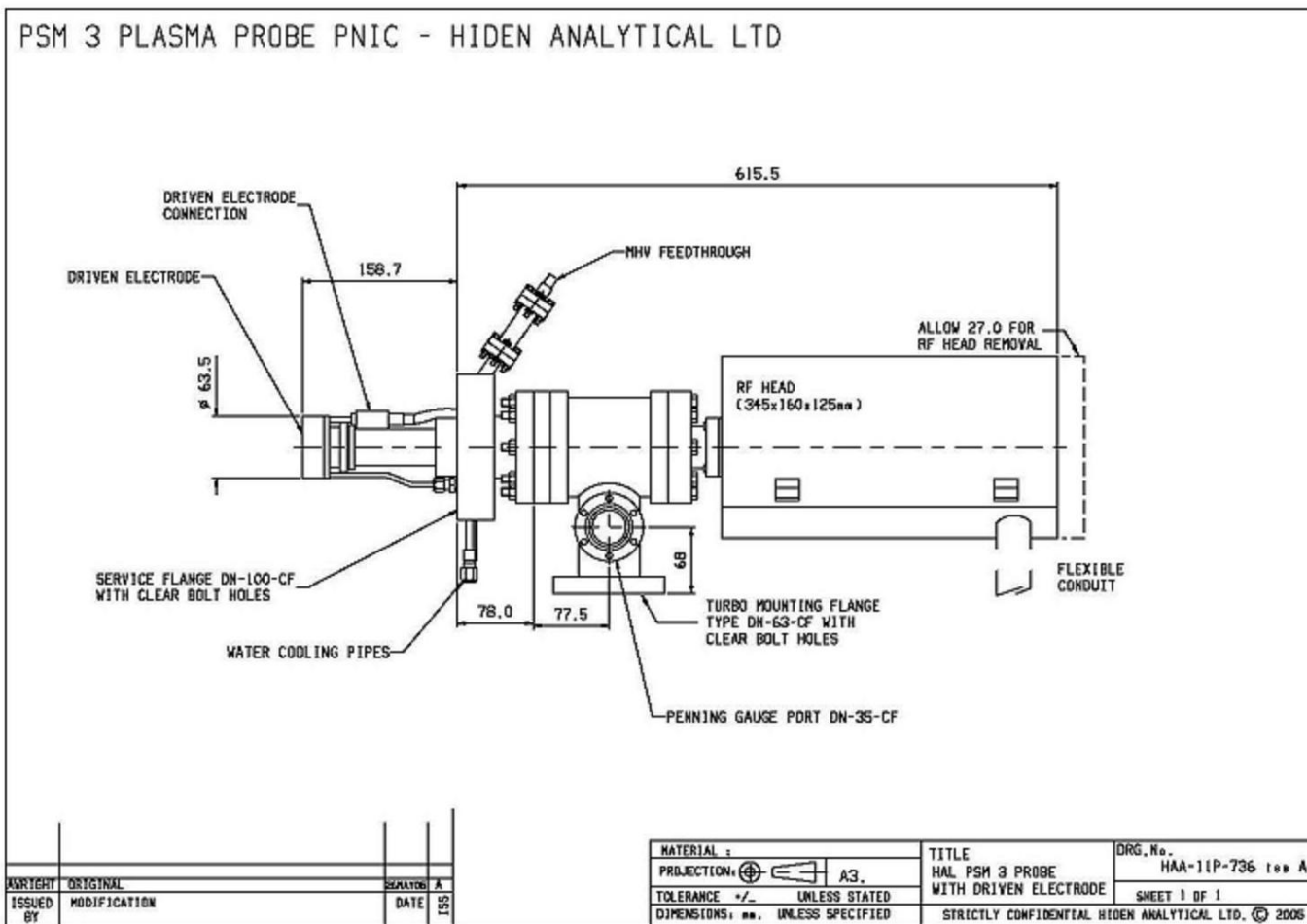


Figura 3.13: Esquema del espectrómetro de masas, modelo PSM. Imagen presentada por cortesía de Hiden Analytical, del Manual Addendum, HA-085-531.

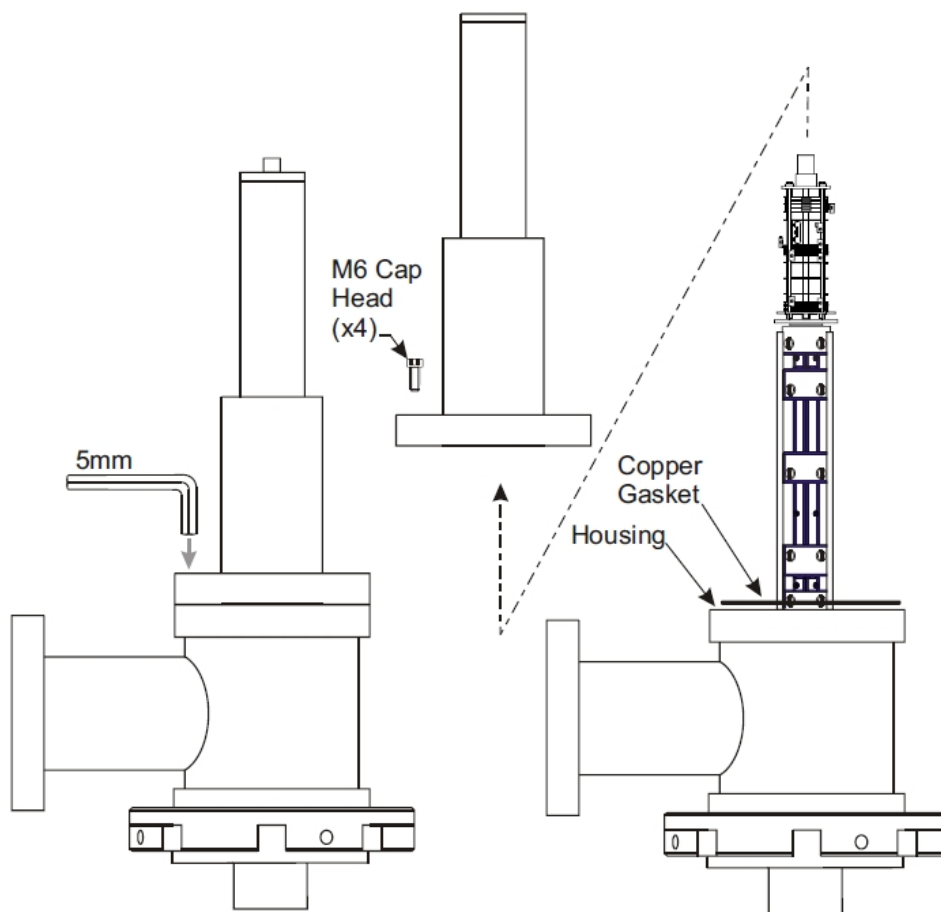


Figura 3.14: Esquema del espectrómetro de masas con el detalle del cuadrupolo. Imagen presentada por cortesía de Hiden Analytical, tomada del Manual Addendum, HA-085-531.

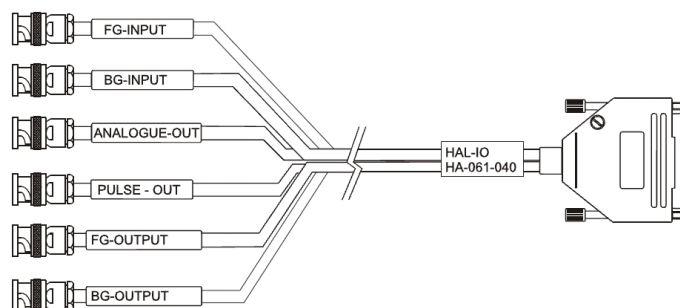


Figura 3.16: Cable de I/O que se conecta al Analogue Output (véase la Fig. 3.15.). La salida analógica del detector se corresponde con el conector BNC ANALOGUE OUT. Imagen presentada por cortesía de Hiden Analytical, del Manual Addendum, HA-085-641.

3.3.2. Driven Electrode Probe Accesory (DEPA)

Para poder realizar las medidas objeto del presente estudio, se ha adquirido un accesorio que permite la polarización de la sonda del PSM. Se trata del accesorio *HidenAnalytical*[®] Driven Electrode Probe Accesory (DEPA) que, a través de un sistema de polarización externo, se encarga de polarizar la sonda del mismo. Consiste en un electrodo circular de 51 mm de diámetro que se coloca justo encima del PSM. La temperatura de trabajo del DEPA es de 250 °C máximo, sin sistema de refrigeración, y de 500 °C máximo, con sistema de refrigeración. Por ello, viene con un sistema de refrigeración por flujo de agua preinstalado, para evitar que se eleve demasiado la temperatura y se deterioren los componentes que constituyen el DEPA (el DEPA es de acero fundamentalmente pero presenta partes como juntas tónicas de vacío (ver Fig. 3.17) que pueden verse afectadas por las altas temperaturas). Para el caso de nuestro plasma, no es necesaria la refrigeración puesto que no se llega a las temperaturas críticas y por tanto la refrigeración no se ha incluido en el sistema. El máximo potencial de operación del DEPA es de 1500 V DC. o 1250 V RF/DC.

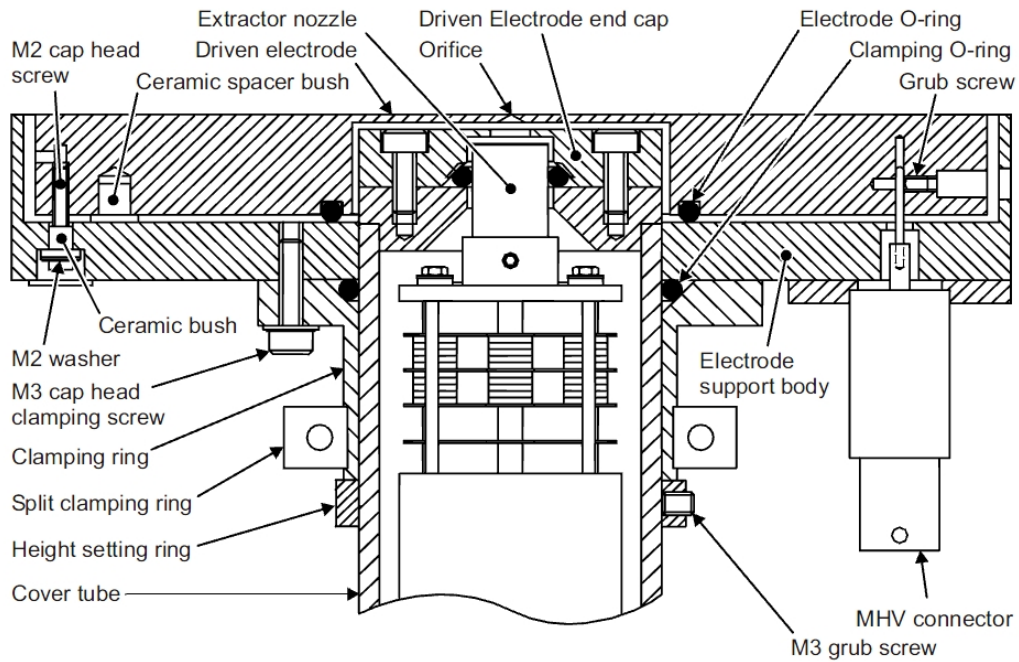


Figura 3.17: Esquema del Driven Electrode Probe Accessory (DEPA). Imagen presentada por cortesía de Hiden Analytical, Manual Addendum, HA-085-531.

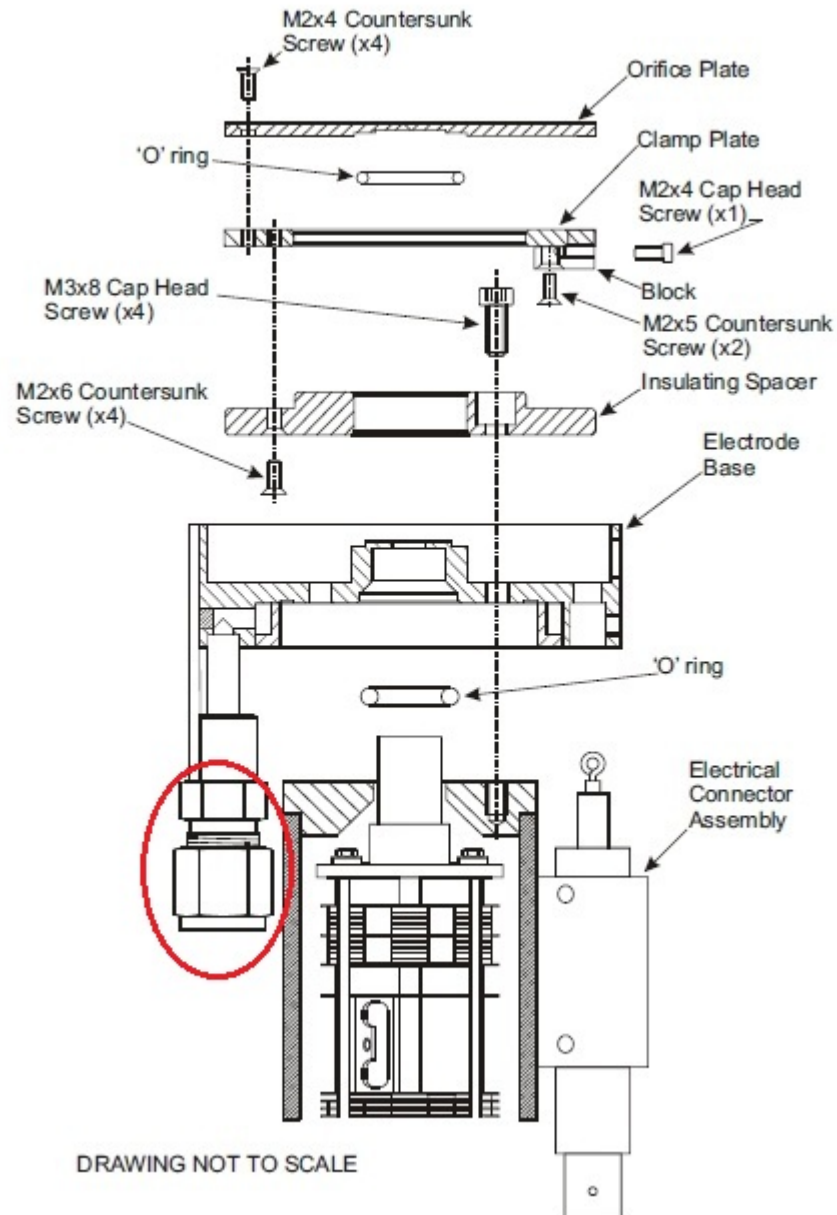


Figura 3.18: Esquema de la conexión entre el espectrómetro de masas, modelo PSM, y el DEPA. Partes del DEPA. Imagen presentada por cortesía de Hiden Analytical, Manual Addendum, HA-085-531.

El DEPA se encuentra conectado al sistema de polarización del que hablaremos posteriormente de sondas mediante un cable coaxial y conectores BNC.

La Fig. 3.17 muestra un esquema detallado del DEPA especificando cada una de sus partes [Hiden Analytical, Manual Addendum: HA-085-531]. En la Fig. 3.18 además de ver cada una de las partes de las que consta el DEPA por separado, se puede ver en detalle como se ensabla al espectrómetro de masas al DEPA. Se observa el conector que va a la fuente de polarización del DEPA y la conexión al sistema de refrigeración en el caso de que sea necesaria (que como se ha dicho, no lo es para el dispositivo experimental de este trabajo) que aparece rodeada en rojo.

El DEPA está provisto de un orificio de radio $r_0 = 50 \mu\text{m}$, a través del cual las moléculas neutras o ionizadas entran al PSM. Como la longitud de Debye, λ_D , típica de los plasmas estudiados es del orden de 0,15 mm y el espesor de la vaina iónica, s , que se formará en el DEPA es de $2,6\lambda_D$ [Godyak V. A., 1990] e incluso mayor [Morales Crespo R., 2010], por lo tanto, dicho espesor de la vaina será como mínimo 8 veces mayor que el radio del orificio, $s/r_0 > 8$. Así, desde el punto de vista del plasma, las irregularidades que aparecerían en el campo eléctrico debidas a este orificio son apantalladas por la vaina iónica que rodea al DEPA, es decir, el orificio no existe para el plasma. Por lo tanto, el PSM mide el flujo de iones que pasan a través del orificio en función de la polarización del DEPA. Es decir, este orificio hace el papel de una sonda plana ideal y el PSM hace las funciones de amperímetro.

Finalmente, dado que el tamaño del DEPA es similar al de los electrodos de la descarga, se dispone sobre él un vaso de precipitado al que se le ha practicado un agujero de 1 cm de diámetro en el centro de su base (ver Fig. 3.19). Dicho agujero se dispone concéntrico con el orificio de entrada de iones al PSM. De este modo se disminuye la perturbación que la polarización del DEPA pudiera ocasionar en el plasma, como se comprobará más adelante.

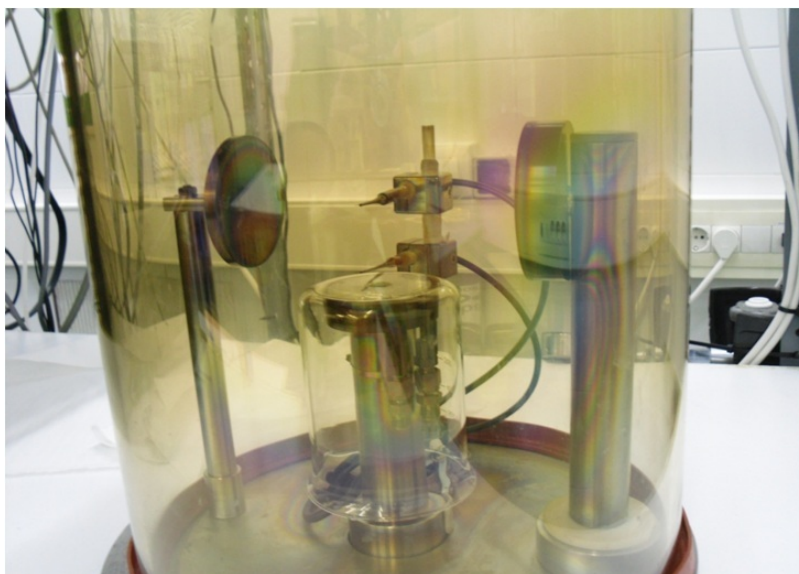


Figura 3.19: Fotografía del dispositivo mostrando el vaso de precipitado con el orificio de 1 cm en su base, que aísla el DEPA del plasma para evitar la perturbación de éste.

3.3.3. Sistemas de polarización del DEPA

La polarización del DEPA se hace con un generador de funciones Agilent 33220A, 20 MHz (Fig. 3.18). Permite el modo continuo y el modo pulso, al que se le puede regular su duración y diferentes formas de señal (cuadrada, sinusoidal,...), entre ellas, diente de sierra que es la utilizada en este trabajo. Su rango de frecuencias va de 2 mHz a 20 MHz, su amplitud de 2 mV_{pp} a 20 V_{pp} que puede ser modulada a través del offset (± 10 V). El generador de funciones se sincroniza a través de un trigger externo.



Figura 3.20: Generador de funciones modelo Agilent 33220A.

Por otra parte, como veremos más adelante, durante el proceso de medida hay un momento en que es necesario polarizar el DEPA a un potencial determinado, concretamente al potencial del plasma que se ha medido previamente. Para ello se dispone de una fuente de polarización de corriente continua modelo HP 6827A (ver Fig. 3.20). Entre sus características se encuentra el hecho de que es una fuente bipolar con una relación señal-ruido alta y un potencial máximo de ± 100 V.



Figura 3.21: Fuente de polarización del DEPA modelo HP 6827A.

3.3.4. Sondas electrostáticas de Langmuir

Las sondas electrostáticas que se usan son de geometría cilíndrica y han sido fabricadas por nuestro grupo de investigación específicamente para este dispositivo experimental y su diseño sigue las condiciones adecuadas [Godyak V. A., 1990 y Fernández Palop J. I. et al., 1995].

El material que se ha usado es Tungsteno, de potencial de extracción elevado para asegurar que la emisión secundaria sea despreciable [Annaratone B. M. et al., 1992, Fernández Palop J. I. et al., 1994, Fernández Palop J. I. et al., 1995, Ballesteros J. et al., 2004, Ballesteros J. et al., 2006 y Díaz-Cabrera J. M. et al., 2012].

La guarda aislante para una sonda tiene que tener un radio suficientemente pequeño para evitar que se drene mucha corriente del plasma en la proximidad de la sonda. Un diseño malo para la guarda de la sonda es el caso más frecuente para que el experimento sea fallido. La Fig. 3.21 muestra un ejemplo de una guarda mal fabricada y de una buena. Estos problemas, que provienen de un mal diseño en el soporte de la sonda, pueden aumentar para el caso de plasmas químicamente reactivos. La contaminación de la sonda

por los constituyentes del plasma pueden causar una distorsión grande de las características de la sonda. El ruido y la oscilaciones del plasma pueden hacer que la medida de la EEDF sea imposible de realizar a menos que se tengan en cuenta ciertas precauciones [Godyak V. A., 1990, Fernández Palop J. I. et al., 1995, Ballesteros J. et al., 2004].

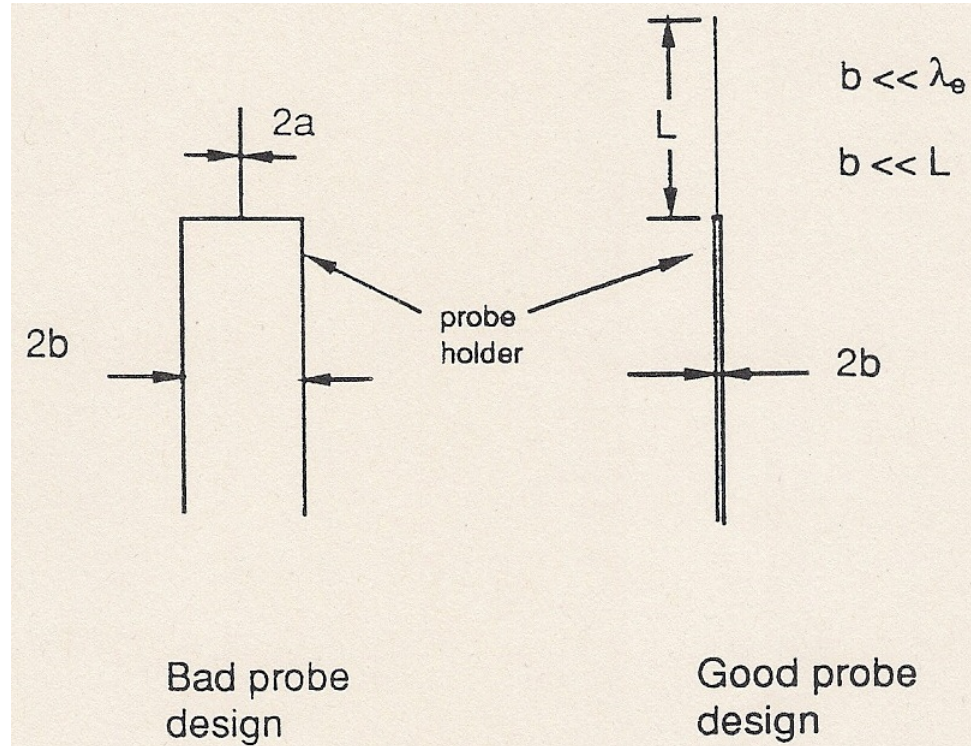


Figura 3.22: Esquema de una sonda electrostática de Langmuir de geometría cilíndrica mal diseñada (izquierda), y de una bien diseñada (derecha).

La Fig. 3.22 muestra un esquema de la sonda electrostática, utilizada en este trabajo, y de su guarda. La sonda tiene un diámetro de 0,2 mm y la longitud del hilo de tungsteno es de 6 mm, que es llevado a la salida por un tubo vidrio de Pyrex de 1 mm de diámetro. Otro tubo de vidrio en la punta sirve para separar la sonda del soporte de vidrio y así evitar el contacto que aumentaría la superficie efectiva de la sonda. Se trata de que la vaina del vidrio de soporte no apantalle una parte de la sonda.

Para una correcta medida de la curva característica $I - V$, la sonda y la guarda deben cumplir unas condiciones restrictivas. Una revisión de estas

condiciones se puede encontrar en el trabajo de Godyak [Godyak V. A., 1990]. Vamos a analizar tales condiciones para la Fig. 3.22 a). La condición $a \ll \lambda_e$, donde a es el radio de la sonda y λ_e es el recorrido libre medio de los electrones se cumple ya que para nuestra sonda $2a = 10^{-4}$ m y $\lambda_e \geq 10^{-2}$ m. La condición $b \ll \lambda_e$, donde b es el radio de la guarda, se cumple también ya que $2b = 5 \times 10^{-4}$ m. Por último, la condición $\lambda_D \ll \lambda_e$, donde λ_D es la longitud de Debye se cumple también ya que, en nuestros plasmas, $\lambda_D \simeq 10^{-4}$ m [Godyak V. A., 1990, Dilecce G., 1992, Kortshagen U. et al., 1994, Fernández Palop J. I. et al., 1995, Demidov V. I. et al., 2002, Chen F. F., 2003, Ballesteros J. et al., 2004, Godyak V. A. y Demidov V. I., 2011]. Luego se cumplen todas las condiciones que tiene que ver con la sonda, la guarda y la vaina.

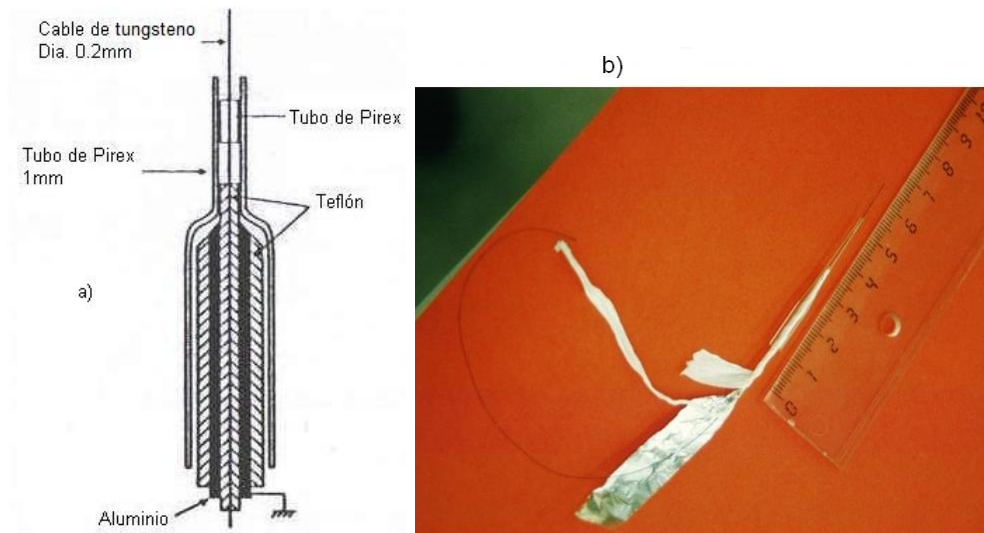


Figura 3.23: Esquema de la sonda electrostática cilíndrica, a), y fotografía de la misma, b).

En la Fig. 3.22 a) y b) podemos ver que la sonda que hemos fabricado se recubre por algunas capas de aluminio y teflón tanto como para su apantallamiento como para evitar contactos no deseados.

3.3.5. Sistema de polarización de sondas de Langmuir

El sistema de polarización de las sondas de Langmuir es similar al de polarización del DEPA. Está compuesto por un generador de funciones y un amplificador.

El generador de funciones es un Tabor Electronic 8021, 20 MHz, ver Fig. 3.23. Su rango de frecuencias va de 2 mHz a 20 MHz, su amplitud de $10 \text{ mV}_{\text{pp}}$ a 20 V_{pp} que puede ser modulada a través del offset ($\pm 5 \text{ V}$). Trabaja en modo continuo o un pulso al que se le puede regular su duración y diferentes formas de señal (cuadrada, sinusoidal,...), entre ellas, diente de sierra que es la que se utiliza en este trabajo. Puede ser sincronizado mediante trigger externo.



Figura 3.24: Generador de funciones modelo Tabor Electronic 8021.

La señal del sistema de polarización es amplificada con un amplificador de señales (ver Fig. 3.19) modelo Tabor Electronic Amplifier 9200, cuya ganancia es fija, $\times 20$, es bipolar y tiene una alta relación señal-ruido y posibilidad de funcionamiento en modo flotante. Puede proporcionar una salida de $\pm 150 \text{ V}$, que son más que suficientes para nuestro experimento, y una corriente de 100 mA . Presenta un rango de banda ancha de más de 500 kHz .



Figura 3.25: Amplificador de señales modelo Tabor Electronic Amplifier 9200.

3.3.6. Dispositivo de adaptación de señales de las sondas de Langmuir

Se trata de un sistema de divisores de tensión para adaptar los voltajes de polarización del DEPA a los niveles máximos tolerados por el sistema de adquisición de datos que se describirá más adelante. La ganancia del divisor es del orden de 11. Esta razón de división se calibra con gran precisión específicamente para cada caso.

Se dispone en el interior de una caja metálica conectada a tierra para evitar la contaminación eléctrica y corrientes parásitas y por la misma razón, todos los conectores usados en este dispositivo son BNC.

3.3.7. Dispositivo de adquisición de datos. Tarjeta de medida

El sistema de adquisición de datos está constituido por una tarjeta de adquisición de datos, insertada en un Bus de comunicaciones PCI de un ordenador personal en el que se ha instalado un Instrumento Virtual LabView programado al efecto y que controla la experiencia. Dicha tarjeta es de la marca National instruments, modelo PCI6023 y presenta las siguientes características: ocho canales A/D , 16 bits de resolución, con 4 rangos de entrada de $\pm 1,25$ a ± 10 V, capaz de tomar 5×10^5 muestras/s en cada uno de los ocho canales simultáneamente. Cuenta con dos triggers, uno analógico y otro digital y múltiples entradas y salidas TTL así como diversos contadores, relojes, etc.

Para disminuir el ruido eléctrico ambiente se utilizan exclusivamente cables coaxiales y conexiones BNC. Dichas conexiones se realizan por medio del accesorio de *National Instruments*[®] BNC 2110 (ver Fig. 3.24).



Figura 3.26: Tarjeta modelo PCI 6123 (izquierda); accesorio de conexiones BNC 2110 (derecha) de *National Instruments*[®].

3.3.8. Control del dispositivo de medida

Como se ha comentado, el computador personal, citado anteriormente, controla todo el proceso de medida mediante un Instrumento Virtual desarrollado al efecto en el entorno *LabVIEW*[®] (que será descrito en el capítulo siguiente). Dicho Instrumento Virtual utiliza diferentes buses de comunicaciones para controlar los diferentes instrumentos utilizados en el dispositivo experimental. Así, para cada medida, mediante un BUS IEEE488.2, configura la fuente de alta tensión a la intensidad elegida y adquiere los valores de voltaje e intensidad interelectrónicos suministrados. Asimismo, mediante el BUS RS232 adquiere el valor de la presión del gas plasmógeno medido por el manómetro tipo Pirani. Finalmente, mediante USB, se controla el PSM a través del programa *MASsoft*[®] que también será expuesto en el siguiente capítulo y, como hemos comentado anteriormente, mediante el BUS PCI se controla la tarjeta de adquisición de datos PCI 6023.

Capítulo 4

Método de medida

4.1. Introducción

Como planteamos en los objetivos, el presente trabajo trata de idear un método de medida que nos permita la medida de las curvas características $I_i - V$ de una sonda plana (el orificio del DEPA) de las distintas especies iónicas de un plasma de corriente continua. A partir de estas curvas características se van a obtener diversos parámetros que caracterizan el plasma, como son el potencial del plasma, V_p , la Función de Distribución de Probabilidad de Energía Iónica, $IEPDF$ y la temperatura iónica, T_i . Finalmente, se han dispuesto dos sondas electrostáticas de Langmuir de geometría cilíndrica, una muy próxima al orificio de DEPA y otra en el núcleo del plasma. Ambas nos permiten obtener las curvas características $I - V$ correspondientes que nos van a permitir obtener los valores del potencial del plasma, V_p , así como la densidad y temperaturas electrónicas, n_e y T_e , y la Función de Distribución de Energía Electrónica, EEDF en el punto en el que están situadas dichas sondas. Así, algunos de estos resultados se van a poder comparar con los obtenidos a partir de la curva característica $I_i - V$ por especies iónicas, encontrándose un buen acuerdo entre ellos. Finalmente, los resultados obtenidos de las curvas características $I - V$ de las sondas cilíndricas nos permitirán constatar que la perturbación en el plasma debida a la polarización del DEPA, es apantallada por la vaina iónica que se forma a su alrededor.

Es destacable la importancia del método que se propone en este trabajo ya que las sondas de Langmuir no pueden discriminar las corrientes de los distintos iones positivos que componen el plasma. El método propuesto, sin

embargo, sí es capaz de obtener la característica $I_i - V$ de cada especie iónica existente en el plasma y cuenta exclusivamente el flujo de la especie iónica sintonizada a través del orificio del DEPA (sonda) en función del potencial de polarización del DEPA.

4.2. Instrumentación Virtual. *LabVIEW*[®].

La adquisición de datos y el posterior tratamiento de los mismos se realiza con un ordenador personal a través de dos Instrumentos Virtuales que hemos creado para tal efecto en el entorno de *LabVIEW*[®] y que llamaremos ESE (VI ESE) (se usa para la medida con el espectrómetro de masas) y ELE (VI ELE) (se usa para la medida con las sondas electrostáticas de Langmuir).

4.2.1. Características de *LabVIEW*[®]

LabVIEW[®] es un entorno de programación gráfica para el desarrollo de sistemas de medida sofisticados, pruebas y control de experimentos, que utilizará íconos gráficos e intuitivos y cables que parecen un diagrama de flujo. Se integra perfectamente con miles de dispositivos de hardware y ofrece una librería matemática excelente, controla las tarjetas de adquisición de datos con facilidad y gestiona todos los puertos de comunicaciones. De ahí su versatilidad a la hora de integrarse a distintos tipos de hardware. Esto permite controlar el proceso de medida, el tratamiento de los datos y la posterior representación de resultados. La plataforma *LabVIEW*[®] es escalable a través de múltiples objetivos y sistemas operativos, desde su introducción en 1986 se ha vuelto un líder en la industria. *LabVIEW*[®] es un lenguaje de programación orientado a objetos, donde cada objeto es uno de los iconos gráficos mencionados.

Este programa fue creado por *National Instruments*[®] (1976) para funcionar sobre máquinas MAC, salió al mercado por primera vez en 1986. Ahora está disponible para las plataformas Windows, UNIX, MAC y GNU/Linux (la última versión es la 2013), con lo que la migración y/o adaptación del programa a otros experimentos similares en otros laboratorios es muy sencilla.

Los programas desarrollados con *LabVIEW*[®] se llaman Instrumentos Virtuales, o VIs, y su origen provenía del control de instrumentos, aunque hoy en día se ha expandido ampliamente no sólo al control de todo tipo

de electrónica (instrumentación electrónica) sino también a la programación y control de experimentos. Entre sus objetivos están el reducir el tiempo de desarrollo de aplicaciones de todo tipo (no sólo en ámbitos de Pruebas, Control y Diseño) y el permitir la entrada a la informática a profesionales de cualquier otro campo.

Su principal característica es la facilidad de uso para programadores profesionales como para personas con pocos conocimientos en programación. Permite la creación de complejos programas con unos pocos VIs, que con un lenguaje de programación habitual, necesitarían miles de páginas de código. Incluso, existen buenas prácticas de programación para optimizar el rendimiento y la calidad de la programación.

Presenta facilidades para el manejo de:

- Interfaces de comunicaciones: Puerto serie, Puerto paralelo, GPIB, PXI, VXI, TCP/IP, UDP, DataSocket, Irda, Bluetooth, USB, OPC,...
- Capacidad de interactuar con otros lenguajes y aplicaciones.
- Herramientas gráficas y textuales para el procesado digital de señales.
- Adquisición y tratamiento de imágenes.
- Tiempo Real estrictamente hablando.
- Sincronización entre dispositivos.

Como se ha dicho es una herramienta gráfica de programación lo que quiere decir que los programas no se escriben sino que se dibujan, lo que facilita el manejo del programa y permite al usuario dedicarse más a la interfaz gráfica y la interacción con el usuario final.

Cada VI consta de dos partes diferenciadas:

- Panel Frontal: El Panel Frontal es la interfaz con el usuario, la utilizamos para interactuar con el usuario cuando el programa se está ejecutando. Los usuarios podrán observar los datos del programa actualizados en tiempo real (cómo van fluyendo los datos). En esta interfaz se definen los controles (los usamos como entradas, pueden ser botones, marcadores etc..) e indicadores (los usamos como salidas, pueden ser gráficas, iconos,).

- Diagrama de Bloques: es el programa propiamente dicho, donde se encuentra el código que controla el programa donde se define su funcionamiento, aquí se colocan íconos que realizan una determinada función y se interconectan. Suele haber una tercera parte icono/conector que son los medios utilizados para conectar un VI con otros VIs.

En el panel frontal, encontraremos todo tipo de controles o indicadores, donde cada uno de estos elementos tiene asignado en el diagrama de bloques un terminal. Se puede observar en el diagrama de bloques todos los valores de los controles e indicadores y como van fluyendo entre ellos cuando se está ejecutando un programa VI.

4.3. Lenguaje de programación de *LabVIEW*[®]

A la hora de empezar a programar en el entorno *LabVIEW*[®], éste nos ofrece en su interfaz de usuario dos paletas de iconos fundamentales. Se trata de la paleta de funciones y la paleta de controles, que podemos ver en la Fig. 4.1. En la paleta de funciones podemos encontrar iconos matemáticos, lógicos, gráficos, de comunicaciones, las librerías matemáticas, etc y en la de controles tenemos iconos de control numéricos, booleanos, de cadena, gráficos, de texto, led, etc. Con todos ellos, se programa enlazando unos iconos con otros a través de cables imaginarios que nos van a permitir ver la dirección del flujo de datos si se selecciona específicamente la opción en el entorno *LabVIEW*[®].

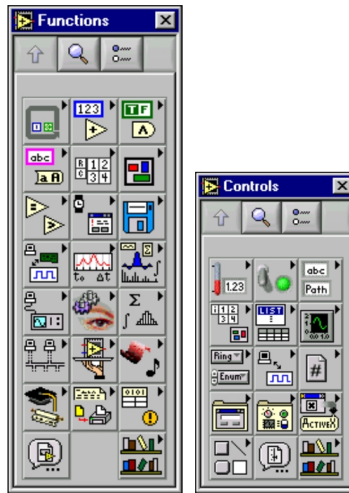


Figura 4.1: Paleta de funciones (derecha) y paleta de controles (izquierda).

En este trabajo se han desarrollado dos programas (Instrumentos Virtuales) en el entorno *LabVIEW*[®]. Ambos realizan todo el proceso de control, medida, almacenamiento y tratamiento de las curvas características $I_i - V$ por especie iónica y de las curvas características $I - V$ de las sondas electrostáticas, que se miden en este trabajo para la obtención de los diversos parámetros que caracterizan el plasma.

El Instrumento Virtual ESE se encarga de todo lo referente a las curvas características $I_i - V$ y a la sonda del PSM (orificio del DEPA), y el ELE de lo relativo a las sondas cilíndricas de Langmuir. Más adelante, en las secciones 4.7 y 4.8, se estudiarán ambos programas con más detalle.

Tomando como referencia el instrumento virtual [Ballesteros, J. et al., 2004], hemos desarrollado dos programas para controlar tanto el proceso de adquisición de datos como el posterior tratamiento de los mismos. Las modificaciones realizadas al programa de Ballesteros van desde la parte teórica, ya que en lugar de medir con sondas de Langmuir ahora se van a medir con el espectrómetro de masas, a la parte práctica, ya que vamos a poder medir de manera automática y así será todo el proceso. También ha sido modificado a nivel estético y se ha depurado a nivel de programación para que sea más fácil de seguir y más rápido. De este modo, se ha sustituido la antigua forma de un programa no secuencial a uno que sí lo es, a través de variables globales y una clara línea secuencial, dotando al programa de un aire mucho más didáctico y comprensible.

En las siguientes Fig. 4.2 y 4.3 vemos, a modo de ejemplo, el diagrama de bloques y el panel frontal del programa desarrollado para la medida de las curvas características $I_i - V$ por especies iónicas. El diagrama de bloques es el programa propiamente dicho y es donde aparecen todos los iconos que permiten la programación en este entorno. El panel frontal del programa es de gran atractivo estético además de ser versátil, fácil de manejar y efectivo. Como podemos ver el programa consta de varias ventanas con funciones distintas, unas de entrada de datos y otras de salida. En la Fig. 4.2, se puede observar la línea secuencial que va ordenando la ejecución del programa, de la que se ha hablado en el párrafo anterior, en color verde. Más adelante se describe el proceso que sigue el programa para la adquisición y tratamiento de los datos experimentales.

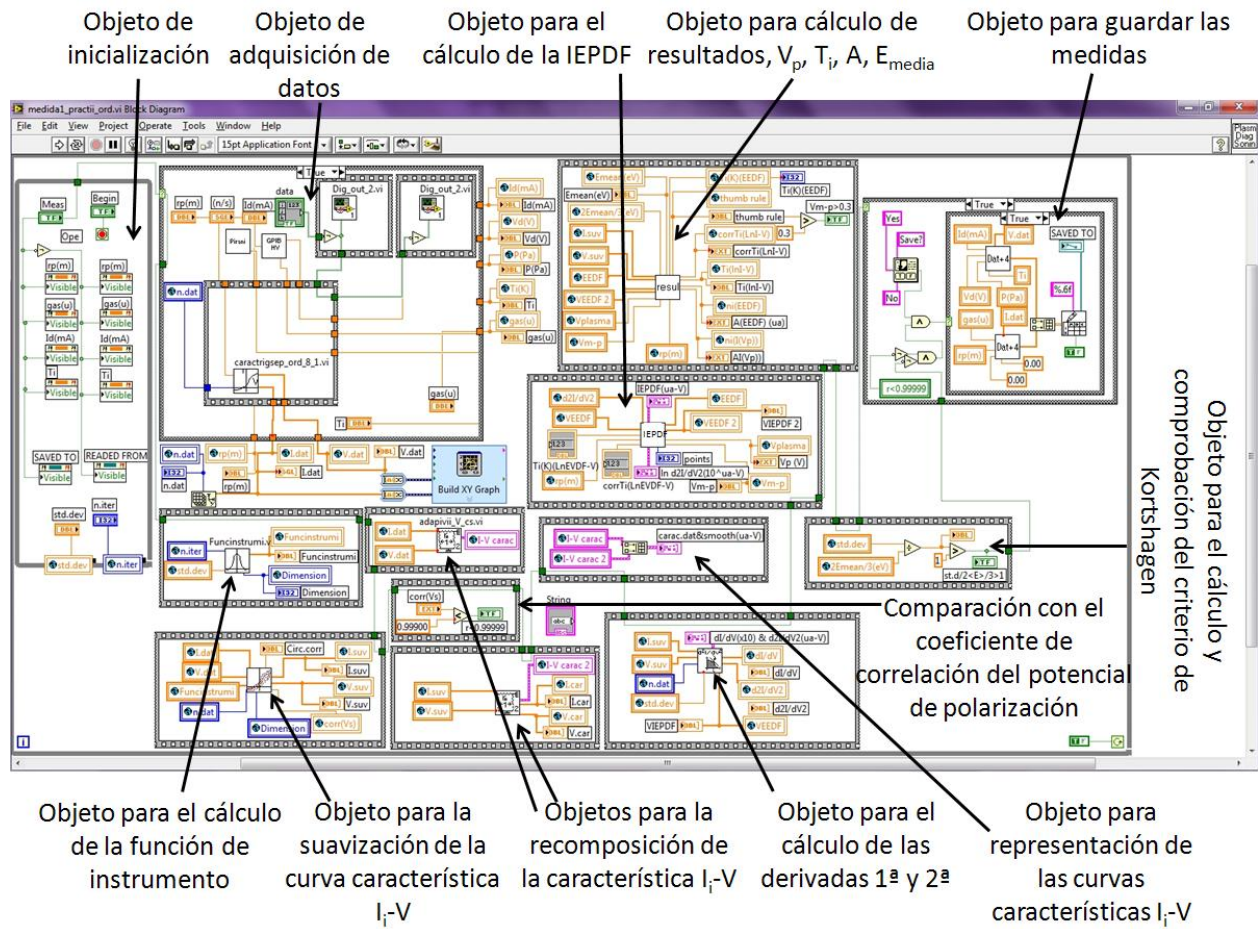


Figura 4.2: Diagrama de bloques del Instrumento Virtual ESE, para medida de características $I_i - V$ de una sonda plana por especies iónicas, en *LabVIEW*®.

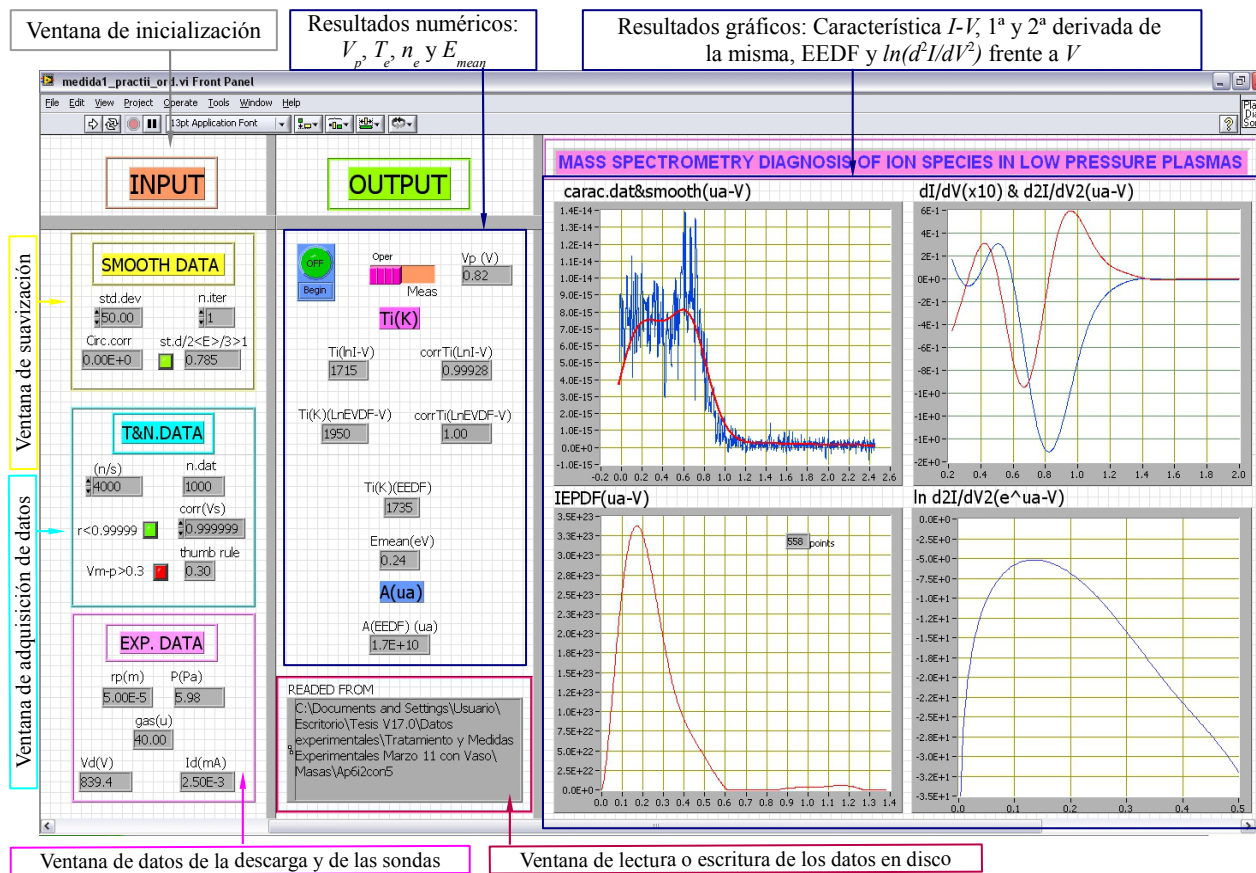


Figura 4.3: Panel frontal del Instrumento Virtual ESE, para medida de características $I_i - V$ de una sonda plana por especies iónicas, en *LabVIEW*[®].

4.4. Calibración del PSM para una especie iónica

Para cada especie iónica se realiza una calibración del PSM, el cual permite obtener el máximo número de cuentas posibles de la especie iónica seleccionada ya que a la hora de medir la curva característica $I_i - V$ de una sonda plana de esa especie iónica, sólo se van a contar los iones de dicha especie que atraviesan el orificio del DEPA (sonda) en función de su potencial de polarización.

MASsoft[®], el programa que gestiona el espectrómetro de masas, cuenta con una serie de parámetros susceptibles de ser calibrados. Dichos parámetros son numerosos aunque los de nuestro interés son: masa, energía, focos, lentes y cylinder. Al seleccionar la opción «tune» en *MASsoft*[®], se nos abre una ventana dónde podemos elegir qué parámetros se van a sintonizar y entre qué valores se quiere hacer. Una vez elegidos, se acepta y el programa comienza a trabajar.

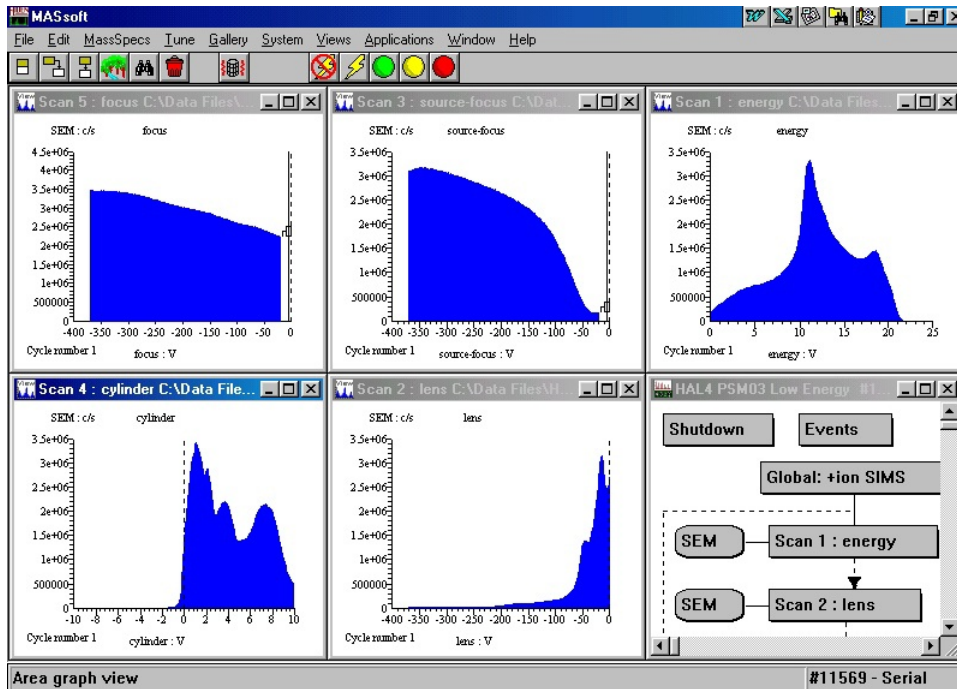


Figura 4.4: Massoft realizando una sintonización de los parámetros elegidos: focus, source-focus, energy, cylinder y lens.

La calibración se realiza dejando el DEPA a potencial flotante, pues es un potencial fácilmente reproducible y cercano al potencial del plasma, V_p y dónde la perturbación en el plasma debida a la presencia del mismo es apantallada por la vaina iónica que se forma entorno a él. Esta calibración consiste en realizar una serie de barridos de las variables a calibrar para que el número de cuentas sea máximo (en nuestro sistema es suficiente hacer 3 aunque para determinados iones se han hecho 10 barridos) seleccionando el valor óptimo para cada uno de los parámetros que se van a calibrar y que se utilizará en el siguiente barrido, de modo que en cada barrido el valor de cada parámetro va siendo optimizado.

Como resultado de este proceso se obtienen los valores óptimos de los parámetros elegidos para su calibración, para el plasma sobre el que se hace el proceso, de manera que se hace máximo el número de cuentas que contabiliza el detector.

Dado que este proceso de calibración necesita más de 10 minutos, sólo se realiza cuando es necesario. De otro modo, el proceso de medida en las diferentes condiciones del plasma sería excesivamente largo y surgirían otros problemas de deriva de las condiciones de la descarga. Finalmente, como se comentará más adelante, el hecho de tener que calibrar hace que no se pueda determinar el valor absoluto de la intensidad de la característica $I_i - V$ por especie iónica, y por tanto que la Función de Distribución de Energía de los Iones medida debe ser normalizada y se convierte en una IEPDF. Igualmente ocurre con el resto de las medidas que se basen en valores absolutos de la curva característica $I_i - V$ por especies iónicas.

Este inconveniente nos abre otra perspectiva para un futuro de esta investigación, acerca de la constante de calibración que sería necesaria para obtener densidades iónicas absolutas.

4.5. Calibración de la salida analógica del detector del PSM

Para saber la relación entre el número de cuentas realizadas por el detector y el voltaje correspondiente en la salida analógica del PSM fue necesario hacer una calibración del mismo. Esta calibración es única y no se ha repetido ya

que se ha constatado que no ha cambiado durante el proceso de medida de este trabajo puesto que las condiciones de medida del detector también han permanecido inalteradas.

Para obtener esta relación se conectó la salida analógica a un voltímetro y se realizaron varias medidas con el *MASsoft*[®] (en concreto la opción MID que nos da el número de cuentas del ion seleccionado a lo largo del tiempo) para un plasma de Argon en diferentes condiciones de la descarga. *MASsoft*[®] dió una gráfica como resultado, en ella se podía ver el número de cuentas que llegaban al detector para unas determinadas condiciones del plasma y con el DEPA a potencial flotante, en función del tiempo. Simultáneamente, el voltímetro conectado a la salida analógica del PSM daba un valor del voltaje de salida. Así, se hizo corresponder este voltaje con el número de cuentas detectadas obteniéndose un valor para la constante de calibración de $10^6 \text{cuentas}/V$. Esta constante de calibración fue introducida en el icono correspondiente del VI ESE, para la medida de curvas características $I_i - V$ por especies iónicas.

4.6. Medida de la composición del plasma con el PSM

MASsoft[®] presenta una serie de pestañas y cada una de ellas corresponde a un tipo de medida diferente. Así, puede hacer medida de neutros mediante un barrido *RGA* (Residual Gas Analyzer) o de iones a partir de las opciones *SIM+* o *SIM-*. También nos puede dar el perfil de potencial y la IEPDF entre otros resultados.

En primer lugar se hizo un barrido *RGA* que mostrara la composición del gas que se tenía en la cámara de descarga. La Fig. 4.5 ilustra este barrido. Como se puede ver, en la cámara de vacío tenemos en mayor cantidad H_2 , H_2O , N_2 , Ar y CO_2 , siendo la cantidad de Ar significativamente superior a la de cualquier otra sustancia. Se cuenta con más de 3 millones de cuentas de Argon, de los cuales se ionizará un 10 % aproximadamente como muestra la Fig. 4.6, motivo por el cual, se necesita que haya una buena calibración del PSM para la especie iónica objeto de estudio.

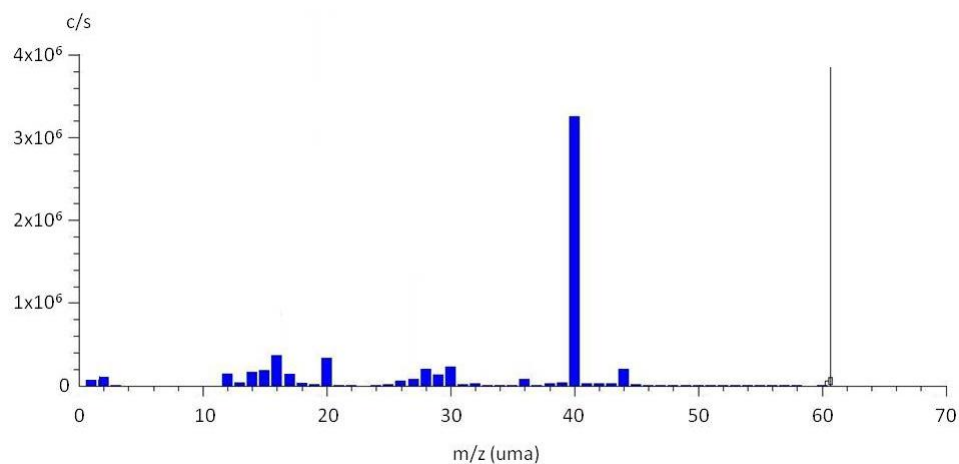


Figura 4.5: Espectro de neutros de la cámara de vacío del dispositivo experimental cuando se introduce Argón.

En las Fig. 4.6 se puede ver un espectro de iones típico cuando en la cámara de vacío hay un plasma DC de Argón (opción *SIM+* del programa *MASsoft*[®]). Este espectro es obtenido después del calentamiento previo que hay que hacer en el sistema para eliminar los problemas que el vapor de agua ocasionaban en la descarga, como se vio anteriormente y se recuerda continuación.

Las Fig 4.6 y 4.7 ilustran un espectro de iones positivos en un plasma de Argón después de realizar la calibración del PSM. Podemos observar que la diferencia fundamental es la cantidad de vapor de agua que se detecta en cada caso. Ésto es lo que apuntábamos en el apartado 3.2.5 sobre la importancia que tiene el hecho de eliminar el agua de la cámara de vacío. La Fig. 4.7 es una medida en un sistema que no se ha sometido a calentamiento previo alguno, mientras que la figura correspondiente al barrido iónico de la Fig. 4.6, ha sido calentada durante dos horas, reduciéndose la cantidad de agua y, por tanto, de H_3O^+ , considerablemente, de $2,5 \times 10^6$ a 5×10^4 , en comparación con el Ar^+ , de 3 veces más masa.

Cabe resaltar la diferencia en la escala de medida, mientras que para la Fig 4.6 se están contando del orden de 10^5 cuentas/s de iones, en el barrido de la Fig. 4.7 las cuentas son del orden de 10^6 , lo que supone por una parte la importancia de la calibración que se realiza para cada especie iónica y segundo la gran diferencia en la composición del plasma debida a la presencia del vapor de agua.

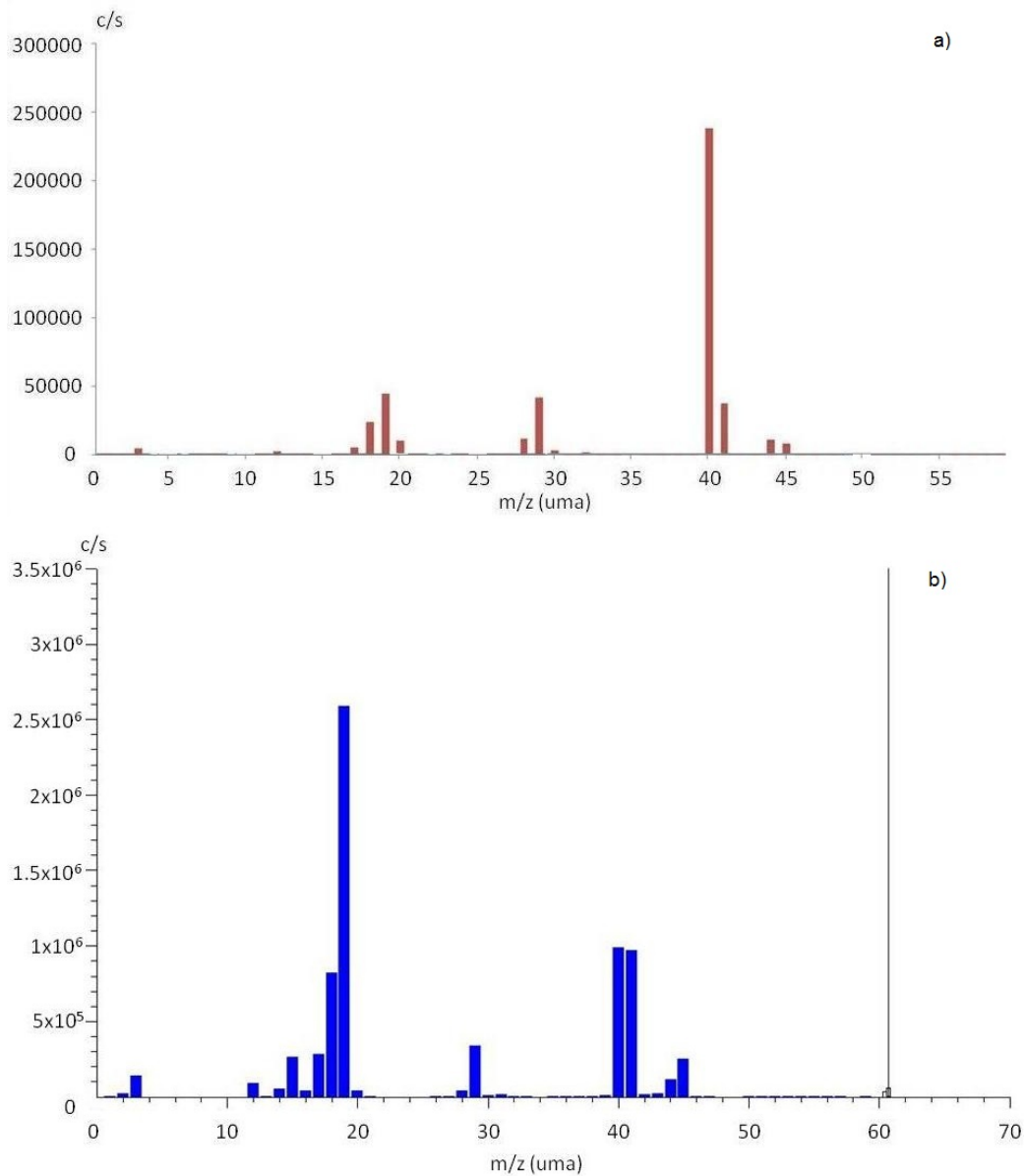


Figura 4.6: a) Espectro iónico positivo para un plasma de DC de Argon a unas condiciones de $P = 3$ Pa e $I_d = 3$ mA previo calentamiento del sistema para eliminar el vapor de agua de la descarga. b) Espectro iónico positivo para el mismo plasma en las mismas condiciones sin calentar previamente el sistema.

Puede verse que el ion dominante en la Fig. 4.6 es el ion Ar^+ mientras que en el espectro de la Fig. 4.6 b), el ion dominante es el H_3O^+ . Además la presencia de H_3O^+ afecta de modo que se forma ArH^+ ($m = 41$ u), con una concentración comparable a la del Ar^+ , cayendo un poco la concentración de éste debido a la recombinación con el Hidrógeno. Todo ello prueba la importancia de calentar el sistema antes de realizar medidas.

Hay varios picos en el espectro de la Fig. 4.6 a), aparte del correspondiente al Ar^+ , 40 u y al H_3O^+ , 19 u; como ya se ha dicho, hay uno para una masa de 41 u que se corresponde al ArH^+ que viene de la recombinación del Ar con el H^+ , como hemos comentado anteriormente. Otros picos que aparecen en la Fig. 4.6 a) destacables son: el pico de 18 u del H_2O^+ , el de 20 u correspondiente a Ar^{++} , el de 28 u correspondiente a N_2^+ , el de 29 u correspondiente a N_2^+ , CO^+ , $N_2O_3^+$ y CO_2^+ y el de 44 u que se corresponde con CO_2^+ . Estos últimos dan cuenta de que la presencia de aire atmosférico en la descarga es despreciable, ya que representan un tanto por ciento mínimo de los iones positivos que se tienen con respecto a los iones de Argon, Ar^+ .

La Fig. 4.7 es tomada del Manual de *HiddenAnalytical*[®] y es para un plasma de RF. Como puede verse, el problema del vapor de agua en la descarga es general, incluso los fabricantes del PSM lo tienen en una descarga de RF bastante más energética que la utilizada en este trabajo de DC donde esta relación es significativamente inferior. Lo que prueba de nuevo la importancia del calentamiento previo del dispositivo experimental, y en concreto, de la cámara de descarga y del espectrómetro de masas.

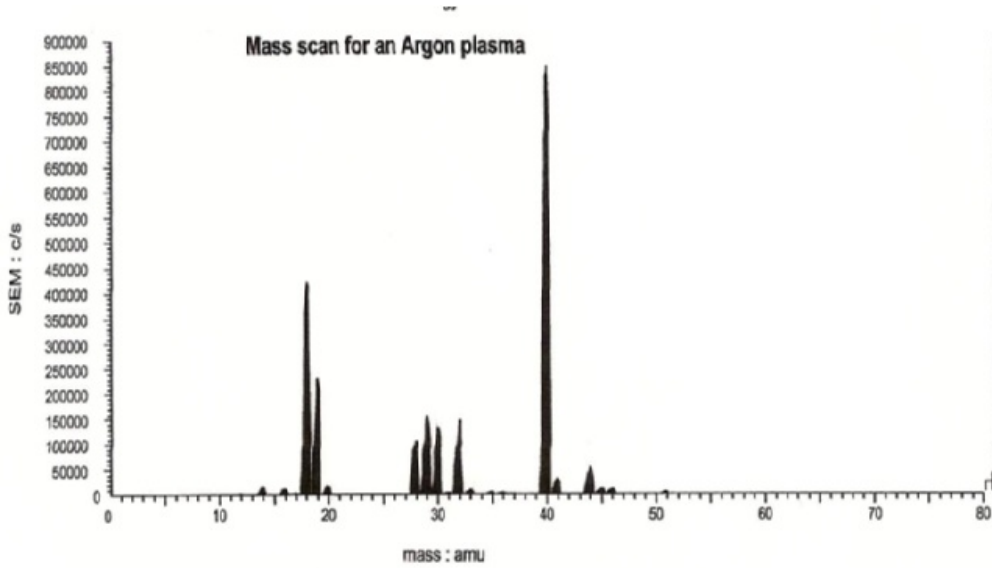


Figura 4.7: Espectro iónico positivo para un plasma de RF de Argon realizado por *HiddenAnalytical*[®]. Es destacable la cantidad de iones H_3O^+ que existe, por encima de la que hay en el dispositivo experimental de este trabajo.

4.7. Medida de la característica $I - V$

Como ya se ha descrito en la sección 4.1, uno de los métodos más empleados en la diagnosis de plasmas son los que utilizan sondas electrostáticas de Langmuir inmersas en el plasma y, está basado en el análisis de la corriente recogida por la sonda en función del potencial al que está polarizada, es decir, en el estudio de la curva característica $I - V$ de una sonda inmersa en el plasma. Dicho estudio, permite obtener información local acerca de los parámetros del plasma tales como el potencial del plasma, V_p , así como densidades y temperaturas electrónicas, n_e y T_e . Además permite obtener como resultado la EEDF.

El proceso de medida es controlado totalmente por el VI ELE, comentado anteriormente en la sección 4.2, y que se ha desarrollado en este trabajo a partir del diseñado por Ballesteros [Ballesteros J. et al., 2004]. Las Fig. 4.8 y 4.9 muestran el diagrama de bloques y el panel frontal correspondiente al programa desarrollado, VI ELE, para la medida de las curvas características $I - V$ de sonda una cilíndrica de Langmuir.

A continuación se comentará con detalle el panel frontal de la Fig. 4.9 siguiendo la línea de ejecución secuencial (línea verde de la Fig. 4.8) del VI ELE, esta línea se puede observar en la Fig. 4.8. Se explicará, además, como procede el VI ELE a la hora de tomar y tratar datos.

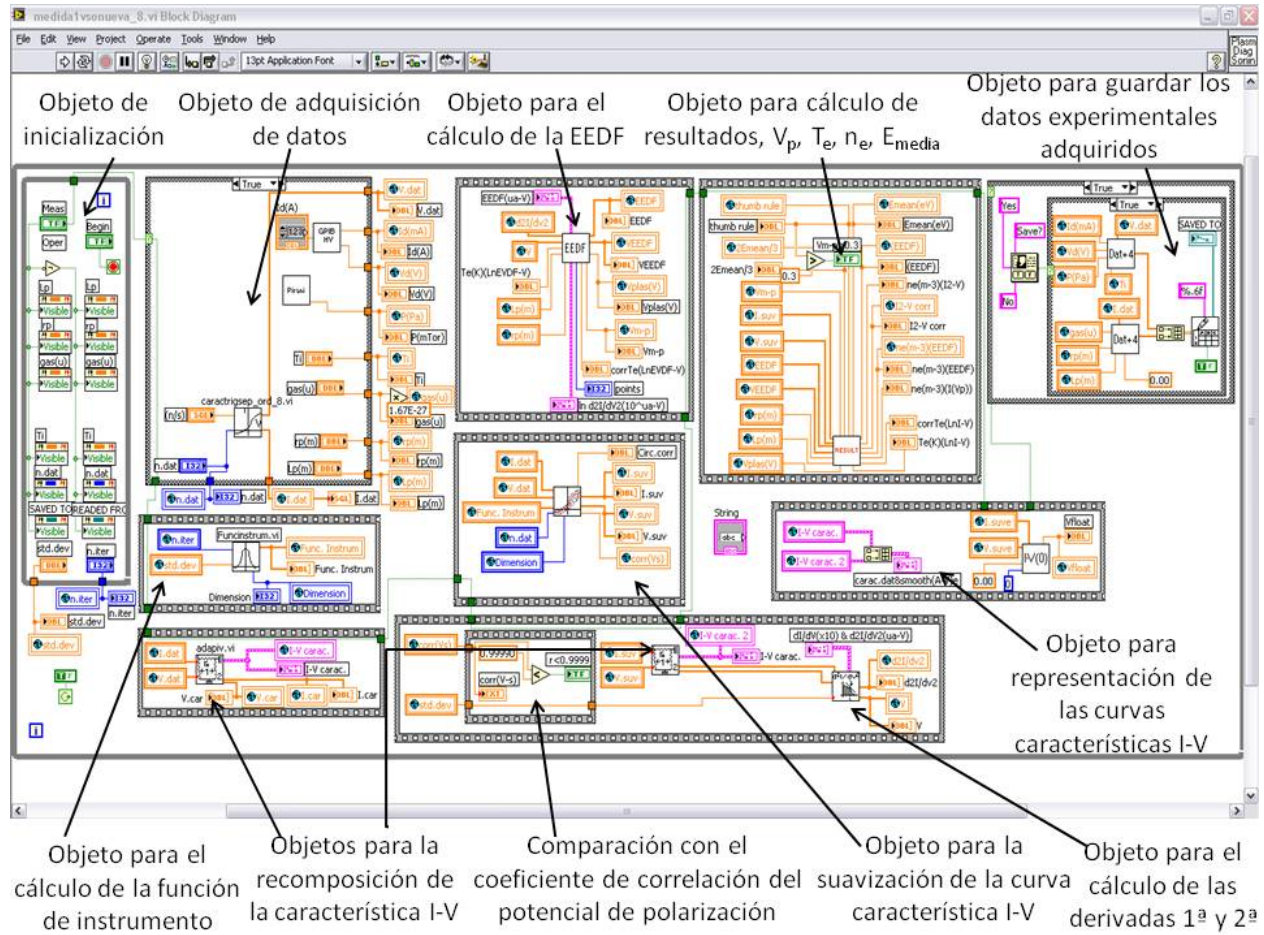


Figura 4.8: Diagrama de bloques del Instrumento Virtual ELE, para la medida de la característica $I - V$, con sondas de Langmuir.

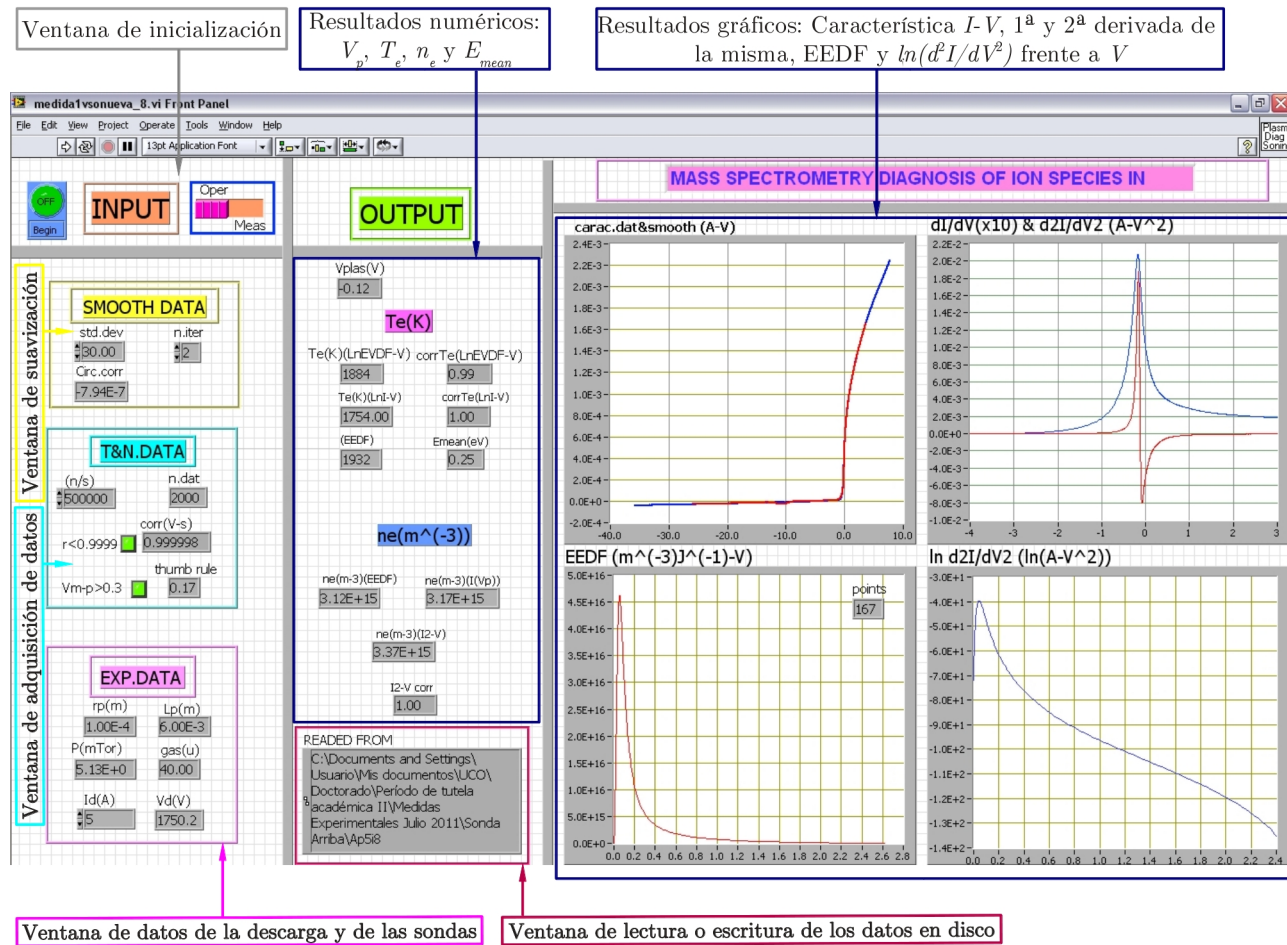


Figura 4.9: Panel frontal del Instrumento Virtual ELE, para la medida de la característica $I - V$, con sondas de Langmuir.

4.7.1. Descripción del VI ELE: toma y tratamiento de datos

Objeto de inicialización

El primer paso en el VI ELE a la hora de tomar o tratar datos experimentales es inicializar el proceso. Para ello debe contar con una ventana que ordene el comienzo del proceso y otras ventanas donde se seleccionen los parámetros de la adquisición de datos, de la suavización que se va a realizar en el proceso, de la descarga y de la sonda.

- **Ventana de inicialización:** en primer lugar se puede ver la etapa de inicialización del proceso (botón de comienzo: «Begin») (Fig. 4.10), en la cual aparecen una serie de controles que nos permiten poner en marcha el proceso de adquisición de datos, selección «Meas» (Measurements), o el proceso de tratamiento de los datos previamente guardados en el proceso anterior, selección «Oper» (Operation). Así, tenemos la posibilidad de usar el programa en «modo medida», toma de datos, u «operación», tratamiento de datos previamente grabados. La opción de grabar o desechar los datos se presenta al final de todo el proceso de medida, de modo que sólo se guarden los datos de las medidas que han merecido su aprobación. El programa pedirá la ruta y el nombre del fichero en el que se deben guardar los datos. Una vez medidos o leídos los datos el resto de las acciones que realiza el VI ELE son idénticas.

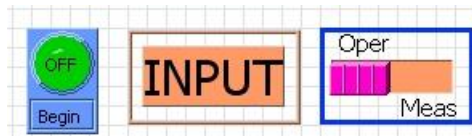


Figura 4.10: Inicialización del proceso de toma o tratamiento de datos.

- **Ventana de adquisición de datos** (ver Fig. 4.11): en este bloque del programa, se selecciona el número de datos que va a medir la tarjeta de adquisición así como la velocidad con que realizará dicha adquisición. La tarjeta de adquisición de datos está sincronizada con el generador de funciones mediante un pulso TTL generado por la propia tarjeta. Dicho pulso es el que da comienzo al proceso de medida. En las medidas que se presentan en este trabajo se ha elegido una velocidad de muestreo

de 500000 *datos/s* para aumentar la relación señal ruido, facilitar el proceso de suavización e incrementar la sensibilidad con que se mide la EEDF.

En este mismo bloque se incluye unos parámetros de comprobación de la bondad de las medidas y que si no son correctos se deberá repetir el proceso de medida. Estos parámetros son el coeficiente de correlación del ajuste por mínimos cuadrados del pulso en diente de sierra provisto por el generador, r , y el «thumb rule» que detallaremos a continuación.

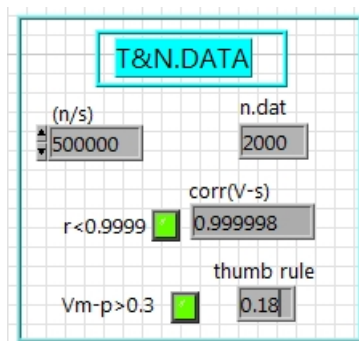


Figura 4.11: Ventana de adquisición de datos. Correlación de la rampa del potencial de polarización y «thumb rule».

Coefficiente de correlación lineal para la señal en diente de sierra, r :

Como se ha dicho, para la medida de la curva característica $I - V$ se necesita que la sonda esté conectada a un sistema de polarización que permita variar el potencial de la misma. Esta variación es dada a través de un generador de funciones que da una señal en diente de sierra. Esta rampa de potencial que da el generador de funciones debe tener un coeficiente de correlación lineal de al menos 0,99999 para que sea válido para el método de suavización. En la Fig. 4.12, se muestra la representación del potencial que da el VI ELE para su comprobación. En el caso de que la rampa de potencial no tenga la correlación requerida, el VI ELE avisará cambiando el led, que se encuentra al lado del coeficiente de correlación de V_2 , de color verde a rojo, indicándonos que la medida debe ser repetida porque el coeficiente de correlación para la rampa de potencial no es el adecuado para una buena suavización y

además se abrirá una ventana con el siguiente aviso: «INADECUATE POWER SUPPLY».

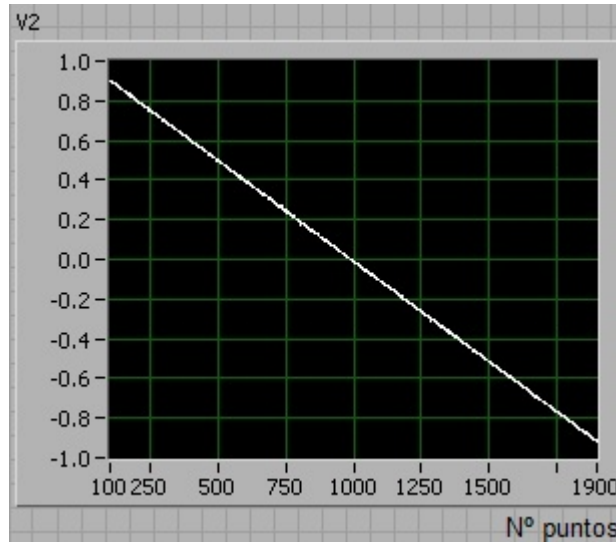


Figura 4.12: Rampa de potencial de polarización, V_2 , frente al número de puntos correspondiente a la Fig. 4.11.

«**Thumb rule**»:

La rapidez en el proceso de medida es muy importante porque asegura que la temperatura de la sonda, y por tanto la Función Trabajo del material del que está hecha, sea constante a lo largo del proceso de medida, evitando así la histéresis que se puede producir en la característica cuando es medida lentamente debido a que las corrientes recogidas por la sonda en cada zona de la característica son muy diferentes y, por lo tanto, la temperatura de la sonda puede variar a lo largo del proceso de medida. Como se adelantó en la sección 3.3.4, en este trabajo, se ha elegido el Tungsteno (Wolframio) como material para la sonda de Langmuir debido, precisamente, a que este material tiene una Función Trabajo que varía muy poco con la temperatura [Swift J. D. and Schwar M. J. R., 1970, Godyak V. A., 1990, Godyak V. A., 1992, Dilecce G., 1992, Annaratone B. M., 1992, Fernández Palop J. I. et al., 1995, Demidov V. I. et al., 2002, Ballesteros J. et al., 2004 y Ballesteros J. et al., 2006, Díaz-Cabrera J. M. et al., 2012]. Existe un criterio reconocido en la bibliografía, «thumb rule», para controlar

este proceso. Dicho criterio indica que la diferencia entre el potencial del máximo de la derivada segunda de la característica $I - V$, V_m , y el potencial del plasma, V_p , que, como veremos es el correspondiente al punto de inflexión ($d^2I/dV^2 = 0$) de la característica, sea menor que $k_B T_e/3 = (1/3)E_{mean}$. Nosotros para hacer más estricto el criterio utilizamos $k_B T_e/3 \simeq 0,3E_{mean}$ (véase la Fig. 4.24). Como puede verse en la Fig. 4.11 existe un led que cambia de color verde a rojo cuando este criterio no se cumple.

- Ventana de condiciones experimentales de la descarga y de las sondas (ver Fig. 4.13):** en ella encontramos los parámetros que caracterizan tanto el gas plasmógeno utilizado en la descarga (peso molecular del gas, PM , y su presión, P) como las condiciones de la descarga (I_d y V_d) y los parámetros que caracterizan a la sonda (r_p y L_p). La P es regulada a mano utilizando un regulador de presión MKS que fue descrito en la sección 3.2.6. Mientras los 4 primeros parámetros van variando para las distintas medidas los segundos son fijos, ya que las características físicas de las sondas no varían.

Como parámetros de entrada que podemos regular tenemos I_d , r_p , L_p y PM , que se introducen con el teclado. La I_d se envía a la fuente a través del puerto IEEE488.2 para que se configure como fuente de intensidad con ese valor. P , que llega del Pirani al VI ELE a través de un puerto RS232. Como parámetros de salida tenemos a V_p que le llega al VI ELE de la fuente de alta tensión a través del puerto IEEE488.2.

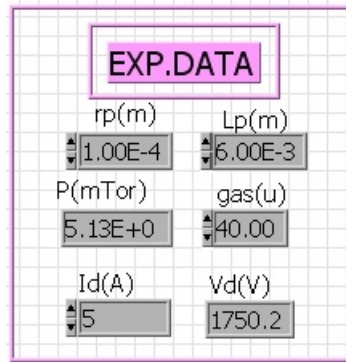


Figura 4.13: Ventana de parámetros que caracterizan la descarga, V , I_d , P y m_{gas} , y las sondas, r_p y L_p , para el VI ELE.

Tras introducir en las ventanas correspondientes los valores de la I_d , suavización, r_p , L_p , velocidad de muestreo, número de datos, suavización, etc, se pulsa el botón de inicio («Begin») que inicia el proceso de medida. A partir de este instante, el VI toma el control de todo el proceso de toma de la curva característica $I - V$ correspondiente, su tratamiento y presentación de los resultados obtenidos. El protocolo que sigue a continuación es común a ambos modos de medida.

En primer lugar, se programa a la fuente de HV para que suministre la intensidad interelectródica deseada. Se programa el generador de funciones para que genere una señal de potencial alto para mantener el proceso de descontaminación de la sonda. Del Pirani se obtiene el valor de la presión del gas plasmógeno en la descarga. Se espera un segundo para que se establezca el potencial de la fuente de alta tensión y la temperatura de la sonda, siendo este un tiempo más que suficiente.

Objeto de adquisición de datos

La línea de ejecución secuencial del VI ELE continúa por el objeto de adquisición de datos. Este objeto tiene dos modos de actuación diferentes. Se encarga de la adquisición de datos cuando el programa ha sido inicializado en modo «Meas» y tratará los datos previamente guardados cuando el VI ELE se inicialice en modo «Oper». En esta sección se explica la función del objeto de adquisición de datos cuando realiza esta función específicamente ya que en el modo «Oper» lo único que hace este objeto es tomar los datos de un archivo previamente guardado.

A continuación, se procede a la adquisición de la característica $I - V$ correspondiente a las condiciones del plasma elegidas. Para ello realiza los siguientes procesos:

- **Polarización de la sonda:** En primer lugar, el VI ELE ordena a la tarjeta de adquisición de datos que active una de sus puertas de salida digital, que depende de la sonda cuya característica $I - V$ se desee medir, para que genere un pulso en niveles TTL y que sirve para sincronizar el proceso de polarización de la sonda con el de adquisición de datos. Esta tarea de sincronización es llevada a cabo por el objeto del VI ELE que se ilustra en la Fig. 4.14 y que muestra en la mitad superior los iconos necesarios para llevar a cabo la generación del pulso TTL.

Así, este pulso TTL activa el generador de funciones y hace que éste genere un pulso en diente de sierra entre los valores de potencial adecuados y con duración suficiente para la medida de la curva característica $I - V$ completa, que veremos posteriormente. Este pulso es amplificado por el amplificador descrito en el capítulo anterior, como puede verse en la Fig. 3.2. La señal resultante es una rampa de potencial que varía linealmente con el tiempo y se conecta al dispositivo de adaptación de señales, descrito anteriormente en la sección 3.3.7, y que sirve para la polarización de las sondas correspondientes (ver Fig. 3.2). Este proceso se sigue de igual manera para todas las sondas.

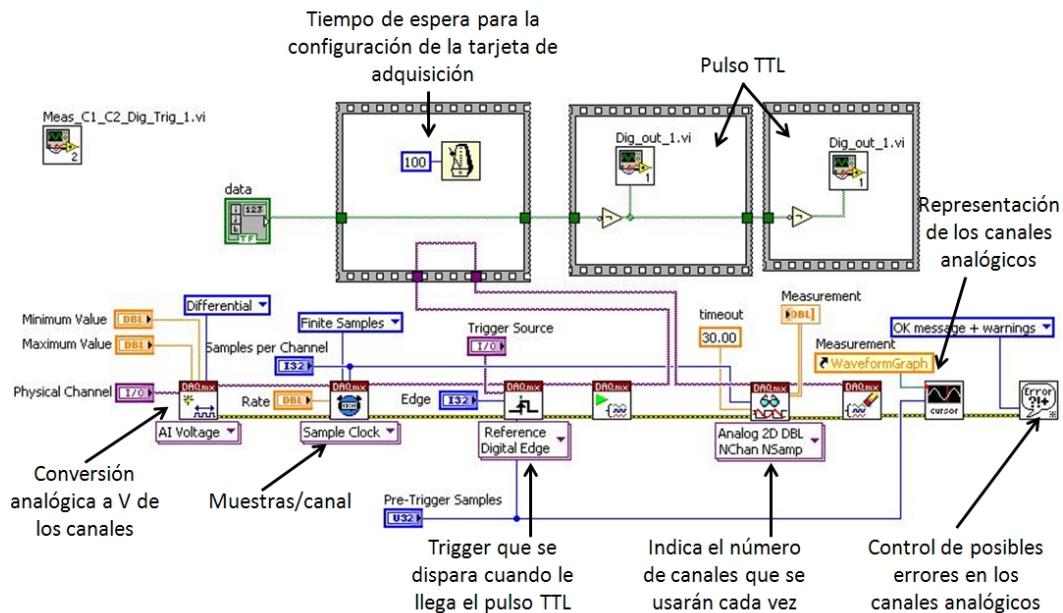


Figura 4.14: Objeto de sincronización y de adquisición de datos de la curva característica $I - V$ de una sonda electrostática mediante la tarjeta de adquisición, PCI 6123.

En este punto, se debe comentar que la elección que se ha hecho de la rampa de potencial con pendiente decreciente (va de altos a bajos potenciales) es consecuente con el ruido que presenta la curva característica $I - V$. Se hicieron numerosas pruebas realizando medidas de curvas características $I - V$ para distintas condiciones del plasma, utilizan-

do rampas de potenciales de polarización de la sonda con pendientes positiva y negativa. Los resultados obtenidos utilizando las rampa con pendiente positiva fueron desechadas por no ser adecuadas, ya que en este caso no se descontaminaba la sonda electrostática. Es por ello, que la sonda se encuentra siempre a un potencial alto y, cuando le llega el trigger al generador de funciones, éste da el pulso lineal decreciente iniciándose la medida con una sonda previamente descontaminada.

- **Adquisición de datos:** Como puede verse en la Fig. 4.14, la parte inferior del objeto está dedicada a la configuración del sistema de adquisición de datos de la tarjeta. Para dicha configuración, en primer lugar, se le programan los dos canales físicos que vamos a usar para la sonda, en este caso serán, CH1 y CH2 (ver Fig. 3.2), que se corresponden con la intensidad, I , y el potencial, V y se indica que el fondo de escala de estos canales es de -10 V a 10 V en nuestro caso. Posteriormente, se programa el número de muestras por canal que se van a tomar. Así la tarjeta queda a la espera del trigger para realizar la adquisición de los datos. Esta adquisición de datos está sincronizada con el pulso de polarización de la sonda, como puede verse en la figura 3.2 del dispositivo de medida. Como se ha comentado, las medidas realizadas por cada uno de esos dos canales son siempre realizadas simultáneamente para aumentar la relación señal/ruido de los datos obtenidos. El número de datos y la velocidad de muestreo de esos canales son programados en la ventana del VI ELE (Fig. 4.11), de modo que para las sondas electrostáticas de Langmuir se miden 2000 pares de datos con velocidades de muestreo máximas, de 500000 medidas/s en cada canal. Ello implica que todos los datos de una característica son medidos en un corto período de tiempo, 4 ms.

Además, este objeto cuenta con una serie de iconos que controlan que el proceso de adquisición ha ido correctamente, en el caso de que haya habido cualquier problema en el disparo del trigger o con los pulsos TTL que inician la medida, los controles de error se accionan indicando al usuario que ha habido un fallo.

Por último, el objeto de la Fig. 4.14, incluye unas gráficas en la cual se representan los datos adquiridos simultáneamente por ambos canales correspondientes al CH1 (V1) y CH2 (V2) respectivamente (ver Fig. 3.2), de manera que el usuario pueda controlar el proceso visualmente

en el caso de que haya algún error. La gráfica correspondiente a $V2$ es la anteriormente representada 4.12; la gráfica $V1$ se presenta a continuación en la Fig. 4.15.

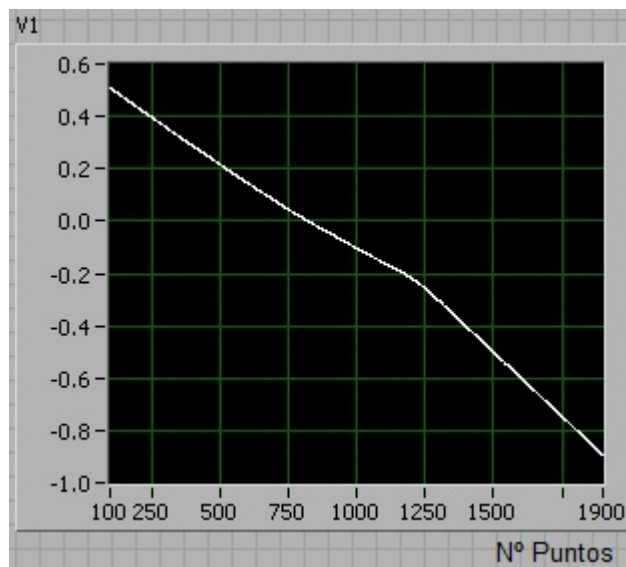


Figura 4.15: Representación de $V1$ frente al número de puntos para una descarga de Ar a $P = 3$ Pa e $I_d = 3$ mA. Se puede observar la pequeña curvatura de $V1$.

Objeto para la suavización de la característica $I - V$

Para comenzar el tratamiento de los datos adquiridos es necesario suavizar dichos datos. Esta suavización es necesaria ya que la adquisición de datos lleva un ruido inherente a todo proceso de medida y que en nuestro caso se debe fundamentalmente a tres causas: a la amplificación de la señal de polarización de la sonda electrostática (diente de sierra), a la conversión analógica-digital y el sistema objeto de estudio, el plasma, que es ruidoso en sí mismo (a pesar de que la fuente de alta tensión que genera el plasma es muy estable). Además, posteriormente, se debe calcular la derivada segunda de la curva característica $I - V$ obtenida a partir de esos datos medidos y su cálculo sería inviable sin dicha suavización. Dado que este proceso de derivación multiplique el ruido que tiene la curva característica $I - V$ experimental.

Así el cálculo de las derivadas primera y segunda de la característica $I - V$, el V_p , la EEDF y todos los resultados que se calculan a partir de la EEDF,

T_e y n_e , se realiza a partir de la función suavizada.

■ **Suavización:**

Primero se suaviza el CH2. Como ya se ha comentado, dado que esa señal sigue un comportamiento lineal, la suavización se realiza ajustando una recta a los puntos experimentales por el método de los mínimos cuadrados. La calidad de la suavización se controla con el coeficiente de correlación, r , del ajuste. Si $r < 0,99999$ se desecha la medida porque implica una mala calidad de la señal de polarización de la sonda y se comunica al usuario mediante un indicador luminoso (véase Fig. 4.11). En este caso de error, el programa no continúa el proceso, ni muestra la opción de guardar datos.

La suavización de los datos adquiridos por el canal 1, CH1, o tomados de un fichero donde fueron previamente guardados, se realiza mediante la convolución iterada con una función de instrumento gaussiana que en su momento se vió que era adecuada para este propósito. La desviación estándar y el número de iteraciones son los parámetros que controlan dicha suavización en el VI ELE y que modifican dicha función de instrumento. Así, dependiendo del valor que tomen dichos parámetros se suavizará con una función de instrumento diferente.

La expresión para la función de instrumento es [Fernández Palop J. I. et al., 1995, Ballesteros J. et al., 2004 y Díaz Cabrera J. M. et al., 2012]:

$$g_n(x) = \sum_{k=1}^n \binom{n}{k} (-1)^{k+1} \frac{\alpha}{\sqrt{\pi k}} e^{\alpha^2 x^2 / k} \quad (4.1)$$

siendo $\sigma = 1/\alpha\sqrt{2}$ la desviación estándar de la función de distribución Gaussiana y n el número de iteraciones. Este método de suavización fue desarrollado inicialmente por Hayden para la suavización de datos espectrales [Hayden C., 1987 y Jacobson L. A., 1990].

Para asegurar que el proceso de suavización se ha realizado correctamente, se incluyen en la ventana de suavización además de los de los parámetros que tienen que ver con la suavización de la curva característica $I - V$ [Fernández Palop J. I., 1995], dos criterios de control de la suavización: el coeficiente de correlación circular y el criterio de Kortshagen [Kortshagen U. et al., 1994, Maresca A. et al., 2002 y Ballesteros J. et al., 2004]. Véase la Fig. 4.16.

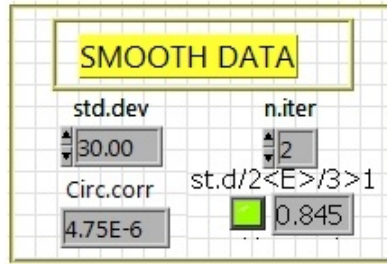


Figura 4.16: Ventana de suavización de los datos medidos. Coeficiente de correlación circular y criterio de Kortshagen.

- **Coeficiente de correlación circular**

El coeficiente de correlación circular controla la distorsión introducida por la suavización del canal 1, CH1 [Fernández Palop J. I. et al., 1995 y Ballesteros J. et al., 2004]. Este parámetro estadístico se define como:

$$R = \left| \sum_{i=1}^{i=N} n(x_i)n(x_{i+1}) \right| \quad (4.2)$$

donde $n(x_i)$ es el ruido evaluado como la diferencia entre el dato «i» medido y su correspondiente dato suavizado, N es el número de datos y $n(x_{N+1}) = n(x_1)$. El valor óptimo de desviación estándar para suavizar y obtener la derivada segunda de los datos experimentales es el que da el valor de $|R|$ mínimo, y por tanto, este valor es el límite más bajo que se debe usar para la desviación estándar para suavizar los datos experimentales. Por otro lado, el límite más alto se estima a partir de la comparación de la característica $I - V$ suavizada con la experimental.

- **Criterio de Kortshagen**

El criterio de Kortshagen controla la adecuación de los parámetros de suavización con la condición que relaciona la desviación estándar con la energía media. Establece que para que una suavización sea correcta debe cumplirse, $\sigma < 2E_{mean}/3$, donde σ es la desviación estándar de la función de distribución (Gaussiana) usada en el método de suavización por convolución iterativa. De ese modo se asegura que la suavización no altera la curvatura de la característica $I-V$ hasta un valor comparable con la energía media de los

electrones que se pretende medir. Si no se cumple el criterio el programa lo indica en la ventana de suavización.

Este parámetro de control muestra en el panel frontal del VI ELE un led verde en el caso de que haya ido bien y uno rojo cuando la suavización no sea correcta.

En la Fig. 4.17 podemos ver los objetos que se encargan de la suavización, a), y del cálculo de la función de instrumento, b):

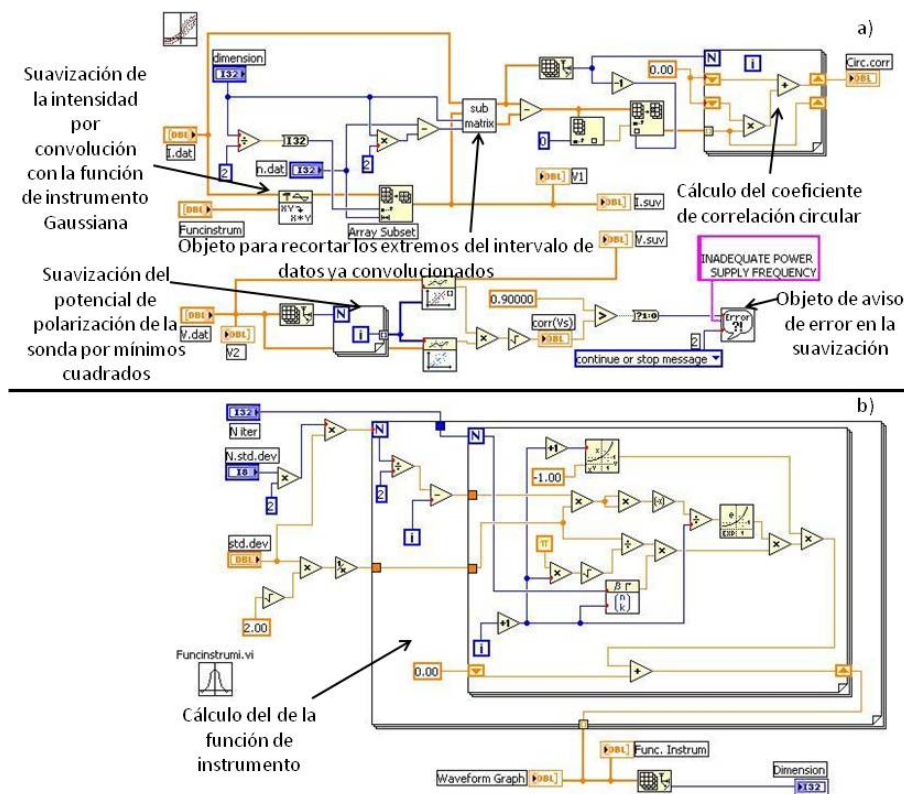


Figura 4.17: Objetos para suavización de los datos, a), y cálculo de la función de instrumento Gaussiana, b).

Objeto para la recomposición de la curva característica $I - V$

- **Recomposición de la característica:** A partir del circuito de la Fig. 4.18 es sencillo encontrar la relación entre las medidas de los dos canales

de la tarjeta de adquisición de datos correspondientes a cada sonda y los valores de $I - V$ de la característica de dicha sonda.

En primer lugar debe tomarse en cuenta que para la medida con las sondas electrostáticas de Langmuir, se deben adaptar los potenciales medidos a los máximos que tolera la tarjeta de adquisición de datos. Esto se hace mediante circuitos pasivos con sistemas divisores de tensión. El circuito es el que se muestra en la Fig. 3.2. Veámoslo en la Fig. 4.18 más claro:

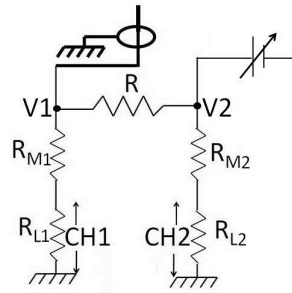


Figura 4.18: Divisores de tensión.

Se puede comprobar que la relación entre los canales CH1 y CH2 y los correspondientes valores de $I - V$ de la curva característica son:

$$I = \frac{CH1gan1 - CH2gan2}{R} + \frac{CH1}{R_{L1}} \quad (4.3)$$

$$V1 = CH1gan1 \quad y \quad V2 = CH2gan2 \quad (4.4)$$

$$ganX = 1 + \frac{R_{MX}}{R_{LX}} \quad (4.5)$$

Como puede verse en dichas expresiones, los valores de la intensidad y de la diferencia de potencial de la característica dependen de los datos adquiridos por los dos canales. Debido a eso es muy importante que ambos valores sean adquiridos simultáneamente. De no hacerse así y, debido a que el ruido es aleatorio, se disminuiría la relación señal/ruido de las características obtenidas.

Para este trabajo los valores calibrados para las ganancias de los divisores de tensión que se tienen son: $gan1 = 11,295627$, $gan2 = 11,339921$ y $R = 9926 \Omega$. Estos datos fueron medidos con precisión y sensibilidad suficientes y, así, aumentar la relación señal/ruido.

Cabe comentar aquí que el proceso de suavización podría haberse hecho al revés, es decir, primero recomponer los datos y luego suavizarlos, pero hemos constatado que los resultados obtenidos de esa forma son peores que los obtenidos siguiendo el proceso descrito.

En la Fig. 4.19 se puede ver el objeto del IV ELE que realiza el proceso de recomposición.

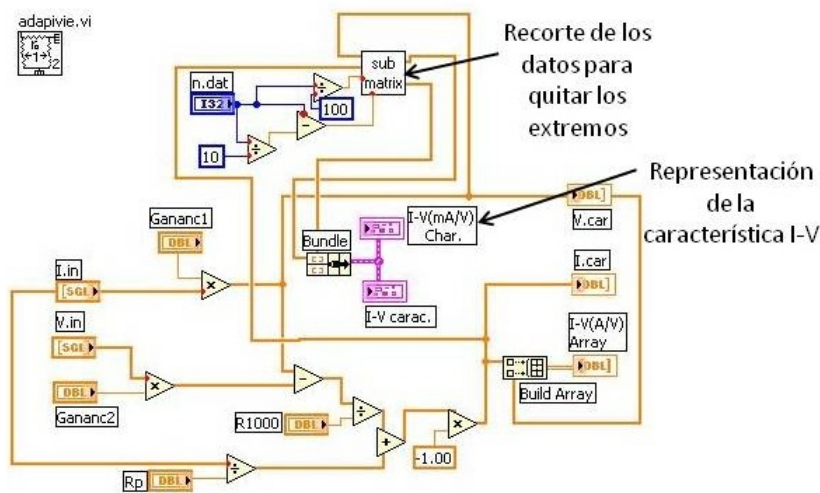


Figura 4.19: Objeto para la recomposición de la curva característica $I - V$ de una sonda electrostática cilíndrica.

Una vez que se ha recompuesto la curva característica $I - V$ suavizada, el VI ELE la representa junto a la experimental (ver Fig. 4.17). Los resultados obtenidos para todas las medidas realizadas cumplen con todos los requisitos impuestos a través del programa desarrollado (VI ELE) y las curvas suavizadas se ajustan a los datos experimentales.

La Fig. 4.20 ilustra una curva característica $I - V$ experimental y suavizada. Como puede verse, el acuerdo entre ambas es excelente.

Cabe comentar que como la convolución de la función de instrumento con los datos de intensidad puede dar lugar a problemas en los extremos

del vector de intensidades, este vector se recorta por los extremos. Es por este motivo, que la curva característica $I - V$ experimental cuenta con un número mayor de puntos que la suavizada (ver Fig. 4.20).

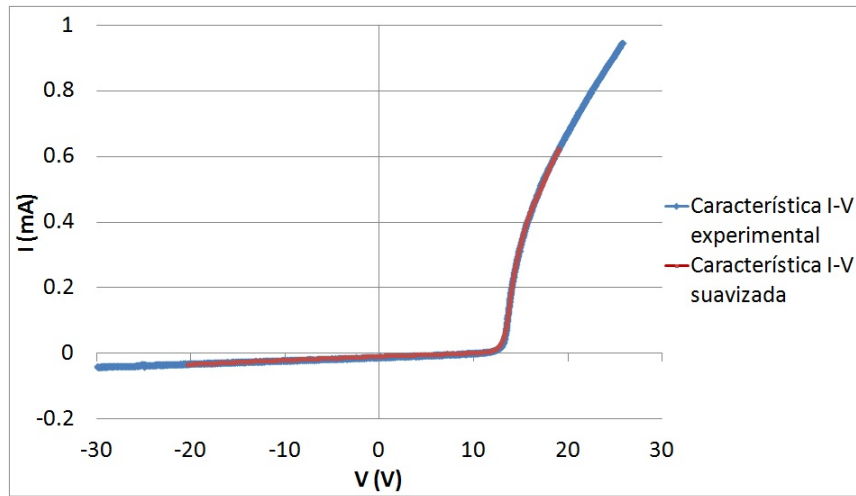


Figura 4.20: Curva característica $I - V$ de una sonda electrostática de geometría cilíndrica experimental (azul) y suavizada (rojo) para un plasma de Argon a $P = 4$ Pa e $I_d = 3$ mA.

Objeto para el cálculo de las derivadas primera y segunda

Una vez que se tiene la curva característica $I - V$ ya suavizada y recompuesta el VI ELE continúa con el cálculo de las derivadas primera y segunda de dicha característica

- Derivación de la característica:** Como ya se ha explicado antes, para la obtención de la EEDF es necesario obtener las derivadas primera y segunda de la característica $I - V$ (Fig. 4.21). Este cálculo es de suma importancia ya que de él se obtienen numerosos resultados de interés para este trabajo, tales como, la el potencial del plasma para $d^2I/dV^2 = 0$ y la EEDF.

La Fig. 4.21 muestra las derivadas primera y segunda de la curva característica $I - V$ que se obtienen para el caso objeto de estudio. A partir de ellas podemos calcular gráficamente el «thumb rule», $V_{m-p} \leq V_m - V_p < 0,3E_{mean}$, como hemos visto anteriormente.

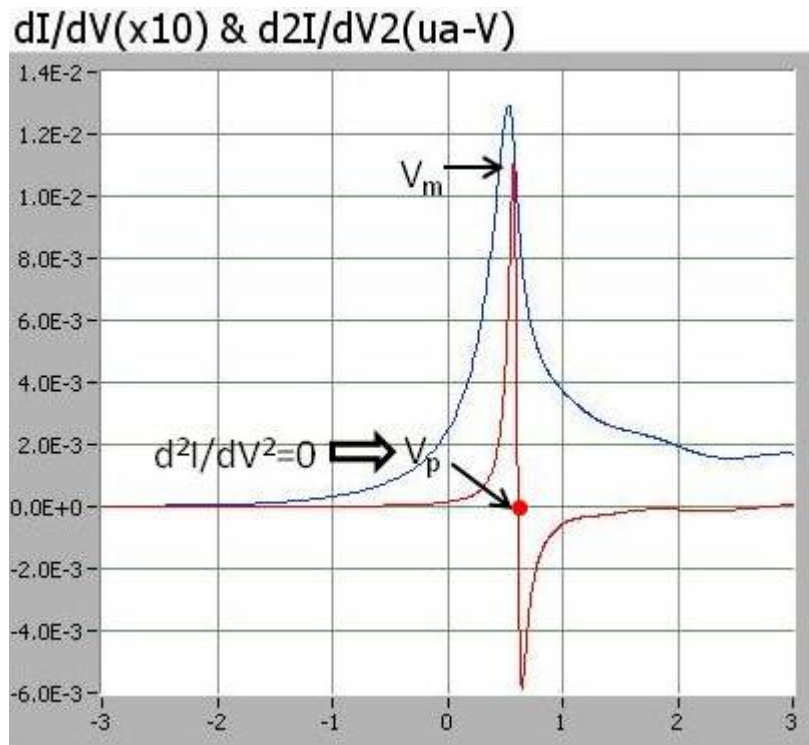


Figura 4.21: Derivadas primera (azul) y segunda (roja) de la característica $I - V$ de una sonda electrostática de Langmuir de geometría cilíndrica para un plasma de Argón. Potencial del plasma, V_p y potencial máximo de la derivada segunda, V_m . $P = 4 \text{ Pa}$ e $I_d = 3 \text{ mA}$

La Fig. 4.22 ilustra el objeto que calcula las derivadas primera y segunda.

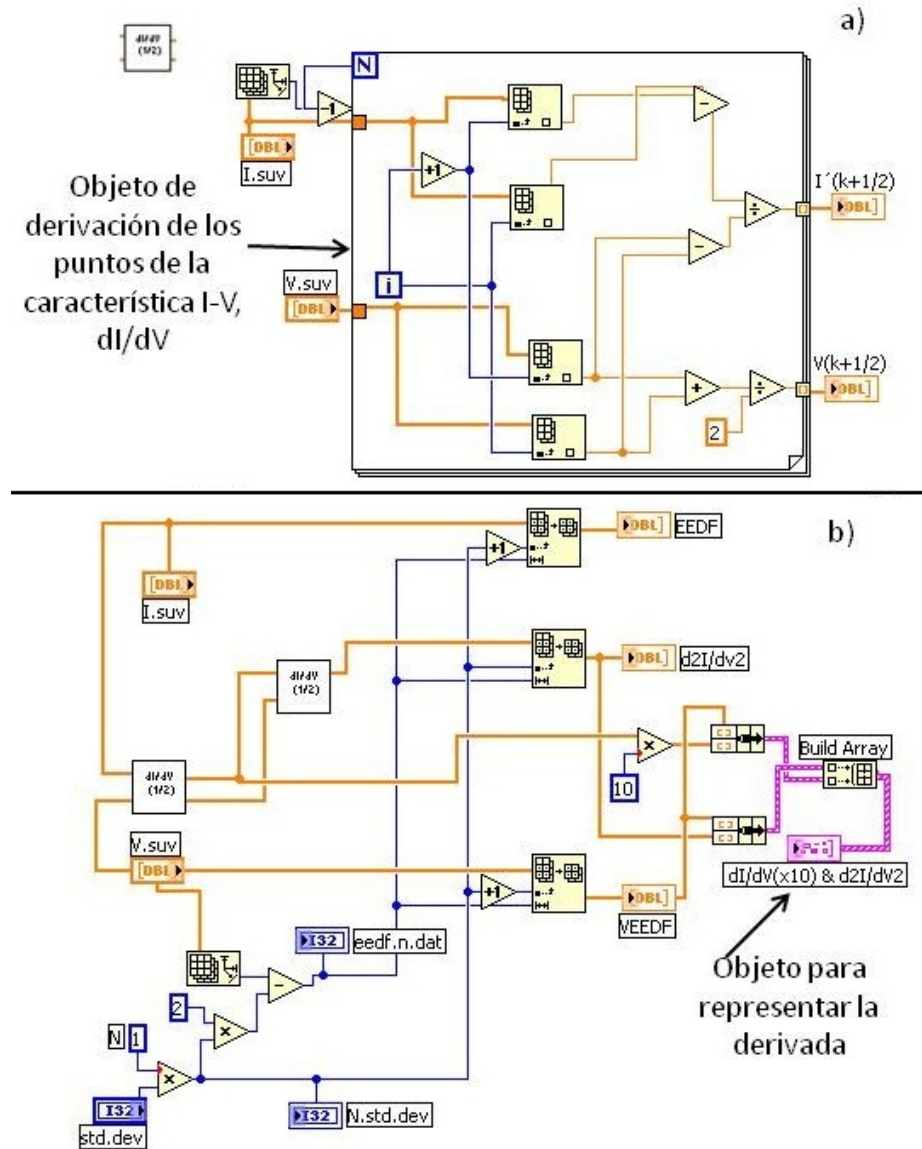


Figura 4.22: a) Objeto para derivar los puntos de la curva característica $I - V$. b) Objeto para el cálculo de la primera y segunda derivada y para la representación de dichas derivadas.

Objeto para el cálculo de la EEDF, V_p , T_e , n_e y E_{mean}

La línea secuencial del VI ELE continua por dos objetos encargados de calcular resultados. Así, en primer lugar se calcula la EEDF y posteriormente, en el siguiente objeto, se obtienen los distintos parámetros característicos de un plasma.

Como dijimos anteriormente la EEDF se obtiene de la fórmula de Druyvesteyn.

$$[f_E(E)]_E = -eV_p = -\frac{4}{A_p e^2} \sqrt{\frac{-m_e V_p}{2e}} \frac{d^2 I}{dV^2}, \quad V_p \leq 0 \quad (4.6)$$

donde $f_E(E)$ es la EEDF, V_p es el potencial de la sonda referido al potencial del plasma, A_p es el área de la sonda, I es la corriente recogida por la sonda y e y m_e son la carga y la masa del electrón respectivamente.

En la Fig. 4.23 se muestra el objeto del programa que realizan el cálculo de la EEDF.

En la parte inferior del objeto de la Fig. 4.23, se calcula el $\ln(d^2 I/dV^2)$ y se representa frente a V para comprobar mediante una regresión su comportamiento lineal correspondiente a una EEDF Maxwelliana. También se obtiene la temperatura a partir de la EEDF, resultado que se tomará como referencia.

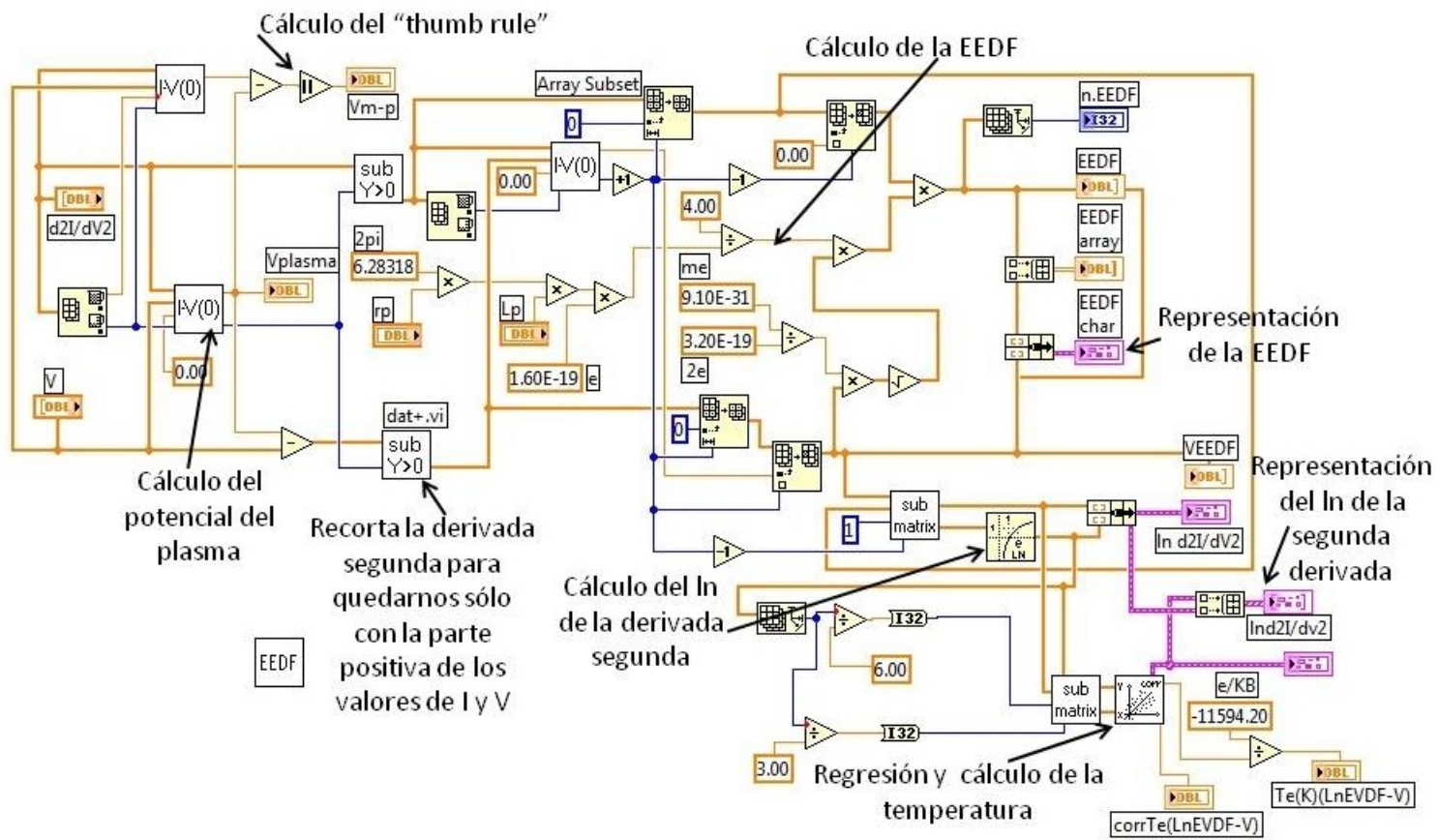


Figura 4.23: Objeto para el cálculo del V_p , de la EEDF a partir de la fórmula de Druyvenstein, del $\ln(d^2I/dV^2)$ y del «thumb rule».

La Fig. 4.24 muestra la EEDF para un plasma de Argon a 4 Pa de presión y 3 mA de intensidad interelectródica. Se presentan un total de 199 puntos en 2,4 V, es decir, unos 60 puntos por V (unos 16,7 mV). Este valor está relacionado con la resolución en energías del método propuesto para la obtención de la EEDF.

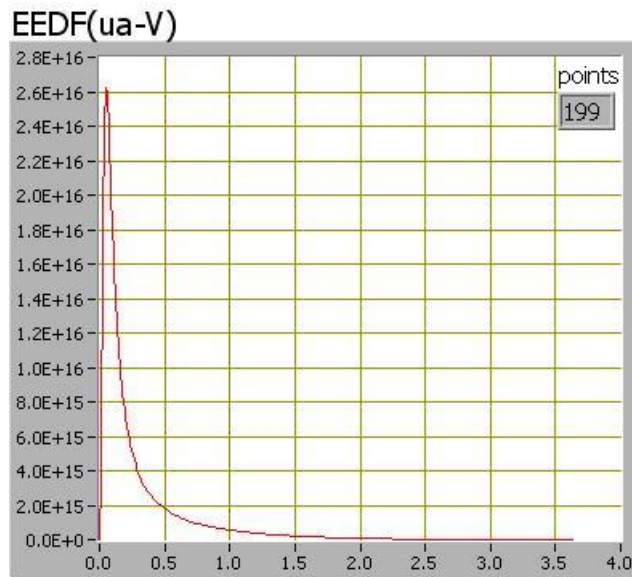


Figura 4.24: EEDF para un plasma de Argon. $P = 4$ Pa e $I_d = 3$ mA.



Figura 4.25: $\ln(d^2I/dV^2)$ para un plasma de Argón. $P = 4$ Pa e $I_d = 3$ mA.

Ventana de resultados: en ella veremos todos los resultados numéricos obtenidos a partir de este proceso de medida. En la Fig. 4.26 podemos ver la ventana de resultados numéricos para el VI ELE.

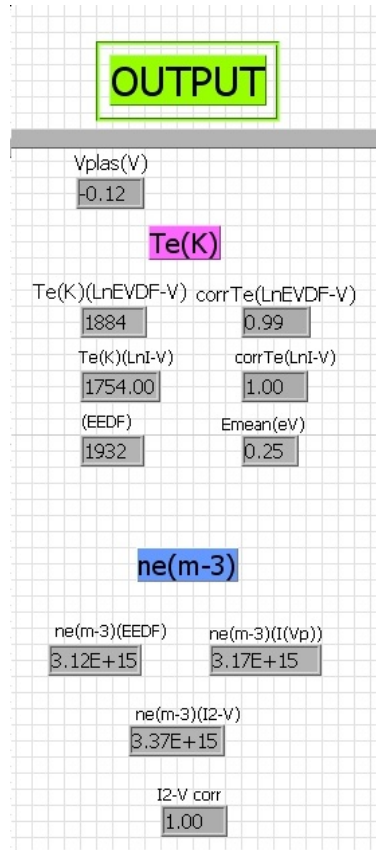


Figura 4.26: Ventana de resultados numéricos para el VI ELE: V_p , T_e , n_e y E_{mean} .

Una vez conocida la EEDF se pueden obtener dos parámetros que caracterizan el plasma y que son la densidad y la temperatura electrónicas, n_e y T_e , respectivamente.

La temperatura se obtiene tres modos diferentes:

- La energía media de los electrones, E_{mean} , se calcula por integración directa de la EEDF.

$$E_{mean} = \int_0^{\infty} E f_E(E) dE, \quad (4.7)$$

La temperatura se obtiene a partir de esta energía media de los electrones obtenida por integración de la EEDF. Esta energía media está

relacionada con la temperatura cuando la EEDF es Maxwelliana.

$$T_e = \frac{2}{3} \frac{E_{mean}}{k_B}, \quad (4.8)$$

En el caso de que la EEDF no sea estrictamente Maxwelliana se habla de la temperatura efectiva, $T_{ef} = (2/3)(E_{mean}/k_B)$. Como vamos a discutir, en nuestra descarga, las EEDF siguen un comportamiento muy próximo al Maxwelliano y, por lo tanto, $T_e \simeq T_{ef}$, valor que se toma como referencia en este trabajo.

Como se acaba de comentar, en algunos casos nuestra EEDF es bi-Maxwelliana, es decir, es la superposición de dos EEDF Maxwellianas (ver Fig. 4.25) correspondientes a dos poblaciones de electrones, una a menor temperatura que la otra, presentando dos comportamientos lineales con dos pendientes diferentes. De 0 a 0,4 V existe una población de electrones, del 85 % aproximadamente, a baja temperatura y, por tanto, baja energía. De las Fig. 4.24 y 4.25 se observa que de 0,4 a 2,4 V existe otra población de electrones, del 15 % aproximadamente, a más temperatura y, por tanto, con una mayor energía. Es por este motivo, que algunas de las EEDFs que se miden presentan este comportamiento biMaxwelliano, la temperatura de los electrones que se mide es una media ponderada de la temperatura de ambas poblaciones. Como se tiene una población de electrones a baja energía muy grande, ésta prevalece sobre la de alta energía, obteniéndose valores de temperatura electrónica de entre los 1500 a los 10000 K, temperaturas electrónicas típicas de las descargas de este tipo.

Por todo ello, suponemos que $T_e \simeq T_{ef}$, como ya se ha comentado. Este comportamiento y la aproximación están recogidos en la bibliografía y se puede justificar basándose en varios procesos, como los procesos de emisión de electrones por la sonda durante el proceso de medida. [Ershov A. P. et al., 1981, Sudit I. D. et al., 1993 y Godyak V. A. et al., 1993]

Por otra parte, es bastante habitual obtener EEDF Maxwellianas en un amplio rango de condiciones de la descarga. Este es el caso que se presenta en la Fig. 4.27 donde tenemos una representación del $\ln d^2 I / dV^2$ frente a V correspondiente a una EEDF para un plasma de $P = 3,5$ Pa e $I_d = 4$ mA. Puede verse que en este caso existe una única pendiente

y por tanto sólo hay una población de electrones con una temperatura única.

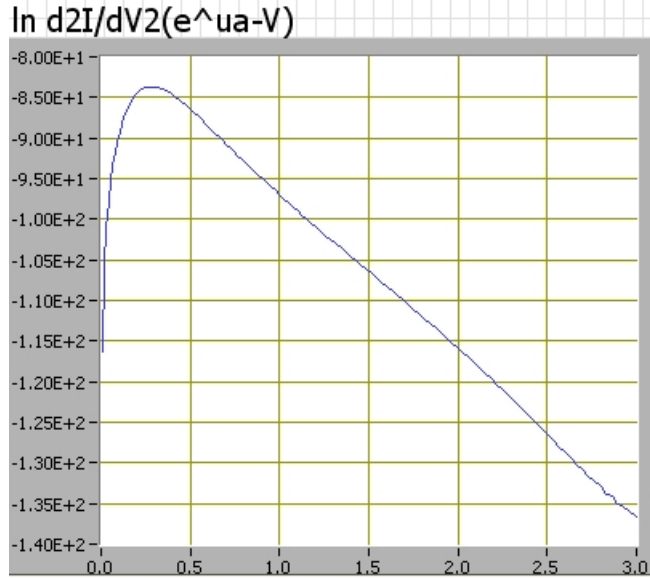


Figura 4.27: Representación de $\ln d^2I/dV^2$ frente a V para un plasma de Argón, $P = 3,5$ Pa e $I_d = 4$ mA.

- La temperatura también se obtiene de la pendiente, m , de la curva $\ln I - V$ en la zona de retardo electrónico ($V < V_p$) y asumiendo que la EEDF es Maxwelliana, $T_e = e/mk_B$. En estas circunstancias, esta temperatura debe ser muy similar a la T_{ef} . Si se observa la Fig. 4.26 se puede ver que el coeficiente de correlación de esta función, $corrTe(\ln I - V)$, es próximo a 1, en este caso particular vale 1, luego la consideración indicada en el punto anterior de que la EEDF se aproxima a una Maxwelliana queda corroborada.

Si se considera que la población de electrones se rige por una EEDF Maxwelliana, la corriente recogida por la sonda tendrá la expresión que se presentó en la introducción:

$$I = I_0 e^{\frac{-eV}{k_B T_e}} \quad (4.9)$$

Por tanto su pendiente está relacionada con la temperatura. Como puede verse en la Fig. 4.29, el objeto del VI ELE controla la bondad del

dato obtenido con este método, presentando el coeficiente de correlación del ajuste por mínimos cuadrados que se ha realizado para calcular la pendiente, dando siempre un valor muy adecuado, próximo a la unidad. El número de «nueves» mínimo requerido para que sea aceptada la función se establece en el VI ELE, en concreto, se ha fijado a 0,99.

Como se ve en la ventana de resultados, Fig. 4.26, el valor obtenido es similar al que proviene de la EEDF, tomado como referencia. Las pequeñas diferencias que se observan se justifican al considerar que la EEDF experimental puede presentar un comportamiento biMaxwelliano, como se ha comentado anteriormente.

- La temperatura también es obtenida a partir del $\ln(EVDF)$, siendo la EVDF la Función de Distribución de Velocidades Electrónicas, función que es una recta cuando la EEDF es Maxwelliana. En nuestro caso, se pudo comprobar que efectivamente tiene un comportamiento lineal avalado por el coeficiente de correlación $corrTe(Ln(EVDF) - V$ que tiene como valor 0,99.

La densidad electrónica se calcula de varias formas diferentes [Fernández Palop J. I. et al., 1996, Morales Crespo R. et al., 2003, Ballesteros J. et al., 2004 y Díaz-Cabrera J. M. et al., 2012].

- La densidad se determina a partir de la integración directa de la función de distribución que acabamos de obtener. El valor de n_e así obtenido no depende de la forma de la EEDF, es decir, no necesariamente debe ser Maxwelliana, por lo tanto, este será nuestro valor de referencia para n_e en todos los cálculos que se realicen a partir de ahora.

$$n_e = \int_0^{+\infty} f_E(E)dE, \quad (4.10)$$

- De la intensidad recogida por la sonda en el potencial del plasma que, como se vió en el capítulo de introducción, si la EEDF es Maxwelliana se rige por la siguiente expresión.

$$I_0 = -eA_p n_0 \sqrt{\frac{kT_e}{2\pi m_e}} \quad (4.11)$$

Como puede verse en la ventana de resultados (Fig. 4.26) existe buen acuerdo entre los valores obtenidos utilizando este método y el valor de referencia obtenido a partir de la EEDF.

- De la pendiente de la curva $I^2 - V$ en la zona de saturación electrónica. ($V > V_p + 2K_B T_e/e$). El coeficiente de correlación de esta función, $I^2 - V_{corr}$ también es calculado y de nuevo debe ser próximo a 1, en este caso particular vale 1, siendo 125 el número de puntos considerados.

En la Fig. 4.28 se puede ver la representación de la función $I^2 - V$, en la cual se puede observar el comportamiento lineal que presenta la misma. Vemos que el ajuste es bueno, presentando un coeficiente de correlación lineal muy adecuado.

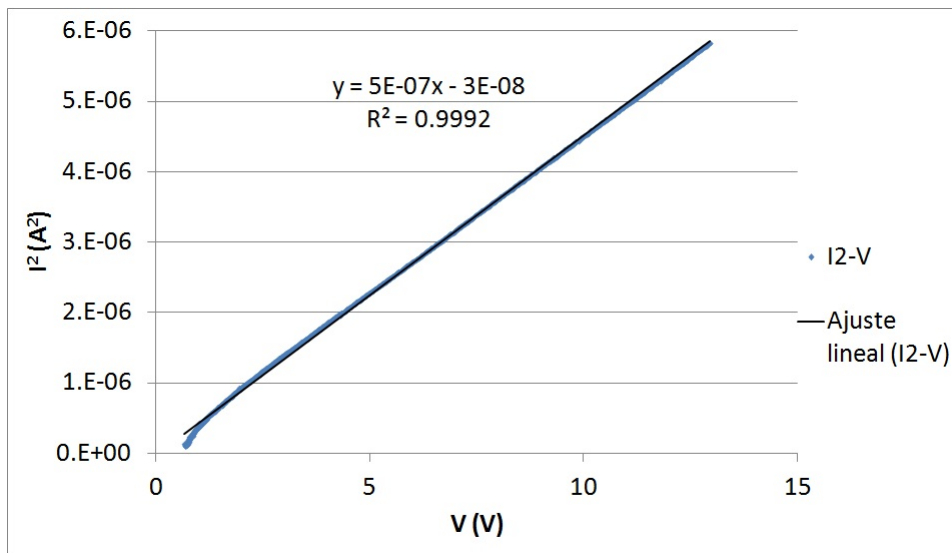


Figura 4.28: Representación de I^2 frente a V para un plasma de Argón. $P = 4$ Pa e $I_d = 8$ mA

El buen resultado obtenido se debe a que, como se vió en el capítulo de introducción, si la EEDF es Maxwelliana, la corriente recogida por una sonda cilíndrica en la zona de aceleración electrónica ($V > V_p$) se ajusta bastante bien a la expresión que se obtiene de aplicar la teoría OML a los electrones recogidos por la sonda electrostática de geometría cilíndrica en esta zona de la característica, ya comentado en la introducción. Para una sonda electrostática de geometría cilíndrica esta intensidad se vió que era:

$$I_e = -e2\pi r_p L n_e \sqrt{\frac{kT_e}{2\pi m_e}} \frac{2}{\sqrt{\pi}} \sqrt{1 + \frac{e\phi_p}{kT_e}} \quad (4.12)$$

Este método sólo es aplicable cuando se tratan plasmas a baja presión y baja densidad, ya que la corriente drenada desde el plasma por la sonda en esta zona es elevada y puede perturbar dicho plasma [Chen F. F., 2003]. De nuevo, las pequeñas diferencias son debidas al comportamiento biMaxwelliano.

Como ya se ha dicho, los dos últimos métodos requieren una condición necesaria: que la función de distribución sea de tipo Maxwelliana. En este caso, se verifica la aproximación llevada a cabo respecto del comportamiento Maxwelliano de las EEDF medidas, dado que hay buen acuerdo entre los resultados obtenidos a partir de todos los métodos. Asimismo, Se debe remarcar que cada uno de los métodos usa una zona de la característica $I - V$ distinta y, como puede verse en la Fig. 4.26, existe buen acuerdo entre los resultados obtenidos por cada uno de los tres métodos presentados, lo que avala la bondad del método.

El objeto del VI ELE que se encarga de realizar todos estos cálculos se llama RESULT y se puede ver en la Fig. 4.29.

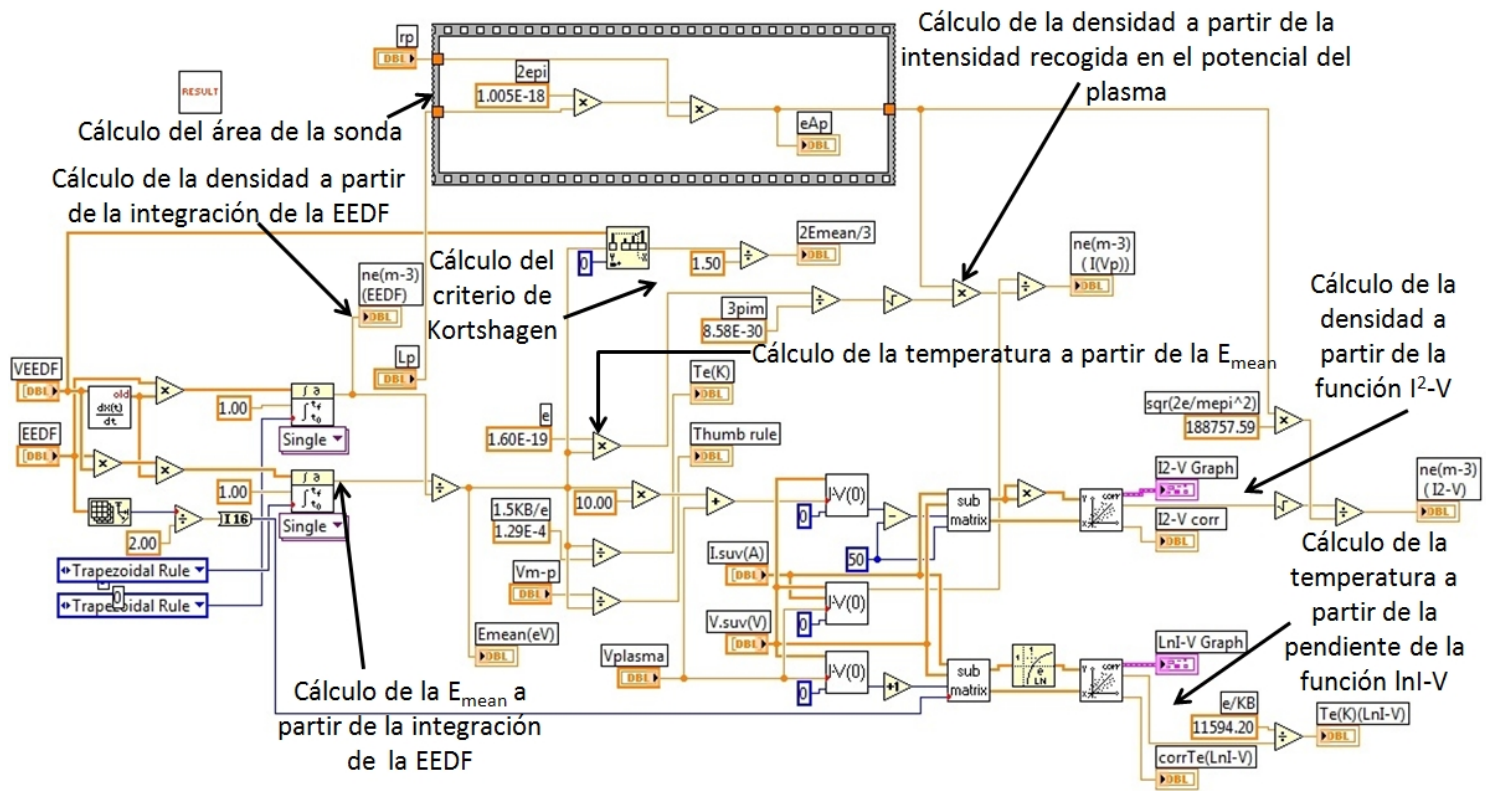


Figura 4.29: Objeto para el cálculo de resultados, n_e y T_e por varios métodos y E_{mean} a partir de la EEDF. Cálculo del criterio de Kortshagen.

Objeto para la representación de la curva característica $I - V$

La línea secuencial del VI ELE sigue hacia el objeto que se encarga de representar la curva característica $V - V$. La Fig. 4.30 muestra el objeto encargado de realizar esto:

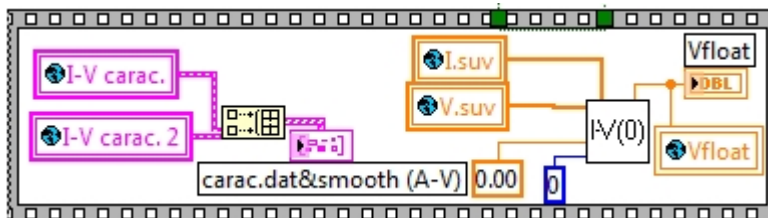


Figura 4.30: Objeto para la representación de la curva característica $I - V$

Objeto para guardar los datos experimentales

Finalmente, el VI ELE guarda los datos tomados experimentalmente en un fichero para tener la posibilidad de recuperarlos para un tratamiento posterior (ver Fig. 4.31). Para ello, una vez el VI ELE termina de tomar los datos experimentales, pregunta al usuario dónde se desea guardar el archivo de datos y con qué nombre. Ésto permite al usuario realizar una batería de medidas para su posterior tratamiento.

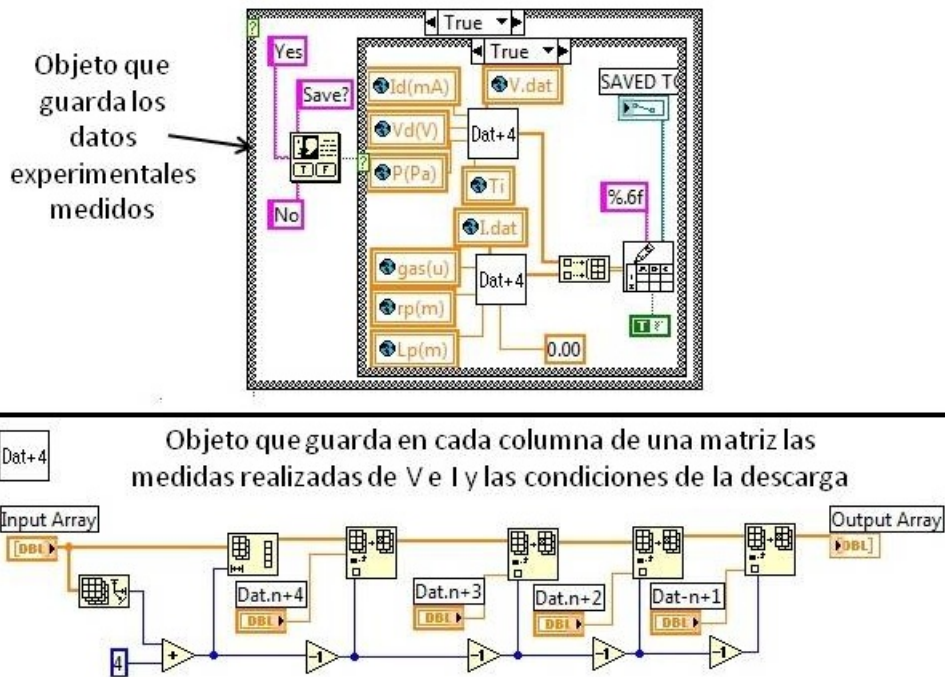


Figura 4.31: Objeto para guardar los datos medidos experimentalmente y las condiciones de la descarga.

4.8. Medida de la curva característica $I_i - V$ por especies iónicas

Como se comentó anteriormente, el problema de las sondas de Langmuir es que no son capaces de discriminar las corrientes de cada especie iónica, por ello surge la necesidad de buscar otros métodos que nos permitan diagnosticar las distintas especies iónicas que se tienen en el plasma. El método que se presenta a continuación es capaz de hacer esta discriminación y es la novedad que se presenta en este trabajo y objetivo principal del mismo. En este trabajo, se van a medir curvas características $I_i - V$ de una sonda plana por especies iónicas utilizando el dispositivo experimental descrito en

el capítulo 3. Este estudio nos va a permitir obtener información local acerca de los parámetros del plasma, V_p , T_i y A . Vamos a describir como se realiza este proceso de medida.

Conviene recordar, que la sonda es el orificio de entrada del DEPA, ya que, desde el punto de vista del plasma, las perturbaciones en el campo eléctrico debido a la polarización del DEPA son despreciables por la relación del orificio-espesor de la vaina, por lo que el orificio se comporta como una sonda plana ideal (no hay ionización secundaria, ni reflexiones de iones al incidir sobre ella, los iones son absorbidos hacia el espectrómetro de masas pasando a través del orificio de entrada del DEPA sin dificultad). El PSM, con la calibración previa que se le debe hacer para el ion seleccionado, lo que hace es contar el número de iones seleccionados que llegan al detector por segundo, es decir, da cuenta del flujo de iones seleccionados que entran por el orificio del DEPA y que llegan al detector del PSM. Luego, lo que se mide es proporcional a la intensidad de corriente debida a esa especie en particular de ion en función de la polarización del DEPA, con lo que se está midiendo la característica $I_i - V$ de una sonda plana para una especie iónica seleccionada.

En primer lugar se debe hacer una calibración del PSM para la especie iónica seleccionada, como ya fue comentado anteriormente, a fin de conseguir el máximo número de cuentas y aumentar así la relación señal/ruido. Por tanto, el sistema fue recalibrado para los iones Ar^+ , He^+ y NO_2^- . Sin embargo, debemos recordar que no se ha obtenido valores absolutos de la intensidad de iones de la especie seleccionada y, por lo tanto, todos los resultados que dependan del valor absoluto de la intensidad iónica no pueden ser obtenidos, así, normalizando, lo que se obtiene es la IEPDF.

Para llevar a cabo estas medidas, se ha desarrollado un programa que realiza el proceso de manera automática, el VI ESE. Éste VI es esencialmente similar al VI ELE, aunque presenta algunas diferencias que serán las que comentemos en esta sección. Las Fig. 4.2 y 4.3 muestran el diagrama de bloques y el panel frontal correspondiente al programa desarrollado para la medida de las curvas características $I_i - V$ de sonda plana por especie iónica seleccionada, VI ESE. Para facilitar la lectura, las Fig. 4.2 y 4.3 se vuelve a incluir a continuación:

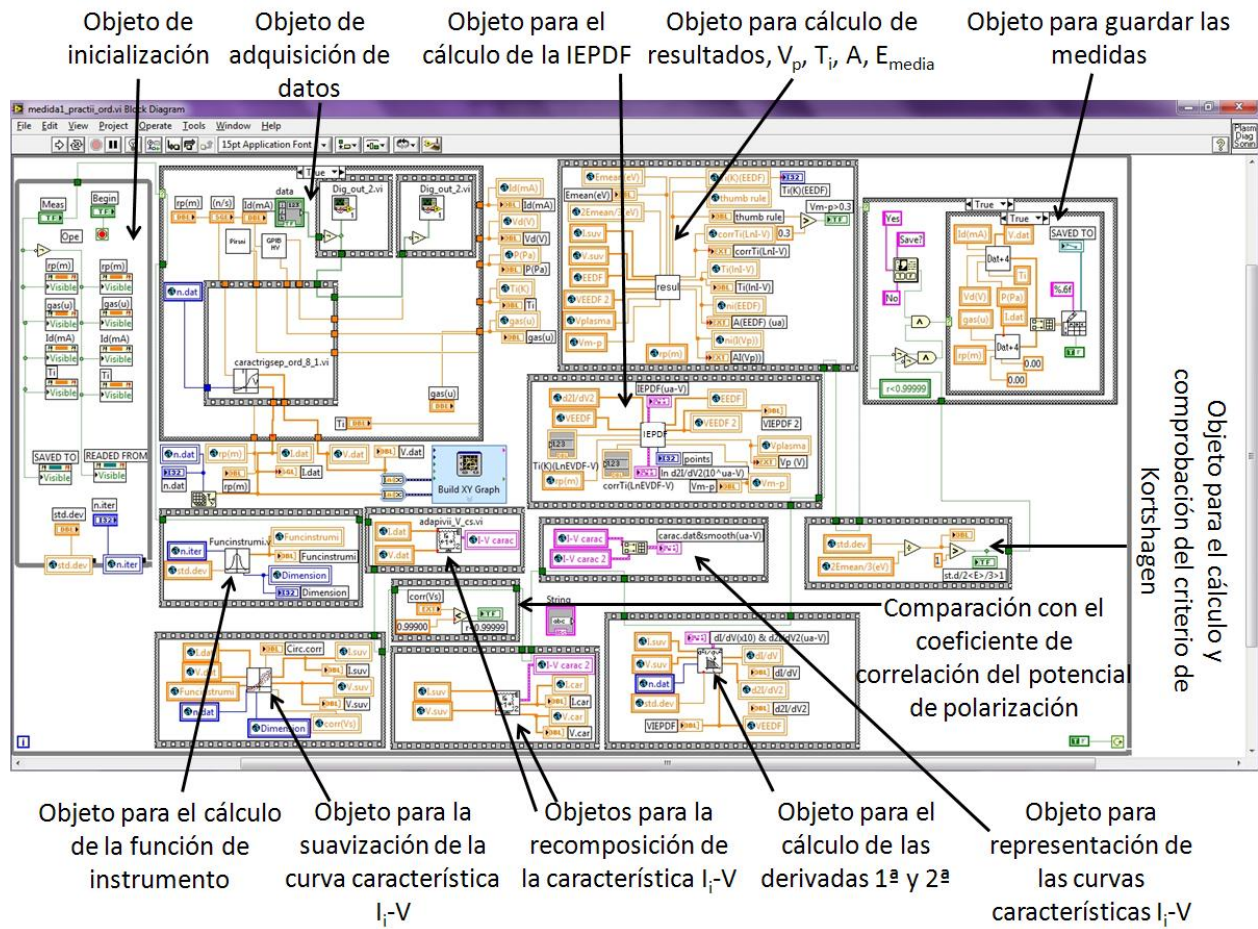


Figura 4.2: Diagrama de bloques del Instrumento Virtual ESE, para medida de características $I_i - V$ de una sonda plana por especies iónicas, en *LabVIEW*®.

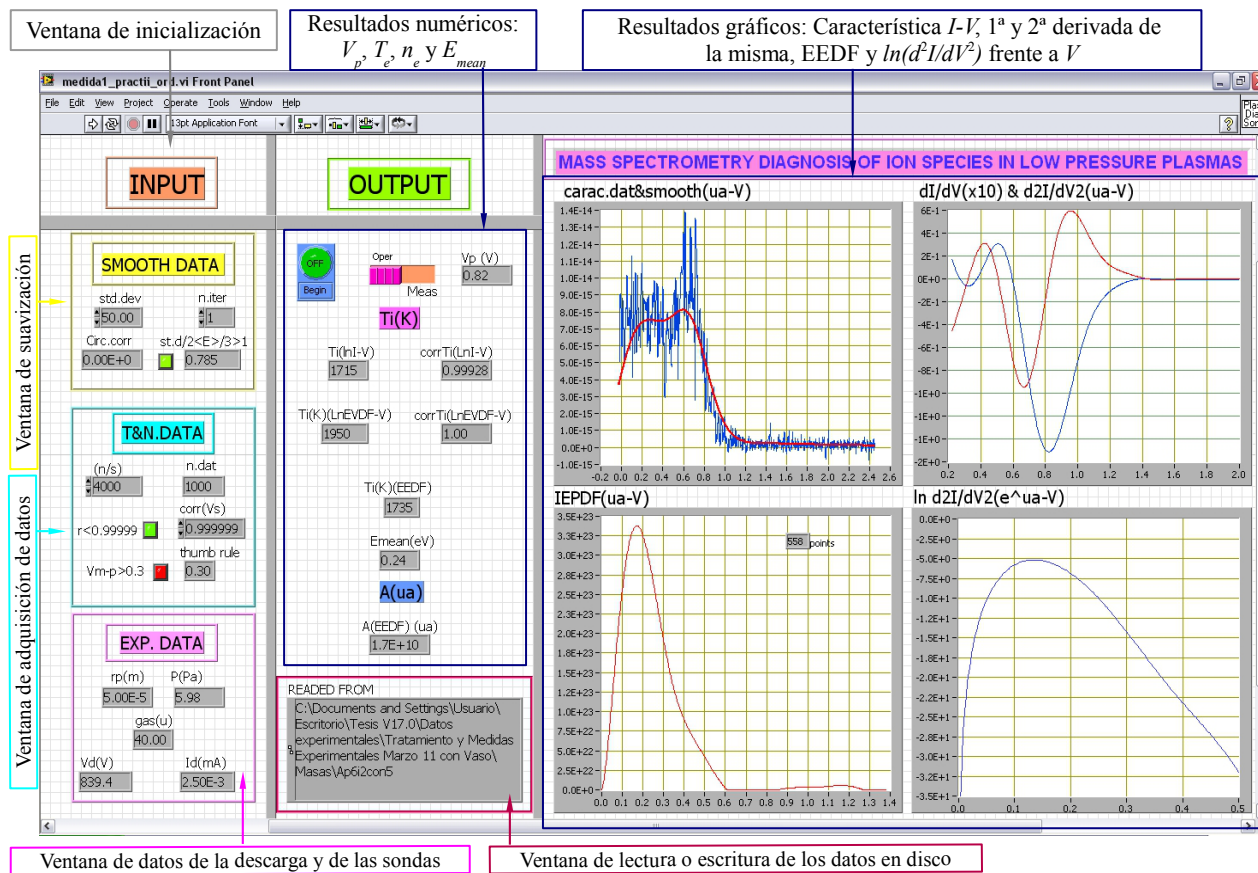


Figura 4.3: Panel frontal del Instrumento Virtual ESE, para medida de características $I_i - V$ de una sonda plana por especies iónicas, en *LabVIEW*[®].

4.8.1. Descripción del panel frontal del VI ESE

El panel frontal del instrumento virtual VI ESE es similar al del VI ELE y los diagramas de bloques también son similares, como se puede ver en las Fig. 4.2 y 4.3. Las ventanas de inicialización, de adquisición y de suavización son idénticas en ambos instrumentos virtuales. La ventana de datos de la descarga y de las sondas se diferencian en que, en el caso del VI ELE se tiene la longitud de la sonda (ya que este instrumento virtual es para medir con sondas electrostáticas de Langmuir de geometría cilíndrica y, por tanto, los parámetros físicos de las mismas son su longitud y su radio) y en VI ESE no se encuentra este parámetro de entrada, ya que se utiliza con la sonda plana (orificio del DEPA) que queda descrita únicamente a través de su radio.

La ventana de resultados numéricos es distinta, ya que los resultados que nos arrojan los programas son diferentes. En este caso, se obtiene el potencial del plasma, V_p , la energía media de los iones, E_{mean} , la temperatura iónica, T_i , y el parámetro A . La Fig. 4.32 muestra la ventana de resultados del VI ESE.

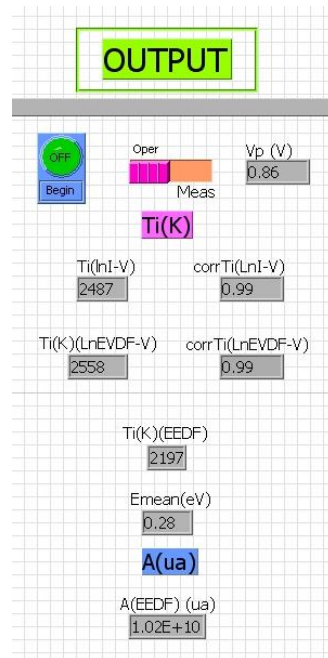


Figura 4.32: Ventana de resultados numéricos para el VI ESE: V_p , T_i , A y E_{mean}

El potencial del plasma se obtiene, como en el caso de la característica $I - V$, a partir de la segunda derivada de la curva característica $I_i - V$ por especies iónicas, $d^2 I_i / dV^2 = 0$.

La energía media se calcula por integración directa de la IEPDF (ecuación 4.7), de la misma manera que se calculó con el VI ELE.

En este caso, no es posible el cálculo de la densidad iónica, como ya se ha dicho en la sección 4.4, ya que no es posible medir la intensidad absoluta de iones que llegan al detector, porque todo ello depende de la calibración de PSM para cada especie iónica. Es por ello que como resultado se obtiene el parámetro A , que se demostrará que es una magnitud proporcional a la intensidad interelectródica y, por tanto, deberá estar relacionada con la densidad iónica.

La temperatura iónica se obtiene a partir de: $E_{mean} = \frac{3}{2} k_B T_i$, puesto que, como veremos, la IEPDF sigue un comportamiento aproximadamente maxwelliano.

La ventana de resultados gráficos es igual, no obstante, hay una pequeña diferencia con las unidades de la curva característica $I_i - V$. Como no se mide intensidad absoluta, sino flujo de iones que depende de la calibración del PSM para cada especie iónica, es por ello que se hablará de u.a. (unidades arbitrarias) para la curva característica $I_i - V$.

4.8.2. Descripción del diagrama de bloques del VI ESE. Proceso de medida

De nuevo, la descripción del diagrama de bloques del VI ESE y el proceso de medida son similares a los del VI ELE. Tanto la polarización de la sonda, la adquisición de datos, la suavización y el cálculo de la derivadas primera y segunda de la curva característica $I_i - V$ son idénticos en ambos instrumentos virtuales.

Hay una pequeña diferencia en la adquisición de datos. Los dos canales de la tarjeta de adquisición de datos son programados para la adquisición de 2000 datos con una velocidad de muestreo de 4000 medidas/s para adecuarse al tiempo de respuesta del sistema que gestiona la respuesta del detector de iones. Es decir, toda la característica se mide en tan sólo 0,5 s, tiempo suficientemente pequeño para asegurar la adecuación de nuestras medidas. Por otra parte, a estas velocidades de muestreo, el tiempo de vuelo de los iones, correspondiente a la energía cinética con que acceden a la sonda es de-

spreciable en el intervalo de tiempo entre dos medidas consecutivas, de modo que no se considera el desfase entre las medidas de intensidad y diferencia de potencial en este caso.

Las diferencias están en la recomposición de la curva característica $I_i - V$ y en el objeto de resultados. Ya que en este caso no es necesario hacer pasar a la sonda por divisores de tensión, el canal correspondiente de la tarjeta es directamente conectado a la salida analógica del PSM. Sólomente hay que multiplicar la señal que suministra la salida analógica que es proporcional al número de iones por segundo que acceden al detector, siendo la constante de proporcionalidad el factor de calibración medido y que fue estudiado anteriormente (sección 4.5). La Fig. 4.33 muestra el objeto encargado de la recomposición de la curva característica $I_i - V$ por especies iónicas. Por otra parte, los valores del potencial de polarización de la sonda del PSM son menores y, por lo tanto, pueden ser medidos directamente por la tarjeta de adquisición de datos.

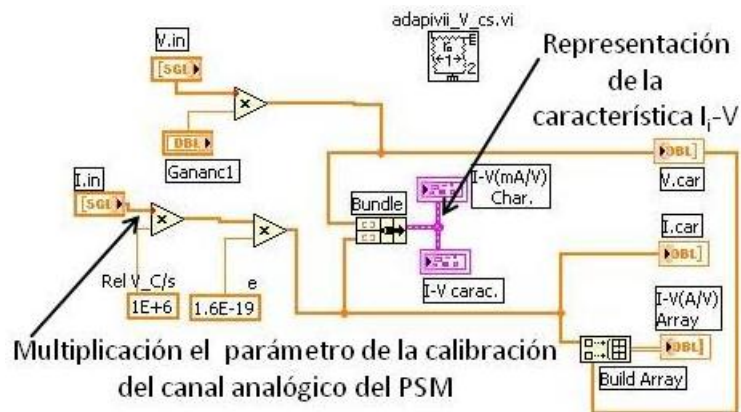


Figura 4.33: Objeto para recomposición de la curva característica $I_i - V$.

Obtención de la IEPDF

Como ya se comentó, la determinación de la densidad iónica no puede llevarse a cabo porque depende de la calibración del espectrómetro de masas. Sin embargo, el parámetro de normalización, A , debe ser proporcional a la densidad ya que se obtendrá por integración de la IEDF. Al dividir la IEDF entre el parámetro de normalización A se obtiene la IEPDF, $f_E(E)$. Una posible vía para la continuación de este trabajo es determinar la calibración

de ese parámetro A .

$$[f_E(E)]_{E=q_i V} = A^{-1} \sqrt{V} \frac{d^2 I_i}{dV^2} \quad (4.13)$$

$$A = \int_0^\infty \sqrt{V} \frac{d^2 I_i}{dV^2} dV \quad (4.14)$$

El parámetro A para el caso que usamos de ejemplo en este trabajo es de $A = 4,11 \times 10^{11}$ u.a. El tratamiento vuelve a ser similar al de las sondas electrostáticas. En la Fig. 4.34 se muestra el objeto del programa que realiza el cálculo de la IEPDF. A la izquierda, muestra como de nuevo la IEPDF es recortada para quedarse sólo con los valores $d^2 I/dV^2 > 0$. A la derecha, se calcula la IEPDF según la fórmula de Druyvenstein y se representa, y a la derecha abajo, se calcula el $\ln d^2 I/dV^2$ y se representa a través del icono correspondiente de representación gráfica. El proceso es similar al descrito para la obtención de la EEDF.

Veremos varias IEPDFs en el capítulo de Resultados y Análisis. Como ejemplo, vamos a dar los resultados que se obtuvieron para un plasma de Argon a unas condiciones de $P = 6$ Pa e $I_d = 2,5$ mA.

A partir de la IEPDF se obtiene por integración directa los resultados con el objeto correspondiente que se muestra en la Fig. 4.35:

- La temperatura iónica de referencia será la que resulta de la integración de la IEPDF.

$$T_i = \frac{2}{3} \langle E \rangle = \frac{2}{3} \int_0^\infty E f_E(E) dE \quad (4.15)$$

Esta ecuación es válida para el caso de que la IEPDF sea Maxwelliana, como ya se dijo en la sección 4.7.1, así como puede verse en la Fig. 4.3 y en el capítulo de Resultados y Análisis.

La temperatura de los iones Ar^+ para el plasma que nos está sirviendo de ejemplo es de $T_i = 1588$ K.

- Por otra parte, debido a este hecho, podemos realizar la medida de la temperatura de la población de los iones seleccionados mediante el $\ln I - V$ (que es muy parecida a la de la IEPDF).
- Además, se puede calcular la temperatura iónica, T_i , (como en las anteriores características $I - V$ de una sonda electrostática cilíndrica) a

partir de la pendiente de la gráfica en la cual se representa el $\ln I - V$ frente a V y de la pendiente del $\ln(d^2I/dV^2)$ frente a V , que resulta ser el mismo resultado:

$$I = I_0 e^{-\frac{eV}{k_B T_i}} \quad (4.16)$$

$$\frac{d^2I}{dV^2} = I_0 \frac{e^2}{k_b^2 T_i^2} e^{-\frac{eV}{k_B T_i}} \quad (4.17)$$

$$\ln \frac{d^2I}{dV^2} = \ln I_0 \frac{e^2}{k_b^2 T_i^2} + \ln e^{-\frac{eV}{k_B T_i}} = C - \frac{eV}{k_B T_i} \quad (4.18)$$

donde $C = \ln I_0 \frac{e^2}{k_b^2 T_i^2}$ es una constante. Luego la pendiente de esta curva está relacionada con la temperatura según la relación $m = -\frac{eV}{k_B T_i}$, que es la misma que si se toma el $\ln I$ y se representa frente a V .

El objeto que calcula los resultados para la medida de la curva característica $I_i - V$ se muestra en la Fig. 4.35:

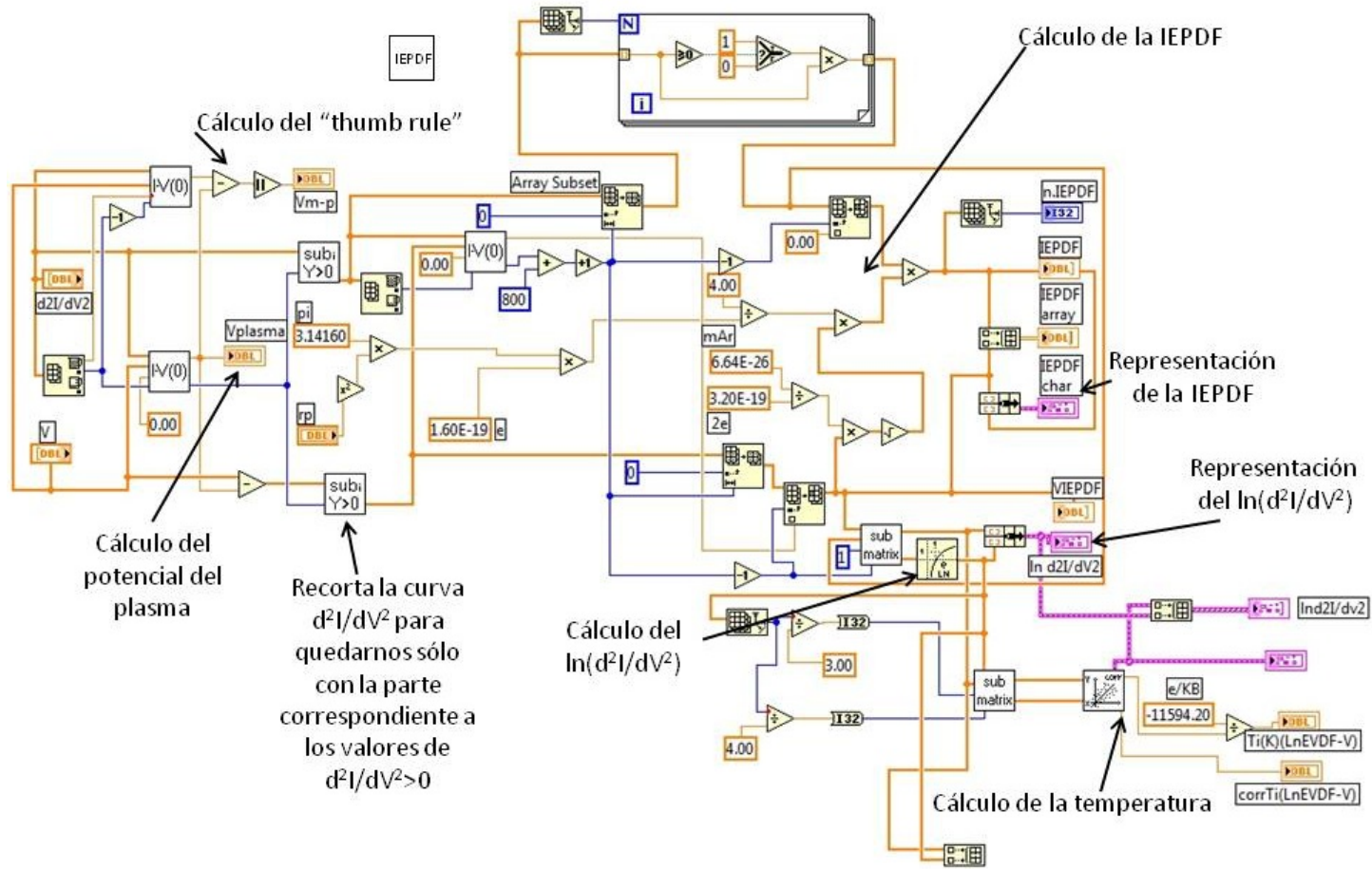


Figura 4.34: Objeto para el cálculo de la IEPDF a partir de la fórmula de Druyvenstein, el cálculo del $\ln d^2I/dV^2$ y cálculo del «thumb rule».

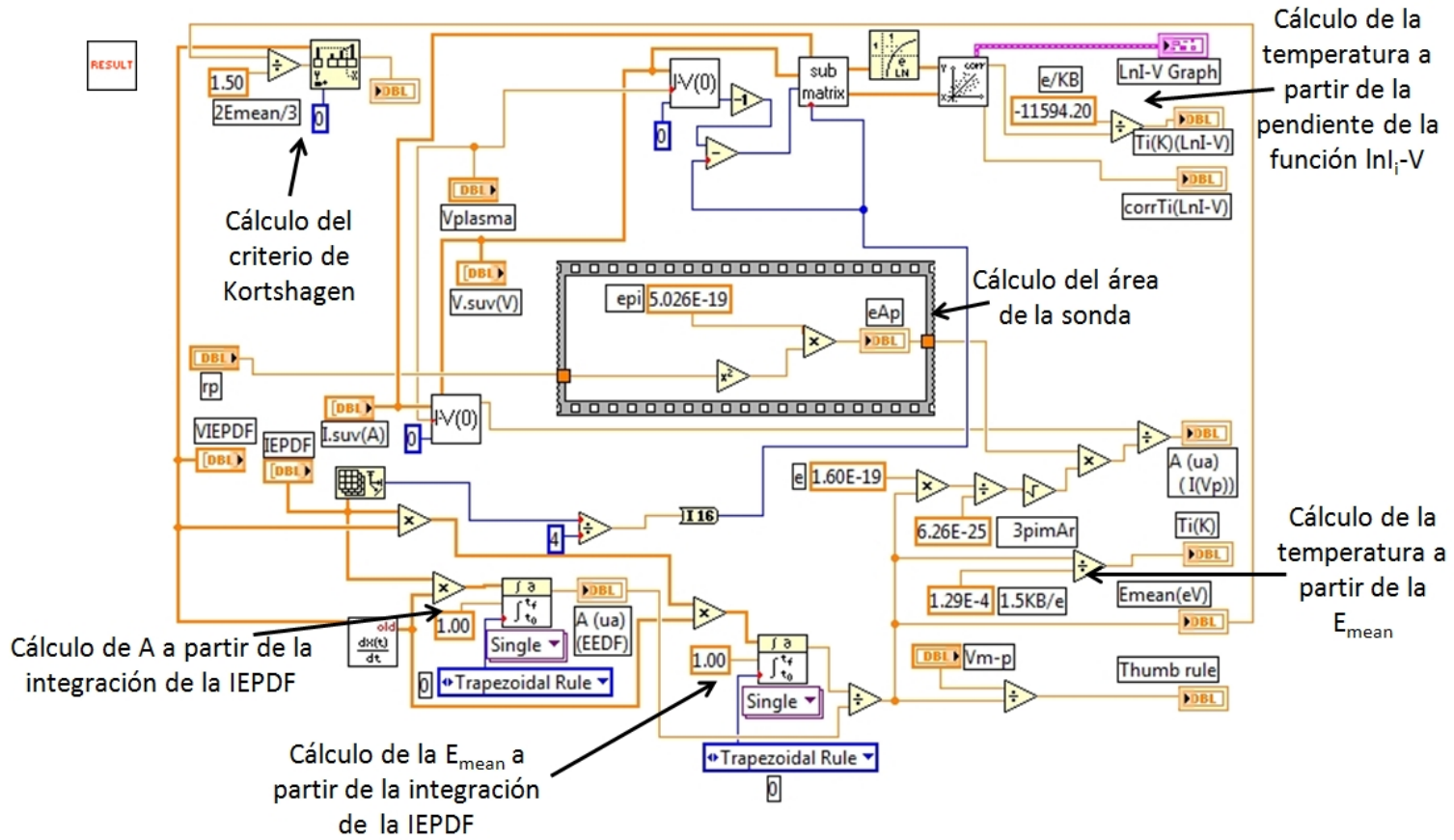


Figura 4.35: Objeto para el cálculo de los resultados, A , T_i y E_{mean} . Cálculo del criterio de Kortshagen.

Comparación de la IEPDF y el potencial del plasma, V_p , obtenidos

Es posible comparar la IEPDF obtenida a partir del método mostrado con la que da directamente *HiddenAnalytical*[®] a través de *MASsoft*[®]. Para ello, debemos hacer una traslación de la IEPDF de *MASsoft*[®], ya que ésta está referida a tierra y, la obtenida a partir del método propuesto está referida al potencial del plasma. Si se polariza el DEPA al potencial del plasma, V_p , ambas IEPDFs coinciden.

Para llevar a cabo esta comparación se realiza una medida a unas condiciones del plasma determinadas. El VI ESE arrojará, entre otros resultados, el potencial del plasma. Se debe anotar este potencial ya que será el potencial al que se polariza el DEPA. *MASsoft*[®] dará una función de distribución que comienza en un punto determinado.

En segundo lugar, el DEPA se conecta directamente a la fuente de polarización de corriente continua modelo HP 6827A (ver Fig. 3.20). En la fuente se selecciona, en modo continuo, una polarización de valor el potencial del plasma. Así, el potencial de polarización del DEPA será el potencial del plasma.

Después volvemos a lanzar *MASsoft*[®] para que repita la medida de la función de distribución, teniendo el DEPA una polarización de justo el potencial del plasma. El resultado que da *MASsoft*[®] es una función de distribución similar a la obtenida inicialmente, pero desplazada justo el potencial del plasma.

Este fue el método experimental que se usó para comprobar lo que se había visto analíticamente con las funciones de distribución obtenidas a partir del método propuesto y de *MASsoft*[®]. Como hemos dicho, simplemente haciendo una traslación igual al potencial del plasma en el eje de las energías, ambas funciones solapan. Un ejemplo de este hecho será estudiado en la sección 5.5 para un plasma de Argon a $P = 6,5$ Pa e $I_d = 10$ mA, cuyo potencial del plasma es $V_p = 1,3$ V.

Luego existe acuerdo entre el potencial del plasma medido con el método experimental que se propone y el medido por el PSM a través de *MASsoft*[®].

Como se puede ver en la Fig. 4.35, el potencial del plasma se obtiene del cero de la segunda derivada de la característica, de la condición $d^2I/dV^2 = 0$ para el método que se presenta en este trabajo.

4.9. Protocolo de medida

Se describe el protocolo para realizar medidas en el dispositivo experimental descrito en el capítulo 3.

1. El sistema debe contar con un vacío previo, por tanto las bombas de vacío no se apagan nunca para asegurarnos de tener la presión adecuada y evitar la entrada de agua a la cámara de vacío. La presión de background con la que se cuenta en la cámara de vacío es de 0,1 Pa. Además el manómetro tipo Penning colocado en el cuerpo del PSM debe dar una presión de menos de 5×10^{-6} Torr para permitir al Mass Spectrometer Interface Unit (MSIU) medir. Si por algún motivo el sistema tuviera que ser abierto, y por tanto, las bombas se tuvieran que apagar (esto ocurre por ejemplo cuando se procede a limpiar los electrodos de deposiciones del plasma), el tiempo que habría que esperar, una vez que el sistema es cerrado y con las bombas de vacío en funcionamiento, sería de 24 h. Pasado ese tiempo volveremos a tener la presión de background de 0,1 Pa que permitiría poder realizar medidas.
2. Previamente, es necesario, como ya se comentó anteriormente, encender el sistema de calentamiento unas horas y dejar enfriar el sistema para comenzar a medir con el PSM. Es absolutamente necesario este paso ya que así evitamos la contaminación del plasma con el agua que impide que el PSM pueda calibrarse para los iones de interés.
3. El siguiente paso es introducir el gas a analizar en la cámara de vacío. Para ello se selecciona en el regulador de flujo, el gas que se vaya a estudiar y, se debe esperar al menos media hora a que la cámara se sature de este gas, para ello se selecciona en la unidad central del regulador de flujo un caudal de 10 sccm. Trascorrida la media hora, en la unidad central se selecciona el flujo necesario para la presión con la que se quiera comenzar las medidas. Para saber si en la cámara de vacío hay el gas suficiente o si hay otros gases, como impurezas, podemos realizar un análisis RGA con el PSM que nos determinará la cantidad de gas que se tiene en el recinto. De esta manera, se asegura que la cámara de vacío está llena del gas que se quiere analizar.
4. Una calibración de PSM debe ser realizada en este momento del proceso de medida, esta calibración se hará cada vez que se cambie de ion.

Cuando se realiza una batería de medidas, únicamente debemos hacerla al principio de las mismas ya que si se tuviera que hacer por algún motivo dos veces los datos no serían correctos puesto que, como ya se dijo, las corrientes recogidas del espectrómetro no son absolutas sino relativas a la calibración que tenga el PSM. No se puede calibrar el PSM en medio de una batería de medidas.

5. Tras estabilizar la presión del gas plasmógeno, (en este trabajo hemos ido de presiones de 2,5 Pa a 6,5 Pa, a intervalos de 0,5 Pa) se programa la fuente de HV para que suministre una intensidad interelectródica intermedia, de modo que el sistema realice un proceso de estabilización y calentamiento adecuado. Seguidamente se polarizan las sondas a un potencial elevado para descontaminarlas de las posibles impurezas que se han podido adherir a su superficie durante el tiempo en que no ha estado produciéndose la descarga.
6. Posteriormente, se procede a la medida de las curvas características $I - V$ de las sondas cilíndricas electrostáticas de Langmuir y de las características $I_i - V$ de la sonda plana (orificio del DEPA) por especie iónica seleccionada. Para ello se programa la fuente de alta tensión para que suministre la intensidad interelectródica deseada, y se espera un poco para que el sistema y los instrumentos estabilicen su temperatura de trabajo. Se han medido intensidades interelectródicas que van de los 2 mA a los 5 mA a intervalos de 0,5 mA. Para los casos extremos se deben, en ocasiones, desechar los datos, ya que el plasma se encuentra en un estado extremo y, o no hay mucha densidad de gas plasmógeno, o simplemente no es capaz de alcanzar la sonda del DEPA y, por tanto, los resultados obtenidos no son adecuados. Otro de los motivos por los cuales no hemos obtenido un mayor rango de medida es debido al límite que no pone el dispositivo experimental en sí, ya que la fuente no es capaz de suministrar más intensidad porque se sobrepasan los 2000 V de ddp que es su límite.
7. A la hora de medir las curvas características $I - V$ e $I_i - V$, primero se miden las que nos da el PSM e inmediatamente después las que dan las sondas electrostáticas, entre ambas medidas sólo pasan unos pocos segundos y aunque se pueden hacer simultáneamente (hay canales suficientes para ello), no merece la pena porque cada proceso de medida se realiza en un segundo como hemos dicho, milisegundos para adquirir

los datos, milisegundos para el tratamiento y 1 s para la estabilización de la fuente de HV y de la temperatura de la sonda (salvo en el caso de la plana que hay que esperar un minuto, por eso se mide la primera). Además, si se hicieran simultáneamente todas las medidas de las curvas características $I - V$ e $I_i - V$ por especies iónicas de todas las sondas, se drenaría mucha carga del plasma, perturbándolo, sobre todo en la zona próxima al DEPA que es la de interés.

8. Una vez se han medido las curvas características $I_i - V$ de la sonda plana por especies iónicas y las curvas características $I - V$ de las sondas electrostáticas de geometría cilíndrica los Instrumentos Virtuales, ESE y ELE, desarrollados con *LabVIEW*[®] las tratan en el mismo momento, mostrando los resultados por pantalla.

Capítulo 5

Resultados y análisis

5.1. Resultados de espectros de iones para un plasma de Argon

Antes de comenzar la batería de medidas para las diferentes condiciones del plasma, hemos realizado un barrido en masa con el espectrómetro de masas para los iones positivos (opción de *MASsoft*[®]: ION SIM+), de manera que así se puede saber exactamente de qué iones positivos está compuesto el plasma, así como la proporción que hay de cada uno de ellos. Debemos tener en cuenta que el número de iones que mide el espectrómetro de masas depende de la calibración que previamente se ha realizado para que el sistema se encuentre en condiciones óptimas de medida para el ion seleccionado, en este caso el ion Ar^+ .

Como vemos en la Fig. 5.1 (con condiciones de descarga de $4Pa$ de presión y $5mA$ de intensidad interelectródica) el plasma está compuesto fundamentalmente de iones de Argon, (al ser este gas el que se introduce en el recinto y para el que se ha calibrado el sistema), Ar^+ ($m = 40$ u), aunque también existen otras especies iónicas positivas como H_2O ($m = 18$ u), H_3O^+ ($m = 19$ u), CO_2^+ ($m = 44$ u), N_2^+ ($m = 28$ u), Ar^{++} ($m = 20$ u) o ArH^+ ($m = 41$ u). El estudio, en los próximos apartados, se centra en el ion Argon, Ar^+ , por ser el que gobierna la dinámica de la descarga, ya que es del que se tiene mayor cantidad y es el ion de interés para el cálculo posterior de la curva característica iónica de una sonda inmersa en un plasma. Dependiendo de las condiciones del plasma, el espectro puede variar. Se ha observado que si bien la composición del plasma no varía, el número de cuentas del ion

Ar^+ sí que varía, alcanzando valores del orden de 3 millones para presiones e intensidades interelectrónicas elevadas, para las que la densidad iónica de la descarga es también relativamente elevada.

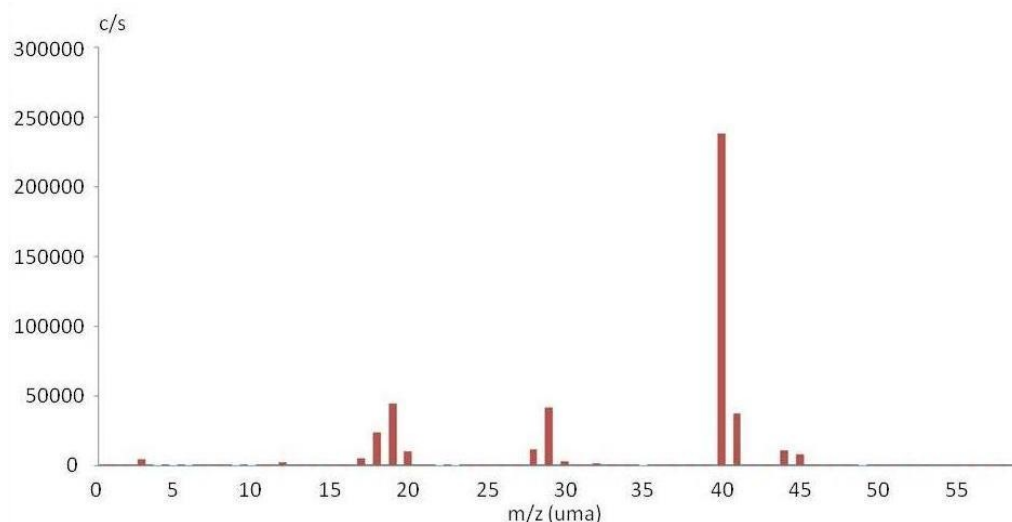


Figura 5.1: Espectro de iones positivos para un plasma de Argón. $P = 4$ Pa e $I_d = 5$ mA.

Recordamos que este espectro, en el que abunda el número de Ar^+ y no de H_3O^+ , es posible gracias al calentamiento del sistema previo a la adquisición de cualquier tipo de medida (véase sección 3.2.5).

5.2. Característica $I_i - V$ de la sonda plana para el ion Ar^+

Tal como vimos en la sección 3.3.2, el orificio de entrada del DEPA se comporta como una sonda electrostática de Langmuir de geometría plana, para la que podemos medir la intensidad de una especie iónica concreta en función del potencial de polarización de la misma (curva característica $I_i - V$). En la Fig. 5.2 podemos ver la curva característica $I_i - V$ experimental del ion

Ar^+ , junto con su correspondiente curva suavizada, para unas condiciones del plasma de $P = 6$ Pa e $I_d = 2,5$ mA. Se ha realizado con una velocidad de muestreo de 4000 datos/s tomando 1000 datos. Las condiciones de suavización elegidas para el tratamiento de la misma son: una desviación estándar de 50 y 1 iteración. El coeficiente de correlación circular obtenido para esta suavización ha sido menor de 10^{-2} .

La resolución en potencial de esta curva característica es de unos 2,5 meV, tal como se deduce de la Fig. 5.2.

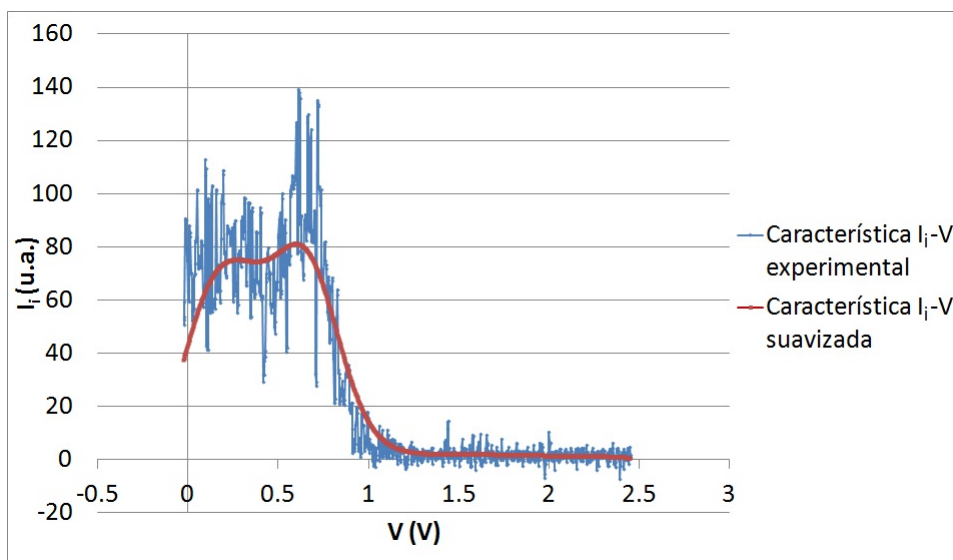


Figura 5.2: Curva característica $I_i - V$ suavizada (rojo) y experimental (azul) del ion Ar^+ , para un plasma de Argon. $P = 6$ Pa e $I_d = 2,5$ mA.

Como ya dijimos, lo que se mide, a partir de la señal analógica que proporciona el espectrómetro de masas, es una señal proporcional al número de cuentas que mide el espectrómetro, y que a su vez es proporcional a la intensidad de iones que recoge el orificio de la sonda de entrada del DEPA de la especie iónica que se ha sintonizado. De este modo, no medimos la intensidad iónica en valor absoluto, sino una señal proporcional a la intensidad. En la representación de la curva característica $I_i - V$ aparece, por tanto, la intensidad iónica en unidades arbitrarias.

Podemos comparar la curva característica $I_i - V$ de la figura 5.2 con la curva característica $I - V$ de una sonda electrostática plana y veremos que hay ciertas semejanzas y diferencias. En la curva característica $I - V$ de una

sonda electrostática plana, aparece una saturación de la corriente electrónica para valores elevados positivos del potencial de polarización de la sonda. En el caso de la curva característica $I_i - V$, esta saturación aparece para potenciales elevados negativos y se debe a una saturación de la corriente de iones positivos. En ambos casos, la corriente de saturación es positiva, a pesar de que la carga de los electrones es opuesta a la de los iones. Esto se debe a que, tradicionalmente, la corriente recogida por una sonda electrostática de Langmuir se cambia de signo para que la corriente electrónica recogida, que es significativamente mayor que la corriente iónica, sea positiva.

Se puede observar otra diferencia con las curvas características $I - V$ tradicionales de sondas electrostáticas, y es la ausencia de potencial de corte que tiene lugar cuando la corriente electrónica se iguala a la iónica. Como la medida de la curva característica $I_i - V$ de la sonda plana medida mediante el PSM implica la selección de un ion determinado, la corriente que se mide es exclusivamente la debida a él y, por tanto, no mide ni corriente electrónica, ni corrientes debidas a otros iones presentes en la descarga. Así, la curva característica $I_i - V$ llegará como mínimo a cero, pero, en ningún caso, se tendrán valores negativos de intensidad de iones positivos. La Fig. 5.2, sin embargo, muestra valores de intensidad negativos para la curva característica $I_i - V$ experimental, esto es debido a que la tarjeta convertidora A/D puede proporcionar valores negativos, debido al ruido inherente en el propio proceso de medida, aunque son valores muy pequeños que no influyen en la curva característica suavizada, que sí presenta valores siempre positivos.

El siguiente paso es obtener las derivadas primera y segunda de la curva característica $I_i - V$ del ion Ar^+ , que nos permitirán obtener la IEPDF (Ion Energy Probability Distribution Function). Usando la fórmula de Druyvesteyn [Druyvesteyn M. J., 1930, Swift J. D. y Schwar M. J. R., 1970, Fernández Palop J. I. et al., 1995, Ballesteros J. et al., 2004 y Godyak V. A. y Demidov V. I., 2011], la segunda derivada es proporcional a la función de distribución de velocidades. La Fig. 5.3 muestra las derivadas primera (azul) y segunda (rojo) de la curva característica $I_i - V$ suavizada (que como dijimos en la sección 4.8.1, es la que se usará para el cálculo de todos los resultados).

La zona de retardo iónico de la curva característica $I_i - V$ de la sonda plana por especie iónica seleccionada, está separada de la zona de aceleración por un punto en el que el potencial de polarización coincide con el potencial del plasma. En este potencial, la curva característica $I_i - V$ presenta un punto de inflexión y, por tanto, en este punto la derivada primera tiene un mínimo (en el caso de la característica $I - V$ de una sonda electrostática es un máximo)

y la derivada segunda pasa por cero. El método más preciso para medir el potencial del plasma mediante una sonda electrostática de Langmuir, consiste en medir este cero de la derivada segunda. El potencial del plasma que se obtiene de esta medida, con las condiciones antes descritas, es de 0,82 V para el plasma que está sirviendo a modo de ejemplo. El potencial del plasma es un valor positivo, al contrario de los potenciales obtenidos en los plasmas de columna positiva y en general en las descargas luminiscentes. Esta diferencia se debe a la configuración del sistema en el que se encuentra inmerso el PSM, de manera que la configuración del plasma generado varía con respecto a los sistemas que carecen de este dispositivo.

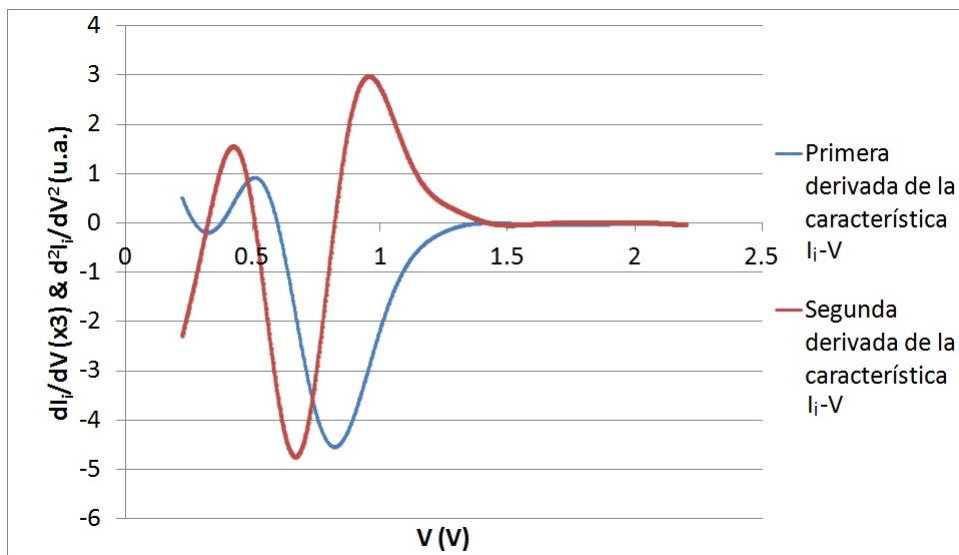


Figura 5.3: Derivadas primera (azul) y segunda (rojo) de la curva característica $I_i - V$ del ion Ar^+ suavizada, para un plasma de Argón. $P = 6$ Pa e $I_d = 2,5$ mA.

5.3. Función de Distribución de Probabilidades de Energía del ion Ar^+

A partir de la segunda derivada de la curva característica $I_i - V$ del ion Ar^+ suavizada, utilizando la fórmula de Druyvenstein, se obtiene la Función de Distribución de Probabilidades de Energía, IEPDF, del ion Ar^+ . La Fig. 5.4 muestra la IEPDF del ion Ar^+ , para las condiciones de descarga $P = 6$ Pa e $I_d = 2,5$ mA. Esta función de distribución de energías es Maxwelliana, como puede comprobarse si representamos $\ln(d^2I_i/dV^2)$ frente a V , ya que la d^2I_i/dV^2 es una función proporcional a la función de distribución de velocidades (ver sección 4.7.1 para el caso de la EEDF). La Fig. 5.5 muestra esta representación, que presenta el comportamiento lineal propio de una función de distribución Maxwelliana. Aunque esta representación presenta alguna irregularidad, se puede ver como la función tiene un comportamiento lineal que permite afirmar que la IEPDF es una Maxwelliana. Este comportamiento lineal se observa de, aproximadamente, 0,2 a 0,5 V. El trozo de función que va desde 0 V hasta 0,2 V (donde hay un máximo) es el que se utiliza en el criterio «thumb rule», que para este caso da un valor de 0,3, valor que se encuentra dentro del intervalo aceptable (para un «thumb rule» mayor a 0.33 la medida no se considera buena). El hecho de que no tengamos un comportamiento lineal en el intervalo 0 – 0,2 V se debe a la técnica de medida mediante sondas y a la contaminación y/o cambio de temperatura de la misma durante el proceso de medida.

El número de puntos total que constituyen la IEPDF del ion Ar^+ es de 558, en este caso, y teniendo en cuenta que la IEPDF ocupa apenas 1,4 V, la resolución que se tiene en energía es de $2,5\text{meV}$. Las IEPDFs que proporciona el PSM utilizando filtros de energía, *MASsoft*[®], apenas alcanza una resolución de 50 meV. Éste es, por tanto, un resultado destacable y a tener en cuenta, ya que el método propuesto mejora la sensibilidad, considerablemente, de la medida de las IEPDFs.

Para normalizar las funciones de distribución que obtenemos a través del Instrumento Virtual ESE, hay que dividir dicha función de distribución por una constante A que, de acuerdo a la fórmula de Druyvenstein, se espera que sea proporcional a la densidad de iones positivos de Ar^+ en el plasma. Aunque hablaremos de IEPDF en este capítulo, para hacer incapié en el hecho de que no se obtienen resultados absolutos para la densidad de iones, las IEPDFs que se obtienen no son tales hasta que no se dividan entre la constante de

5.3. Función de Distribución de Probabilidades de Energía del ion Ar^+ 169

normalización, A . Más adelante, verificaremos que A es proporcional a la intensidad interelectródica y, por tanto, a la densidad iónica.

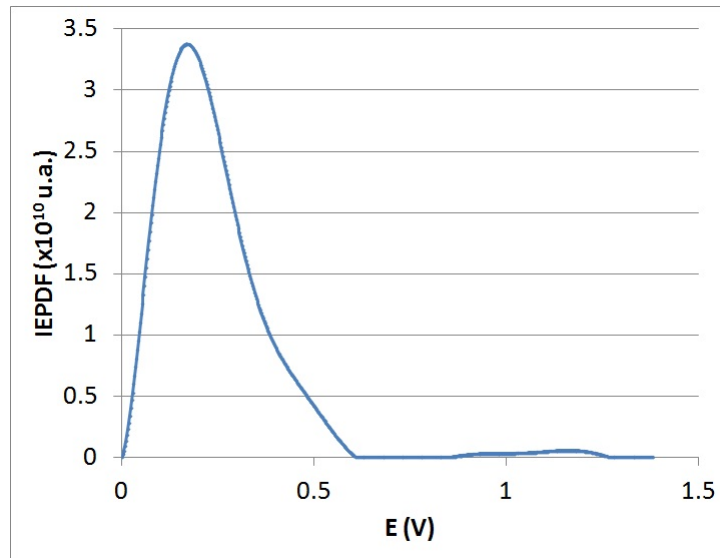


Figura 5.4: IEPDF del ion Ar^+ para un plasma de Argón. $P = 6$ Pa e $I_d = 2,5$ mA.

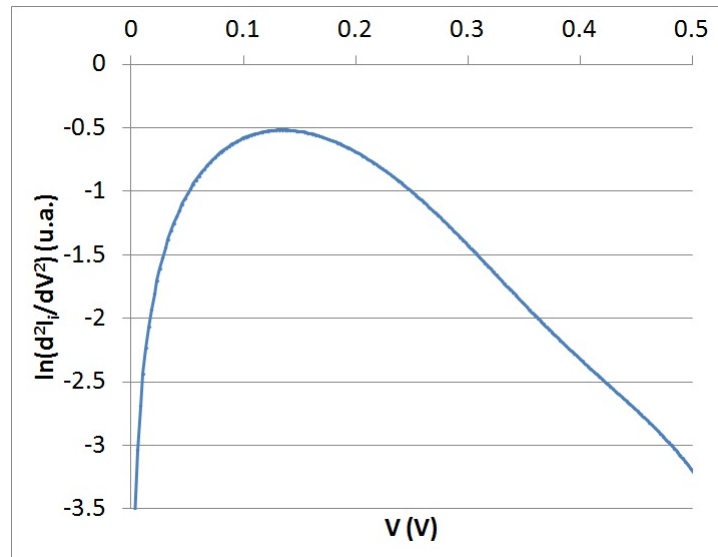


Figura 5.5: Representación de $\ln(d^2 I_i / dV^2)$ frente a V para un plasma de Argón. $P = 6$ Pa e $I_d = 2,5$ mA.

La temperatura iónica obtenida de la IEPDF, para estas condiciones particulares, es $T_i = 1800$ K y la constante de normalización es $A = 5,1 \times 10^{10}$ u.a.

5.4. Caracterización de descargas mediante las sondas electrostáticas

5.4.1. Sondas cilíndricas

Con el objetivo de caracterizar las propiedades de los electrones presentes en la descarga, comprobar el método de medida propuesto a partir del espectrómetro de masas y caracterizar las diferencias entre distintos puntos del plasma, tal como se ha descrito en la sección 4, se han colocado dos sondas electrostáticas de Langmuir de geometría cilíndrica en la descarga. Una justo encima del DEPA, a unos 5 mm de éste, y otra en el núcleo del plas-

ma. Vamos a exponer y analizar los resultados arrojados por ambas sondas electrostáticas de Langmuir.

Se exponen los resultados para el mismo plasma que se ha venido utilizando de ejemplo: plasma de Argon con $P = 6$ Pa e $I_d = 2,5$ mA.

Tradicionalmente, y como se ha indicado anteriormente, al representar la corriente que llega a las sondas de Langmuir, se toma positiva la corriente electrónica y negativa la corriente iónica, y en este trabajo también se seguirá este criterio.

En primer lugar, analizamos las curvas características $I-V$, experimental (azul) y suavizada (roja), para cada sonda electrostática cilíndrica (ver Fig. 5.6). Para diferenciar una sonda de otra, hablaremos de sonda U (Up) para referirnos a la sonda colocada en el centro del plasma y sonda D (Down) para la que se encuentra justo encima del orificio del DEPA. Las condiciones de inicialización del proceso son comunes a ambas sondas. Así, se han realizado las medidas con una velocidad de muestreo de 500000 datos/s tomándose 2000 datos de los mismos para realizar los cálculos. Los parámetros de suavización elegidos para el tratamiento de las curvas características $I-V$ son: una desviación estándar de 30 y 2 iteraciones. El coeficiente de correlación circular obtenido para esta suavización ha sido de $7,56 \times 10^{-4}$ para la sonda U y de $8,8 \times 10^{-4}$ para la sonda D.

La resolución en potencial de estas características es de unos 25 meV, ya que estas curvas características $I-V$ tienen unos 2000 puntos experimentales en 40 V.

Si se comparan (Fig. 5.6), ambas presentan una forma similar. Están desplazadas una con respecto a la otra aproximadamente 1 V que será la diferencia que tengamos para el potencial del plasma, que se calcula a partir de sus respectivas segundas derivadas, mediante la condición $d^2I/dV^2 = 0$. Este desplazamiento en potencial se observa para todas las condiciones estudiadas del plasma y se debe a que ambas sondas están colocadas en distintos puntos de la descarga. Así, la sonda U mide siempre un potencial del plasma más alto que la sonda D con una diferencia de alrededor de 1 V (más adelante, en la sección 5.5, se muestra una gráfica donde se representan potenciales del plasma para ambas sondas y distintas condiciones del plasma en la que se muestra esta diferencia).

Se debe destacar la poca deformación que produce el método de suavización en todos los casos en general, y en estos dos casos en particular.

Las derivadas primera y segunda de ambas curvas características $I-V$ se pueden ver en la Fig. 5.7. Uno de los criterios de comprobación del método

tiene que ver con la derivada segunda: el «thumb rule» (recordando que consiste en medir la razón entre la distancia que hay del cero al máximo de la derivada segunda y la temperatura electrónica), y ambas lo cumplen. Para la sonda U éste tiene un valor de 0,32 y para la sonda D de 0,31, si se tiene en cuenta que el criterio falla cuando es más alto de 0.33 se puede concluir que el resultado es adecuado.

A partir del cero de la segunda derivada se obtiene el potencial del plasma, que para la sonda U es 13,78 V y para la sonda D es 12,81 V.

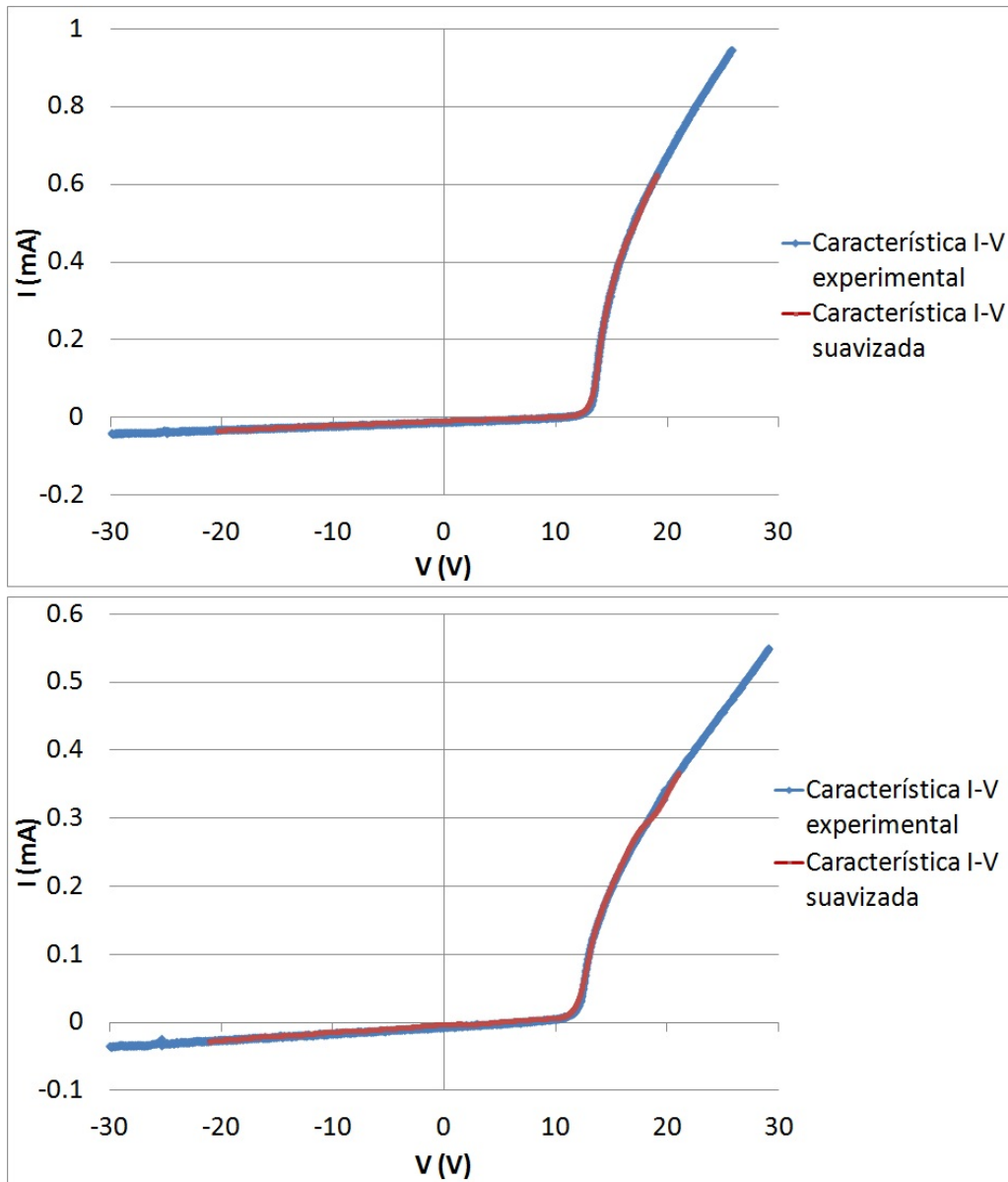


Figura 5.6: Curvas características $I - V$ suavizada (roja) y experimental (azul) para la sonda U (arriba) y sonda D (abajo), para un plasma de Argon. $P = 6$ Pa e $I_d = 2,5$ mA.

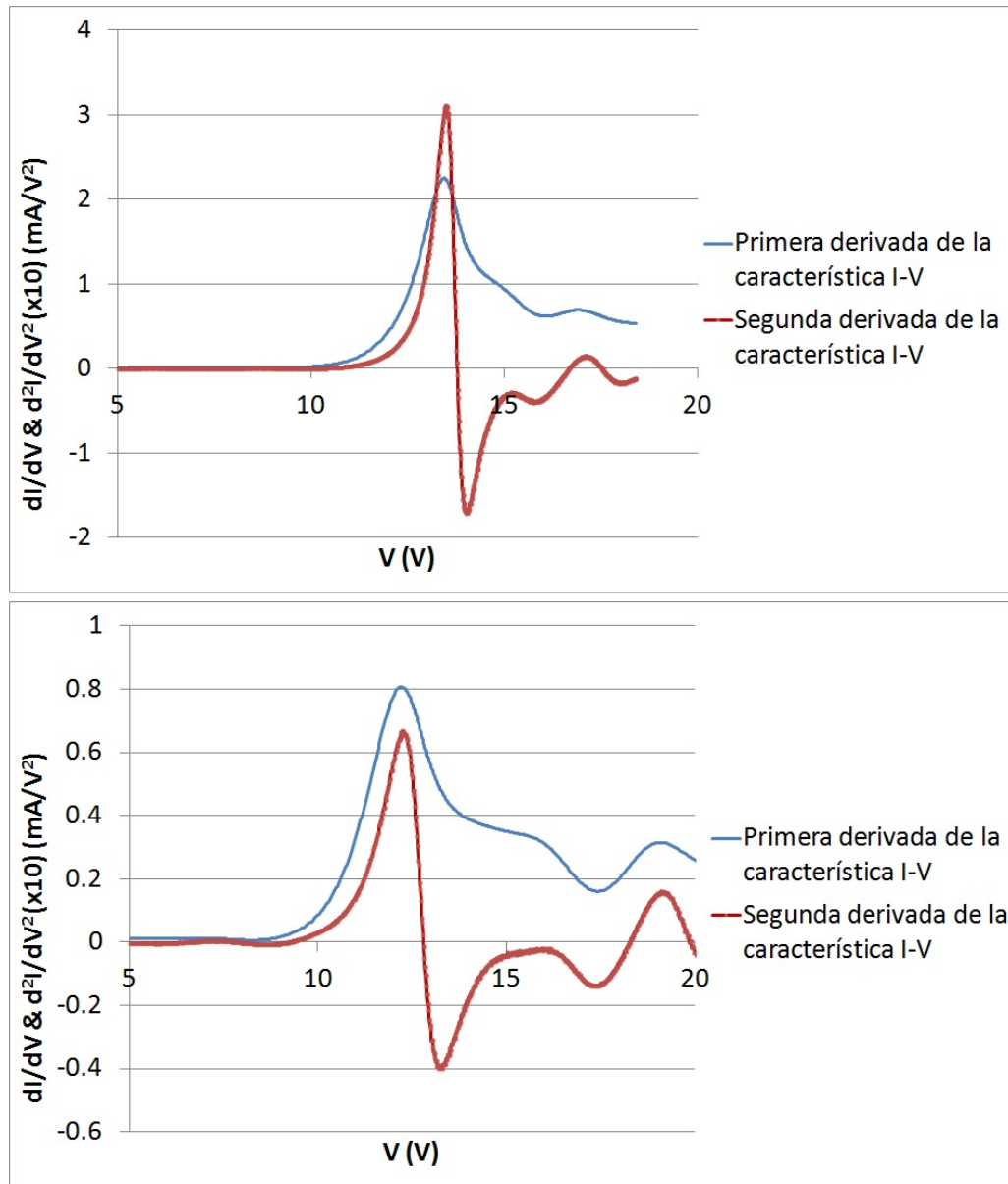


Figura 5.7: Derivadas primera (azul) y segunda (rojo) de la curva característica $I - V$ para sonda U (arriba) y sonda D (abajo), para un plasma de Argon. $P = 6 \text{ Pa}$ e $I_d = 2,5 \text{ mA}$.

En cuanto a las EEDFs (Electron Energy Distribution Functions), se representan en la Fig. 5.8, y son de tipo Maxwelliano según el comportamiento

lineal de la representación del $\ln(d^2I/dV^2)$ frente a V de la Fig. 5.9, en el rango de potencial en el cual se obtiene cada una de las EEDFs.

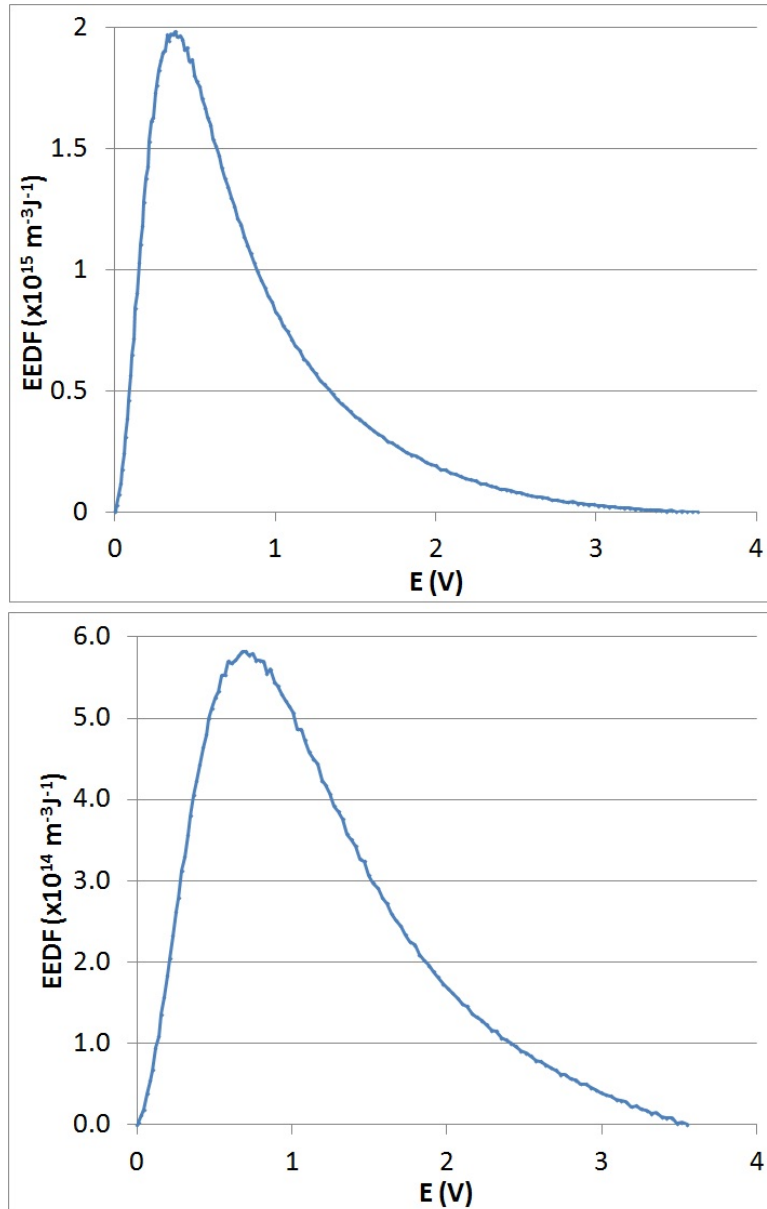


Figura 5.8: EEDF para la sonda U (arriba) y EEDF para la sonda D (abajo), para un plasma de Argon. $P = 6$ Pa e $I_d = 2,5$ mA.

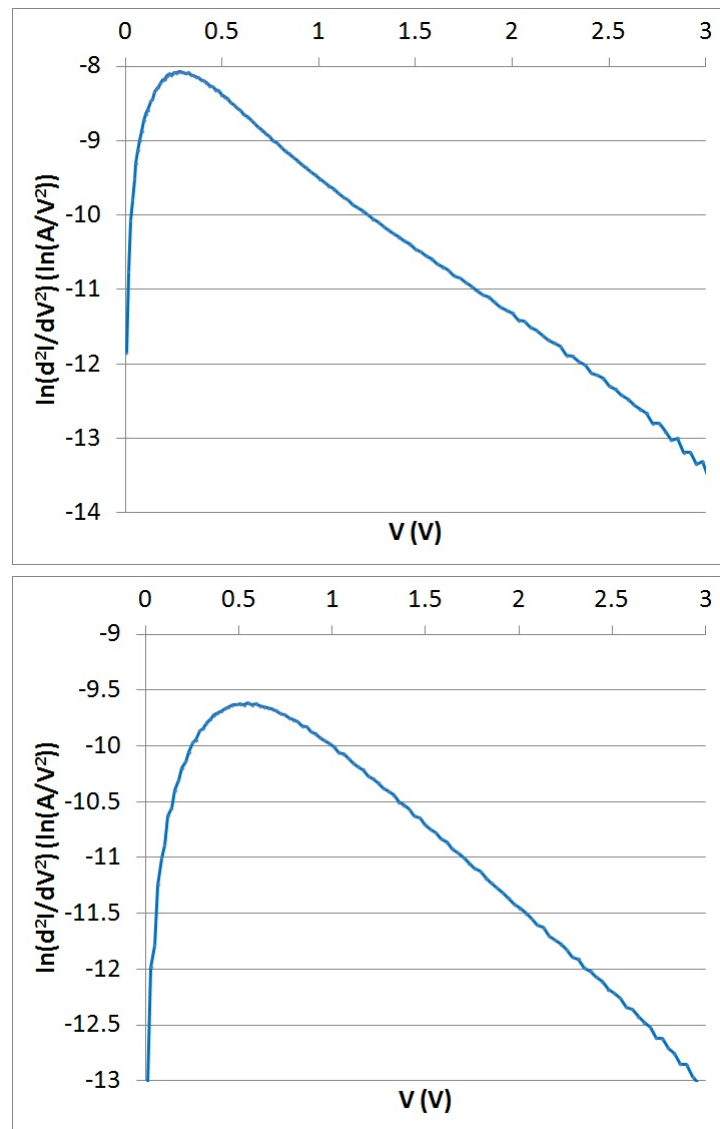


Figura 5.9: Representación de $\ln(d^2I/dV^2)$ frente a V para la sonda U (arriba) y para la sonda D (abajo), para un plasma de Argon. $P = 6$ Pa e $I_d = 2,5$ mA.

La EEDF correspondiente a la sonda U consta de 156 puntos y la de la sonda D consta de 133. La resolución en energía que tenemos para estas medidas es de unos 20 meV.

Las temperaturas de los electrones son: para la sonda U, $T_{eU} = 6300$ K

y para la sonda D, $T_{eD} = 9000$ K. Es lógico que la temperatura que mide la sonda D sea mayor a la que mida la sonda U, puesto que al estar más afuera en la descarga los electrones que llegan a ella son los de más energía, los que todavía no se han recombinado. Las densidades electrónicas que se encuentran a partir de estas EEDFs son para la sonda U $n_{eU} = 1,9 \times 10^{15} m^{-3}$ y para la sonda D $n_{eD} = 8,3 \times 10^{14} m^{-3}$. La diferencia que hay entre ambas se debe precisamente a sus posiciones, ya que cuando los electrones llegan a la sonda D ya se han recombinado en buena parte y, por tanto, la densidad electrónica será menor fuera de la descarga.

Las densidades y temperaturas electrónicas se calculan también por otros métodos que han sido descritos en la sección 4.7.1, pero que no los vamos a mostrar en este apartado porque hay buen acuerdo entre los resultados que se obtienen por los distintos métodos. Los resultados mostrados, como se dijo en el capítulo 4, son los que tomamos como referencia y fueron descritos en detalle en dicho capítulo.

Para este tipo de plasmas fríos, las temperaturas de iones positivos han de ser menores a las de electrones y esto es lo que se ha obtenido. La temperatura electrónica de la sonda D, $T_{eD} = 9000$ K es superior a la temperatura de iones Ar^+ , $T_i = 1800$ K para las condiciones del plasma que se están estudiando, $P = 6$ Pa e $I_d = 2,5$ mA. No se compara con la sonda U puesto que se encuentra muy alejada del DEPA, no obstante la temperatura medida con la sonda U también es superior a la temperatura iónica.

5.5. Verificación de los resultados obtenidos por el nuevo método

Con el objetivo de contrastar los datos experimentales, además de responder a algunas preguntas que surgieron a lo largo del tiempo que ha durado la investigación, se han llevado a cabo una serie de pruebas que permiten determinar la fiabilidad del método propuesto.

1. Comparación con la IEPDF medida por *MASsoft*®.

La primera comprobación que se expone, y que permite comprobar la validez del método sobre la obtención de la IEPDF, consiste en com-

parar la IEPDF del ion Ar^+ en un plasma de Argon medida por el nuevo método, con la que mide el sistema de análisis de iones por espectrometría de masas (utilizando el filtro de energías). La Fig. 5.10 muestra una IEPDF del ion Ar^+ proporcionada por el espectrómetro de masas para unas condiciones del plasma de $P = 6$ Pa e $I_d = 2,5$ mA. Ya se comentó en la sección 4.8, que la IEPDF dada por el PSM, a través de *MASsoft*[®], está referida a tierra y, por tanto, para poder compararla con las IEPDFs medidas con el método propuesto, a través del Instrumento Virtual ESE, se ha de realizar un desplazamiento en potencial. El método de medida propuesto proporciona el potencial del plasma, que se obtiene a través del Instrumento Virtual ESE, siendo éste el valor que debemos desplazar la IEPDF dada por *MASsoft*[®]. Si al realizar este desplazamiento en potencial ambas IEPDF coinciden, será la prueba definitiva para asegurar que el potencial del plasma que se mide a partir de la curva característica $I_i - V$ del ion Ar^+ es correcto, ya que coincidirá con el medido por *MASsoft*[®].

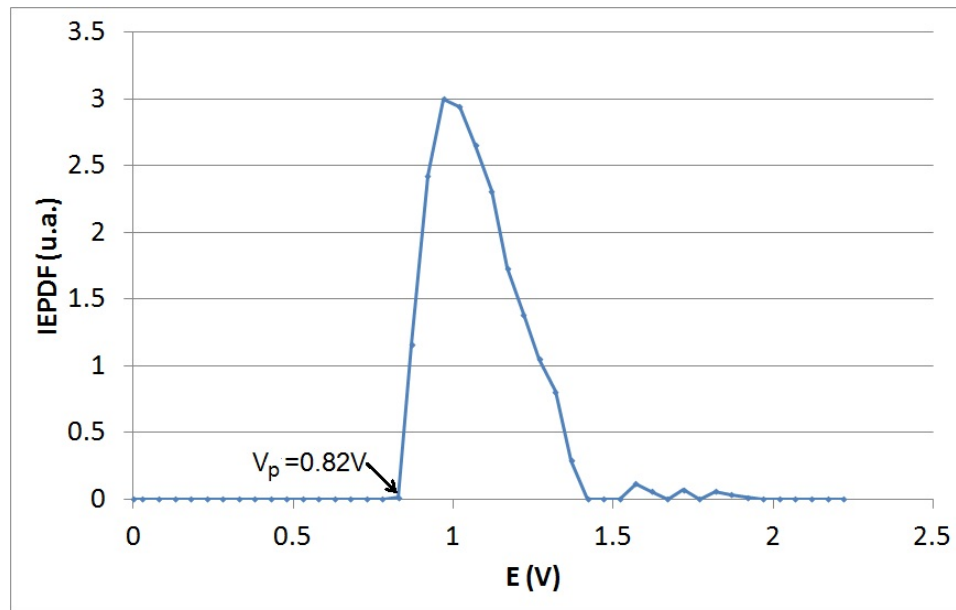


Figura 5.10: IEPDF del ion Ar^+ medida por *MASsoft*[®], para un plasma de Argon. $P = 6$ Pa e $I_d = 2,5$ mA.

La Fig. 5.11 muestra la coincidencia de ambas IEPDFs después de haber

desplazado la IEPDF medida con *MASsoft*[®] un valor en potencial igual al potencial del plasma, obtenido a partir del método de medida propuesto. La ventaja con la que cuenta la medida obtenida con el método propuesto frente a la que obtiene *MASsoft*[®] es que el número de puntos de la IEPDF es muy superior, consiguiendo una resolución mucho mayor en energía. Mientras *MASsoft*[®] proporciona IEPDFs de unos 70 eV de resolución en energía, nuestro método es capaz de superar esto en un orden de magnitud, proporcionando IEPDFs con una resolución en energía de 700 eV.

La medida realizada por *Massoft* llega a unos 10 V (aunque sólo se ha representado hasta 1,5 V que es el intervalo que interesa para hacer la comparación) y la medida con el método propuesto hasta 1,5 V. Esto es así, porque el método propuesto está optimizado para que realice la medida sólo en el intervalo que nos interesa, mientras *MASsoft*[®] hace un barrido completo en energías. Por tanto, otra ventaja del método propuesto en este trabajo es el aprovechamiento de los recursos del ordenador, guardando en disco únicamente los datos que realmente nos interesan, es decir, aquellos que nos dan la IEPDF completa. El tiempo que se tarda en obtener la IEPDF también se optimiza, mientras *MASsoft*[®] tarda unos 5 s en realizar la medida de la IEPDF, el método propuesto la obtiene en 1 ms.

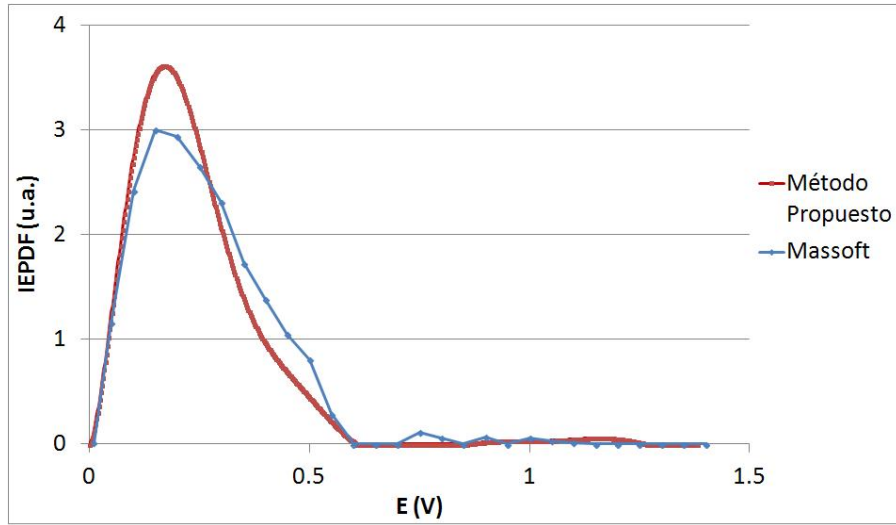


Figura 5.11: Comparación de las IEPDFs del ion Ar^+ medidas con *MASsoft*[®] y con nuestro método. $P = 6$ Pa e $I_d = 2,5$ mA.

Ambas IEPDFs han sido normalizadas a la unidad.

2. Potencial del plasma.

El segundo método de contraste consiste en comparar el potencial del plasma que se obtiene a partir de la medida de las características $I_i - V$ de distintas especies de iones que están presentes en el plasma. Se han escogido los iones más abundantes en nuestra descarga (Fig. 5.1) para obtener un número de cuentas elevado y, por tanto, una mayor relación señal-ruido en la medida de la curva característica $I_i - V$ de la sonda plana por especie iónica. No fue necesario realizar una calibración previa para cada ion, puesto que la señal recogida por el PSM era suficiente.

Para realizar este análisis con diferentes iones se tuvo que ir cambiando la masa del ion que aparece en el Instrumento Virtual ESE de la Fig. 4.4, ya que éste es uno de los parámetros de entrada que nos permite modificar el Instrumento Virtual ESE. El proceso de medida para cada ion escogido es igual al descrito para el caso de los iones de Ar^+ .

En la tabla 5.1 podemos ver como la diferencia en los potenciales del plasma medidos a partir de las características $I_i - V$ de sonda plana de

los diferentes iones es despreciable, si tenemos en cuenta que cometemos un error de $\pm 0,1$ V aproximadamente en la medida del potencial del plasma. Luego el potencial del plasma medido es único.

Se ha dicho que el error cometido en la medida del potencial del plasma es de $\pm 0,1$ V. Para determinar este error, se realizó una medida con una de las sondas de Langmuir para unas mismas condiciones 10 veces consecutivas y el potencial del plasma oscilaba en su segunda cifra decimal. Este proceso se repitió para varias condiciones del plasma resultando igual para todas, motivo por el cual, se dice que el error del potencial del plasma es de $\pm 0,1$ V. Este error es debido al propio proceso de medida a través del Instrumento Virtual ELE.

$P(Pa)$	$I_d(mA)$	$V_p(Ar^+)(V)$	$V_p(O_2^+)(V)$	$V_p(H_3O^+)(V)$
4.5	5	0.97	1.02	1.15
5.5	5.5	1.3	1.27	1.13
4.5	7	0.92	0.93	0.8
5.5	7	0.99	1.04	1.08

Tabla 5.1: Potenciales del plasma obtenidos a partir de diferentes iones presentes en el mismo, para distintas condiciones de un plasma de Argon.

3. Influencia de la polarización del DEPA.

El último método de contraste consiste en analizar si el hecho de introducir un electrodo polarizado dentro del plasma (el DEPA), afecta a las condiciones del plasma.

Como sabemos, este dispositivo experimental requiere que el espectrómetro de masas, o mejor dicho, el DEPA, se encuentre inmerso en el plasma. Por otro lado, además requerimos de la variación del potencial del DEPA. Podemos pensar que el gran tamaño del DEPA y su variación de potencial pueda afectar a las medidas que estamos realizando tanto por las sondas electrostáticas de Langmuir como por el espectrómetro de masas, así como a la estructura del plasma. Hemos realizado un test para asegurarnos que las medidas no están influenciadas

por este elemento invasivo en el plasma, consistente en ir variando el potencial del DEPA mientras se mide con las sondas electrostáticas de Langmuir para comprobar cómo varían los parámetros característicos obtenidos a partir de ellas, T_e , n_e y V_p .

La Fig. 5.12 muestra que a medida que se varía el potencial del DEPA la temperatura electrónica medida con ambas sondas electrostáticas cilíndricas apenas varía, donde en azul se presentan las medidas realizadas con la sonda U y en rojo las medidas realizadas con la sonda D. Se puede apreciar además la diferencia de temperaturas medidas por ambas sondas a la que nos referíamos en el apartado 5.4.1.

La Fig. 5.13, donde igualmente en azul se presentan las medidas realizadas con la sonda U y en rojo las medidas realizadas con la sonda D, permite observar el comportamiento de la densidad electrónica con el potencial de polarización del DEPA y nuevamente se observa que esa dependencia es apenas inexistente. La densidad electrónica prácticamente no varía con el potencial de polarización del DEPA, ni para la sonda U ni para la D. Podría pensarse que la sonda D, al estar situada junto al DEPA, notaría el efecto, pero no ha sido así.

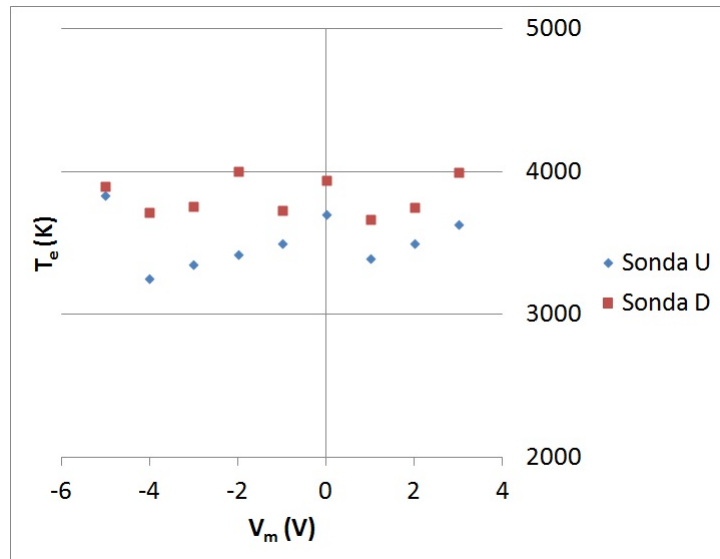


Figura 5.12: Temperatura electrónica, T_e , frente al potencial de polarización del DEPA, V_m . $P = 4$ Pa e $I_d = 4$ mA.

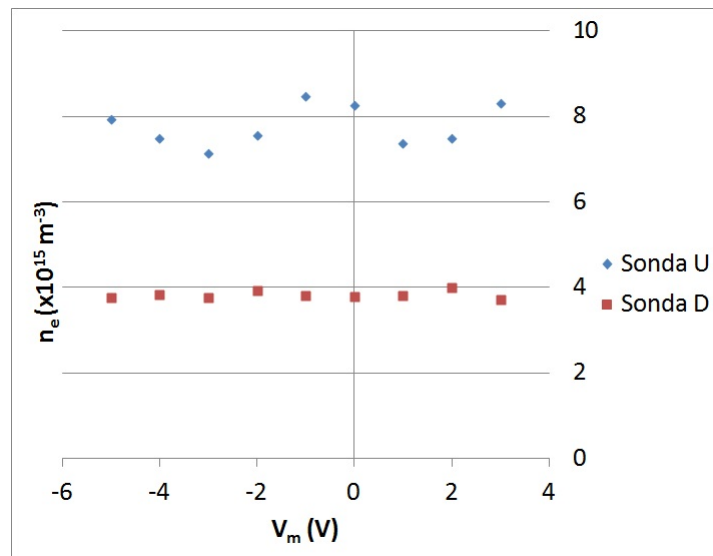


Figura 5.13: Densidad electrónica, n_e , frente al potencial de polarización del DEPA, V_m . $P = 4$ Pa e $I_d = 4$ mA.

La Fig. 5.14, en azul las medidas realizadas para la sonda U y en rojo las medidas realizadas con la sonda D, muestra el potencial del plasma frente al potencial de polarización del DEPA. En este caso existe una pequeña variación en el potencial del plasma para potenciales de polarización por encima de 2 V, por tanto, para el potencial del plasma si que influye el hecho de que haya un electrodo con potencial variable dentro de la descarga. Sin embargo, esta variación es para potenciales superiores a 2 V y, si tenemos en cuenta que nuestro sistema no necesita polarizarse a más de 2 V para medir la curva característica $I_i - V$ y obtener la IEPDF, podemos decir que para las condiciones de medida de este trabajo, el DEPA no afecta a las medidas tomadas y, por tanto, no afecta a los resultados.

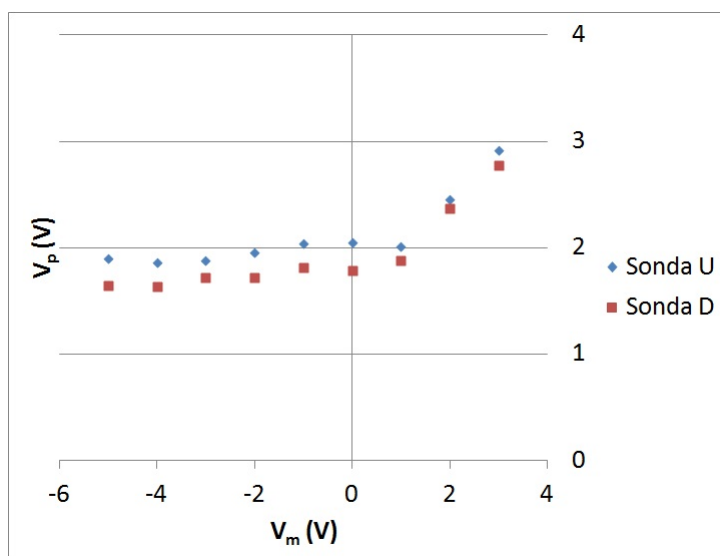


Figura 5.14: Potencial del plasma, V_p , frente al potencial de polarización del DEPA, V_m . $P = 4$ Pa e $I_d = 4$ mA.

Según los datos, se concluye que la polarización del DEPA no influye, salvo en el potencial del plasma para valores elevados del potencial de polarización (lo que no interviene en la medida de las características $I_i - V$). Así, la vaina que se forma en torno al espectrómetro de masas es capaz de apantallar los cambios de potencial producidos en el DEPA impidiendo que afecte al resto del plasma.

5.6. Estudio de los resultados obtenidos para el plasma de Argon

A continuación, se muestran los resultados obtenidos para el plasma de Argon, para un barrido en los parámetros que controlan las condiciones experimentales de la descarga: presión e intensidad interelectrónica.

Las medidas con el PSM se realizaron a la vez que las medidas con las sondas electrostáticas de Langmuir para cada condición del plasma. Este

proceso puede llevar un tiempo de 5 min, ya que es necesario esperar un tiempo a que se estabilice la temperatura del DEPA entre medidas. Hay que tener en cuenta también, el tiempo que tarda el sistema en estabilizar la presión cuando cambiamos este parámetro, que es de unos 10 min. Así, el tiempo que lleva realizar una batería de medidas completa ronda las tres horas.

■ Sonda plana (orificio del DEPA)

Se comienza el estudio con el potencial del plasma que se obtiene a partir de la condición $d^2I/dV^2 = 0$, como fue descrito en el apartado 4.7. La Fig. 5.15 muestra el potencial del plasma medido con el PSM. Se observa que no hay dependencia entre la intensidad interelectródica y el potencial del plasma. Nótese que los valores del potencial del plasma son positivos, y esto se debe a la presencia del DEPA dentro de la descarga.

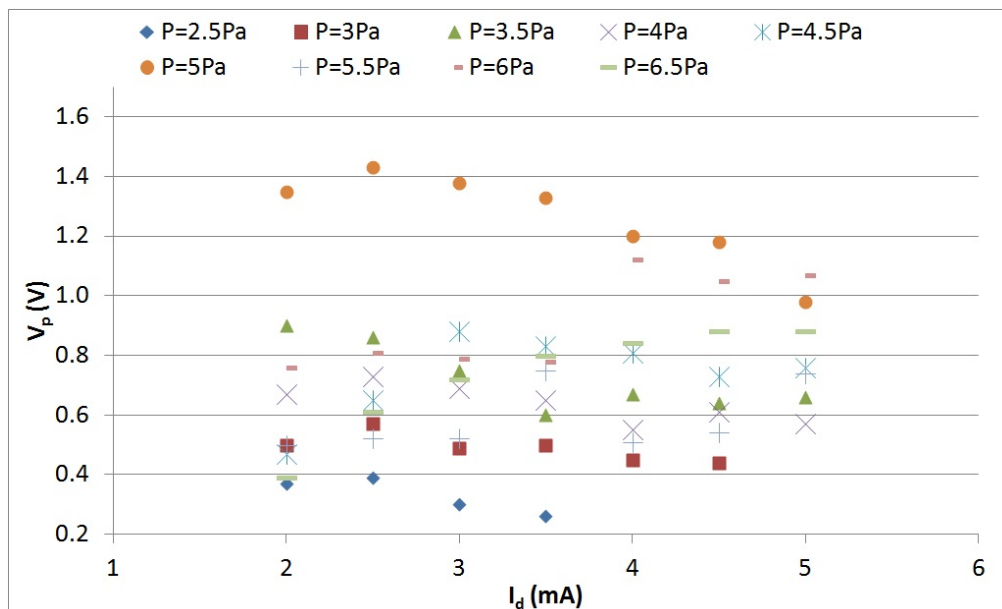


Figura 5.15: Representación de V_p frente a I_d a partir de la sonda del PSM (orificio del DEPA), para un plasma de Argon.

La Fig. 5.16 muestra la dependencia del potencial del plasma con la presión para dos intensidades interelectródicas. Como se puede ver el

potencial del plasma presenta un comportamiento lineal con respecto a la presión. Este comportamiento es común para todas las medidas realizadas.

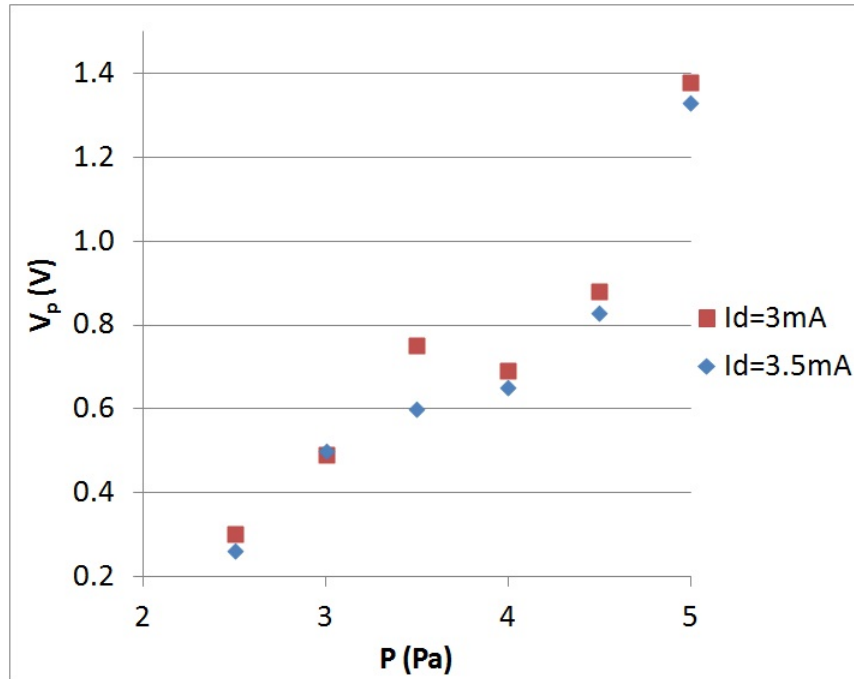


Figura 5.16: Representación de V_p frente a P a partir de la sonda del PSM (orificio del DEPA), para un plasma de Argon. $I_d = 3$ mA e $I_d = 3,5$ mA.

■ Sonda U

Para la sonda que se encuentra en el centro del plasma el potencial del plasma medido para las distintas condiciones se puede ver en la Fig. 5.17. El valor del potencial del plasma se ha obtenido a partir de la condición $d^2I/dV^2 = 0$ de la curva característica $I - V$ de la sonda electrostática cilíndrica. Para bajas intensidades interelectródicas, puede parecer que V_p e I_d presentan un comportamiento lineal, pero a medida que aumenta la intensidad interelectródica, por encima de los 4,5 mA, el potencial del plasma se estabiliza.

La Fig. 5.18 muestra el mismo comportamiento del potencial del plasma medido con la sonda cilíndrica que la 5.16 medido con el PSM, de

modo que podemos afirmar, que existe una dependencia lineal entre el potencial del plasma y la presión de la descarga.

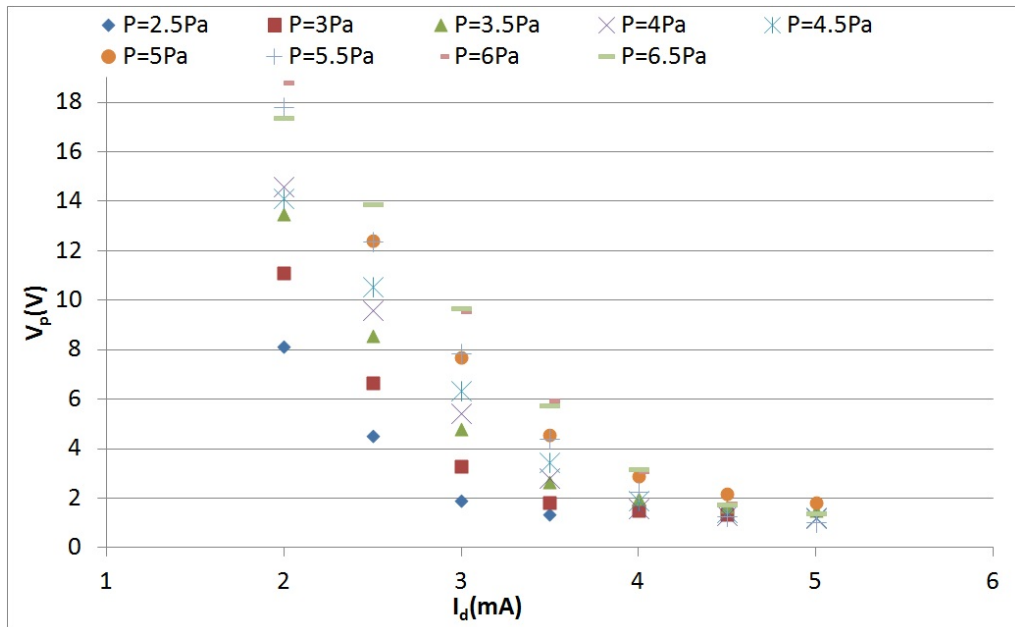


Figura 5.17: Representación de V_p frente a I_d para la sonda U, para un plasma de Argon.

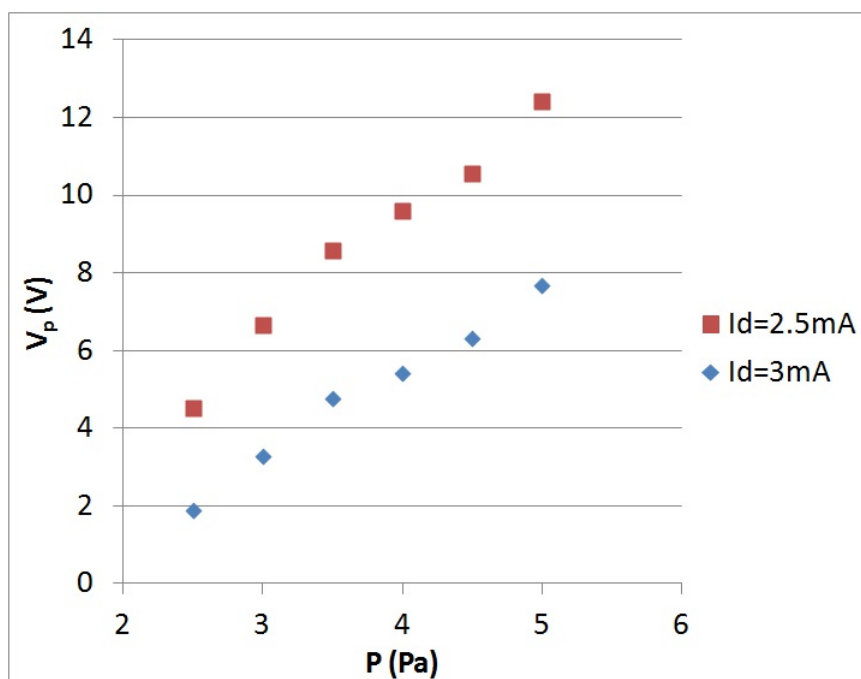


Figura 5.18: Representación de V_p frente a P para la sonda U, para un plasma de Argon. $I_d = 2,5$ mA e $I_d = 3$ mA.

■ Sonda cilíndrica D

El comportamiento del potencial del plasma medido por la sonda D es similar al de la sonda U. Los valores para el potencial del plasma medido con la sonda D son inferiores a los medidos por la sonda U debido a la diferencia posicional de ambas ya comentada anteriormente (ver Fig. 5.19).

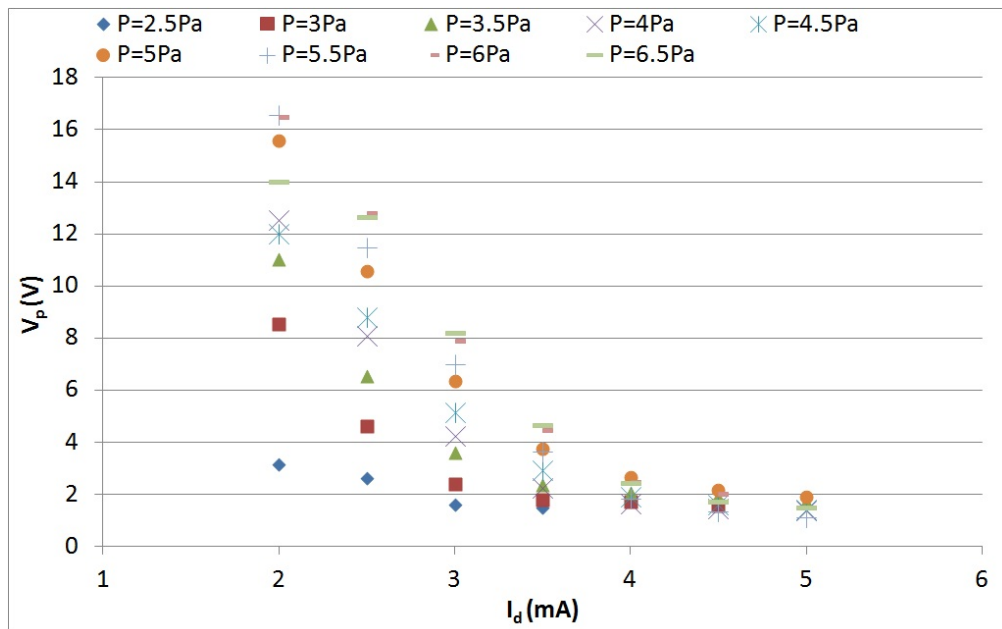


Figura 5.19: Representación de V_p frente a I_d para la sonda D, para un plasma de Argon.

La Fig. 5.20 muestra la representación del el potencial del plasma frente a la presión, para una intensidad interelectródica fija, para la sonda D. Vemos que presenta el mismo comportamiento lineal que para los casos de la sonda del PSM y la sonda U.

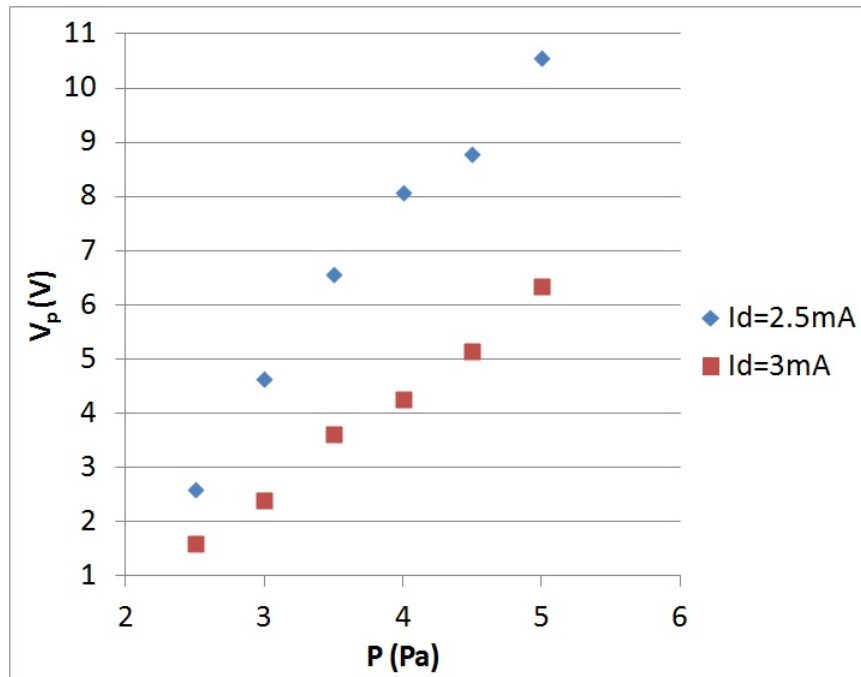


Figura 5.20: Representación de V_p frente a P para la sonda D, para un plasma de Argon. $I_d = 2,5$ mA e $I_d = 3$ mA.

Si comparamos los potenciales del plasma medidos por las 3 sondas (las dos cilíndricas y la sonda plana del PSM) para una presión de 5 Pa, de acuerdo con la Fig. 5.21, se puede ver que a medida que aumenta la intensidad interelectródica va disminuyendo la diferencia entre los potenciales del plasma medidos por dichas sondas. De manera que, para intensidades interelectródicas bajas, la diferencia entre los potenciales del plasma medidos por las sondas de Langmuir y por la sonda plana del PSM llega a ser del orden de 10 V, mientras que esta diferencia para intensidades interelectródicas mayores a 4 mA se hace estable y del orden de 1 V. Para el ejemplo que se ha venido estudiando en este trabajo, $P = 6$ Pa e $I_d = 2,5$ mA, este hecho se hace explícito, ya que, mientras las sondas de Langmuir miden unos potenciales del plasma de 13,78 V para la sonda U y 12,81 V para la sonda D, la sonda plana del PSM mide un $V_p = 0,82$ V.

Esta diferencia es debida a la propia geometría de la descarga y al campo eléctrico generado en ella.

Para intensidades interelectródicas mayores a 4 mA la descarga se hace

más uniforme en la cámara de descarga y, por tanto, el plasma que hay en el centro de la descarga es similar al que se encuentra en el lugar dónde se coloca el PSM, es por ello que los potenciales del plasma medidos por las tres sondas, para estas condiciones, son similares.

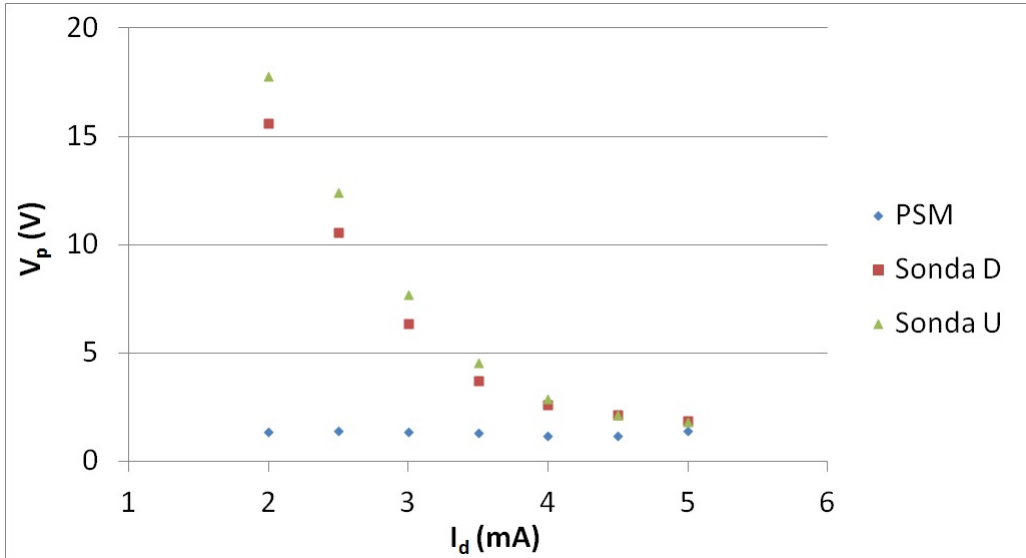


Figura 5.21: Comparación de V_p para $P = 5$ Pa entre las sondas electrostáticas cilíndricas y la sonda plana, para un plasma de Argon.

La densidad electrónica, Fig. 5.22 y 5.23, se ha obtenido de la integración directa de la EEDF para todos los casos (que como dijimos en su momento, es la forma de obtener la densidad para cualquier tipo de EEDF y por tanto la que nos da el valor de referencia).

Más adelante se estudiará la temperatura electrónica para ambas sondas cilíndricas y finalmente se estudia la temperatura y el parámetro A que mide la sonda plana (orificio del DEPA).

■ Sonda U

La densidad electrónica que se presenta en la Fig. 5.22 es la medida por la sonda U. Existe una clara dependencia lineal entre la densidad electrónica y la intensidad interelectrónica, siendo magnitudes directamente proporcionales, como predicen los modelos teóricos.

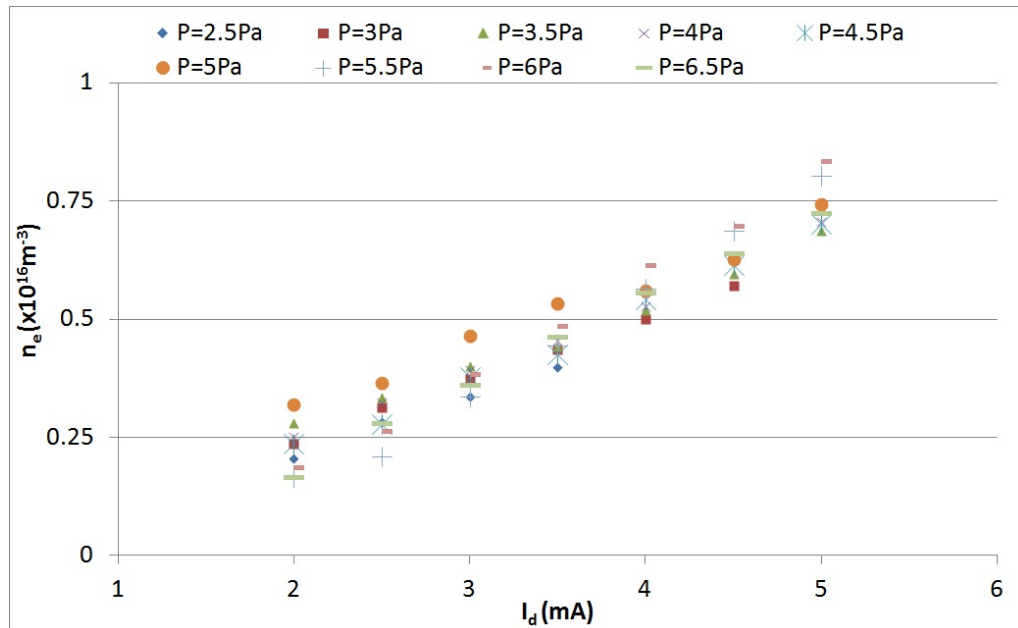


Figura 5.22: Representación de n_e frente a I_d de la sonda U, para un plasma de Argon.

■ Sonda D

Para la sonda electrostática junto al DEPA, la densidad electrónica presenta un comportamiento similar a la sonda U, mostrándose ambas magnitudes proporcionales.

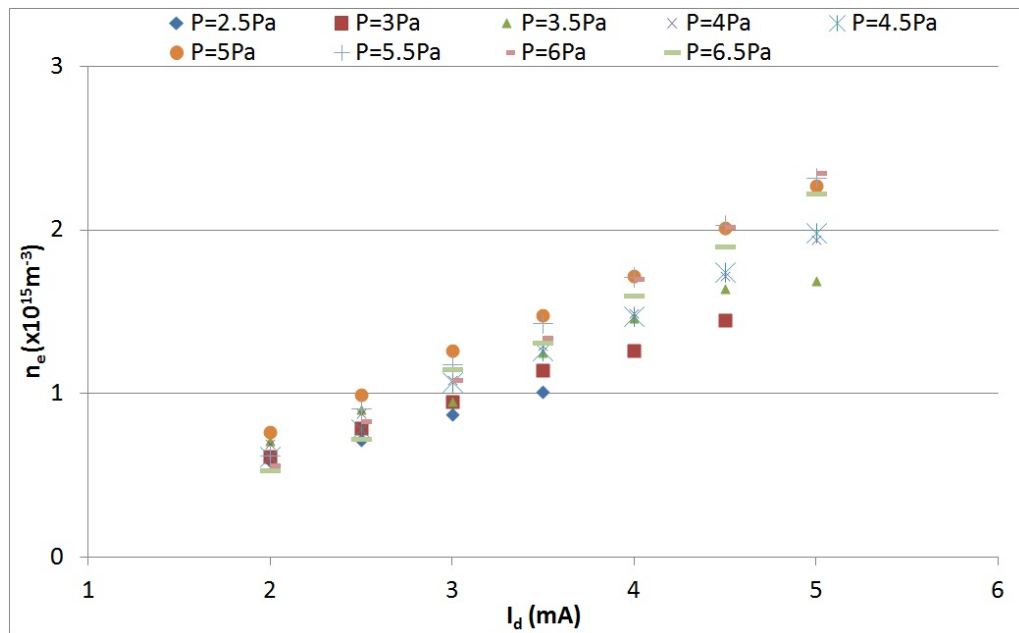


Figura 5.23: Representación de n_e frente a I_d de la sonda D, para un plasma de Argon.

La temperatura electrónica se presenta a continuación en las Fig. 5.24 y 5.25. Estas temperaturas se han obtenido a partir de la energía media de los electrones obtenida por integración de la EEDF experimental, que para este trabajo es el valor de referencia, como se comentó en el apartado 4.7. Para poder obtener esta temperatura electrónica, ha de suponerse que la función de distribución es Maxwelliana, que de hecho lo es (sección 5.4), ya que de otra manera no podríamos definir una temperatura.

■ Sonda U

En la Fig. 5.24 podemos ver que a medida que aumenta la intensidad interelectrónica la temperatura cae ligeramente.

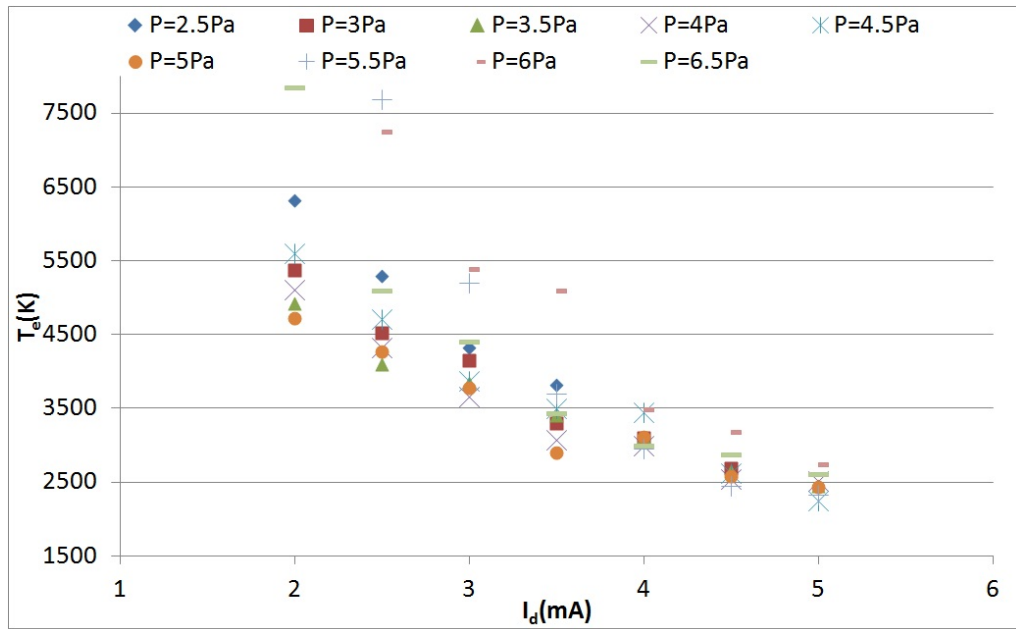


Figura 5.24: Representación de T_e frente a I_d para la sonda U, para un plasma de Argon.

■ Sonda D

Para el caso de la sonda D el comportamiento de la temperatura electrónica es idéntico al de la sonda U. La diferencia con la anterior son los propios valores de la temperatura, que en este caso son mayores porque los electrones que llegan a la sonda D (situada en las afueras del plasma) son los de alta energía, debido a que los de baja energía se recombinan antes de abandonar el centro de la descarga. Por tanto, la temperatura electrónica medida con la sonda D es mayor que la medida con la sonda U.

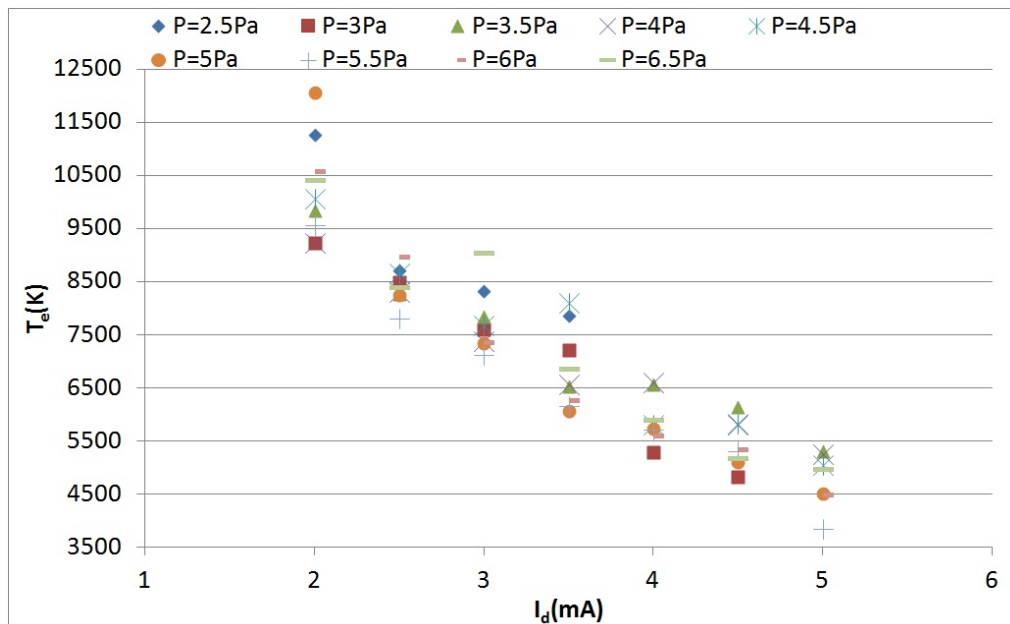


Figura 5.25: Representación de T_e frente a I_d para la sonda D, para un plasma de Argon.

■ Sonda plana (orificio del DEPA)

A continuación se verá tanto la constante A , relativa a la normalización de la IEPDF, como la temperatura de iones Ar^+ , T_i . Ambas se obtienen por integración directa de la IEPDF.

● Parámetro A .

La IEDF está normalizada a la densidad iónica. El problema es que no se puede medir dicha densidad porque no medimos la intensidad de iones recogidos por la sonda sino una magnitud que resulta proporcional a dicha intensidad. Al dividir la IEDF por la constante A para normalizarla y obtener la IEPDF, resulta que A es proporcional a la densidad iónica.

El comportamiento lineal de la constante A con la intensidad interelectrónica se pone de manifiesto en la Fig. 5.26. Este comportamiento lineal permite afirmar que efectivamente la constante A es proporcional a la densidad del ion Ar^+ en el plasma.

Para su representación se ha tomado el intervalo de I_d que va de los 2 mA a los 5 mA por ser el intervalo donde queda reflejado más explícitamente el comportamiento lineal que guarda A con la I_d .

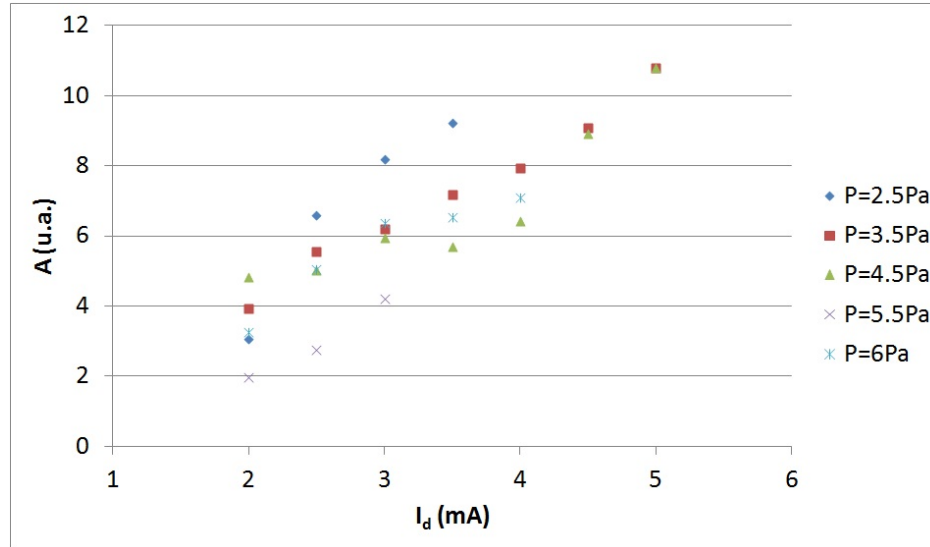


Figura 5.26: Representación de A frente a I_d a partir de la sonda del PSM (orificio del DEPA), para un plasma de Argon.

- Temperatura iónica:

La Fig. 5.27 muestra el comportamiento de la temperatura iónica, T_i , para las distintas presiones e intensidades interelectrónicas que se han estudiado. Estos valores son calculados a partir de la ecuación: $T_i = \frac{2}{3} \int_0^\infty E f_E(E) dE$. Esta integración es llevada a cabo por el Instrumento Virtual que realiza la integración de la IEPDF multiplicada por la energía media de los iones, mediante el método de integración de los trapecios.

La temperatura iónica, cuando la presión es menor de 5 Pa, presenta un comportamiento lineal frente a la intensidad interelectrónica.

Las temperaturas iónicas obtenidas van de los 1000 K a los 4000 K, siempre por debajo de la temperatura electrónica para esas mismas condiciones del plasma. La temperatura iónica es más alta

de lo que se esperaba y por ello proponemos un mecanismo que explica ese calentamiento. Por un lado, como se puede ver en la Fig. 5.21, la diferencia en el potencial del plasma entre la sonda D y la sonda del PSM es como mínimo 0,15–0,45 V, dependiendo de la corriente de descarga. Por otro lado, la distancia entre la posición de ambas sondas es de unos 5 mm, comparable al camino libre medio para iones y neutros, $\lambda_{i-n} = 2$ mm, para una presión de 4 Pa [Gudmundsson J. T., 1999]. Por lo tanto, podemos concluir que los iones en los alrededores del DEPA se aceleran desde la sonda D hasta la entrada del DEPA, adquiriendo una energía como mínimo de 0,1 – 0,25 eV por encima de la temperatura ambiente.

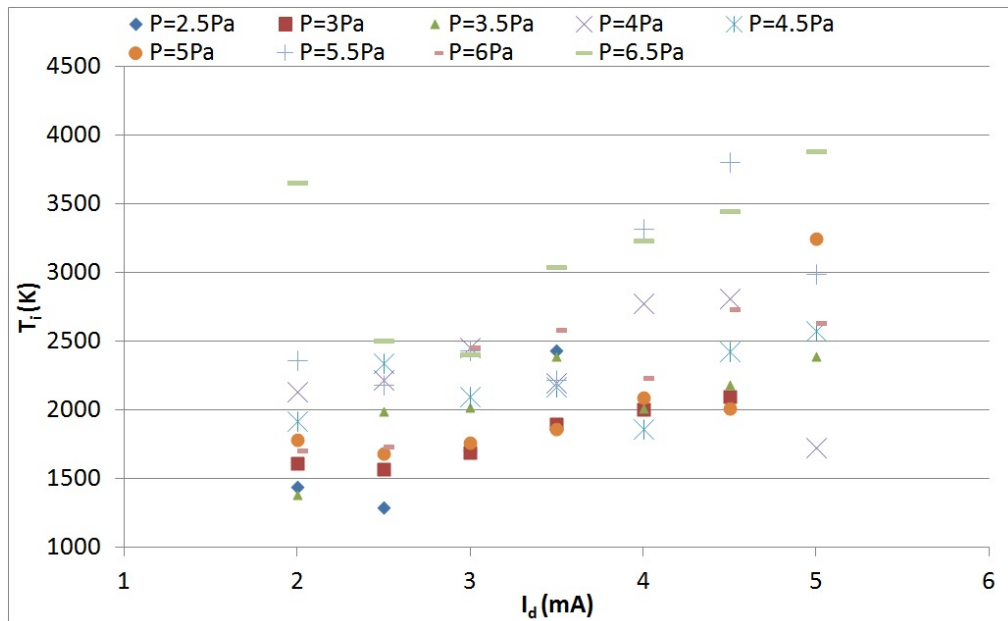


Figura 5.27: Representación de T_i frente a I_d a partir de la sonda del PSM (orificio del DEPA), para un plasma de Argon.

El método propuesto para el estudio de un plasma de Argon está publicado [Lucena-Polonio M. V. et al., 2011].

5.7. Resultados para un plasma de Helio

El método desarrollado es válido para cualquier tipo de plasma a baja presión, lo que nos permite analizar otro tipo de plasma como el generado en una descarga de Helio. Para el gas Helio, las condiciones de medida elegidas van de 3 a 6 Pa en presión y de 3 a 7 mA en intensidad interelectródica.

5.7.1. Sonda plana (orificio del DEPA)

En primer lugar, veremos la curva característica $I_i - V$ de la sonda plana para el ion He^+ (Fig. 5.28) medidas para un plasma de $P = 5$ Pa e $I_d = 6$ mA, que será el que nos sirva como ejemplo para todo el análisis. Los parámetros de suavización para la obtención de la curva característica $I_i - V$ de la Fig. 5.28 son: 70 para la desviación estándar y 1 para el número de iteraciones.

La curva característica $I_i - V$ presenta una clara saturación iónica, propia de las sondas planas [Swift J. D. and Schwar M. J. R., 1970]. La resolución en potencial de la curva característica $I_i - V$ es de unos 3,3 mV.

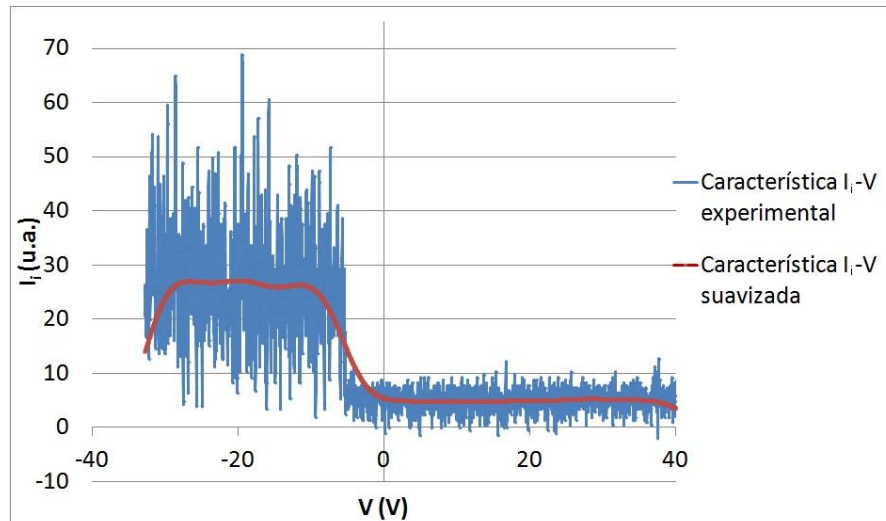


Figura 5.28: Curva característica $I_i - V$ de la sonda plana (orificio del DEPA) suavizada (rojo) y experimental (azul), para un plasma de Helio. $P = 5$ Pa e $I_d = 6$ mA.

El siguiente paso consiste en calcular las derivadas primera y segunda de la curva característica de la Fig. 5.28. La Fig. 5.29 muestra las derivadas de

la curva característica $I_i - V$ de la sonda plana. Se puede obtener el potencial del plasma de la condición $d^2I/dV^2 = 0$ y para el caso particular que estamos estudiando nos da un valor de $V_p = -4,9$ V.

Una vez que se tiene la segunda derivada estamos en condiciones de obtener la IEPDF (Fig. 5.30). La IEPDF tiene una resolución de 3,3 mV. Se trata de una función de distribución Maxwelliana y se comprueba a partir de la representación $\ln d^2I_i/dV^2$ frente a V , ya que d^2I_i/dV^2 es una función proporcional a la función de distribución de velocidades, ver Fig. 5.31. Aunque dicha representación muestra alguna irregularidad al comienzo de la misma, presenta un comportamiento lineal en el intervalo de potencial donde se obtiene la IEPDF, lo que permite afirmar que la función de distribución es de tipo Maxwelliano.

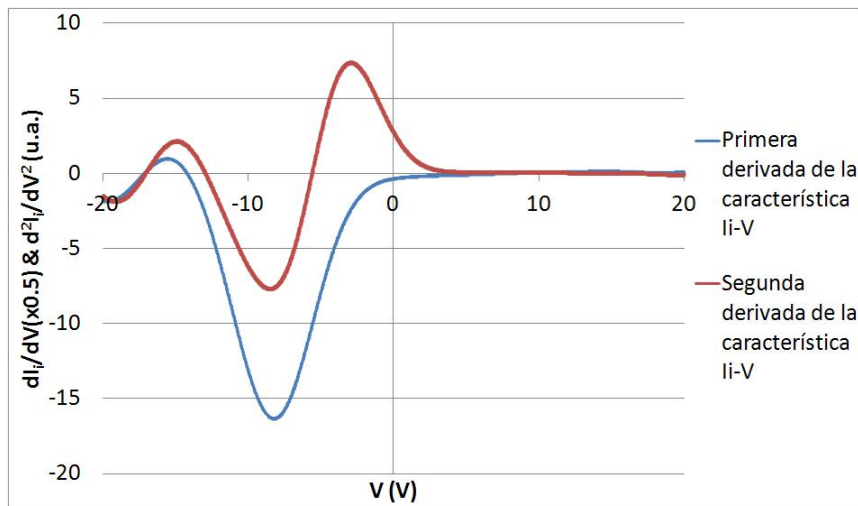


Figura 5.29: Derivadas primera (azul) y segunda (roja) de la curva característica $I_i - V$, para un plasma de Helio. $P = 5$ Pa e $I_d = 6$ mA.

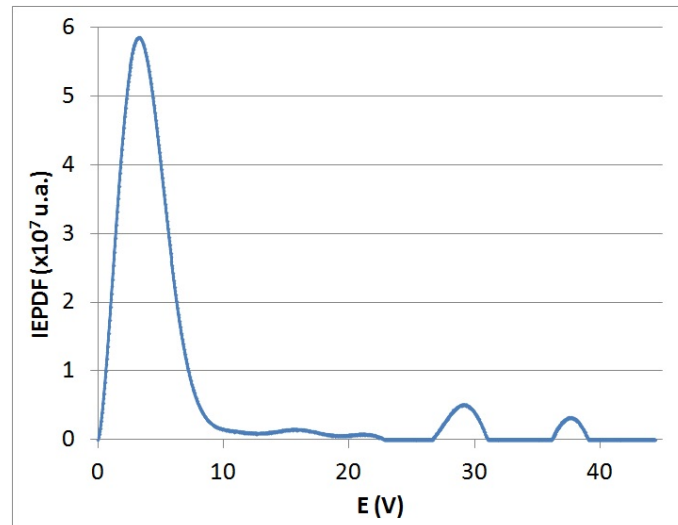


Figura 5.30: EIPDF para el ion He^+ en un plasma de Helio. $P = 5$ Pa e $I_d = 6$ mA.

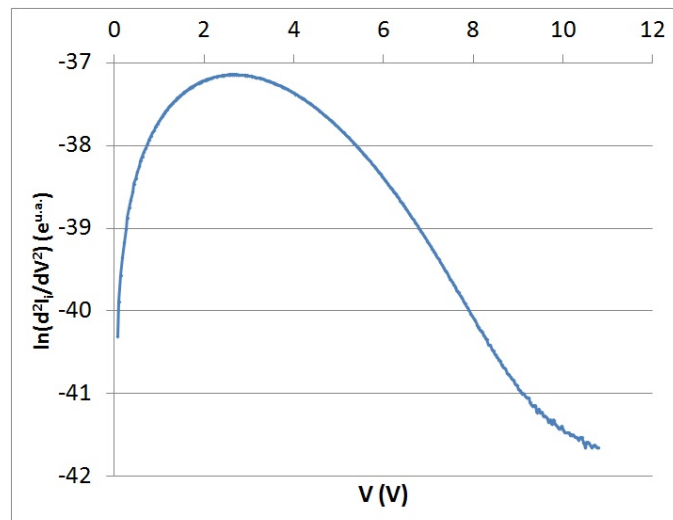


Figura 5.31: Representación del $\ln(d^2I_i/dV^2)$ frente a V , para un plasma de Helio. $P = 5$ Pa e $I_d = 6$ mA.

Para terminar con el estudio de la sonda plana, se analizan los resultados obtenidos para cada una de las condiciones del plasma y se comparan, cuando

es posible, con los obtenidos para el plasma de Argon. En primer lugar, se estudia el potencial del plasma obtenido para cada una de las condiciones que se han medido.

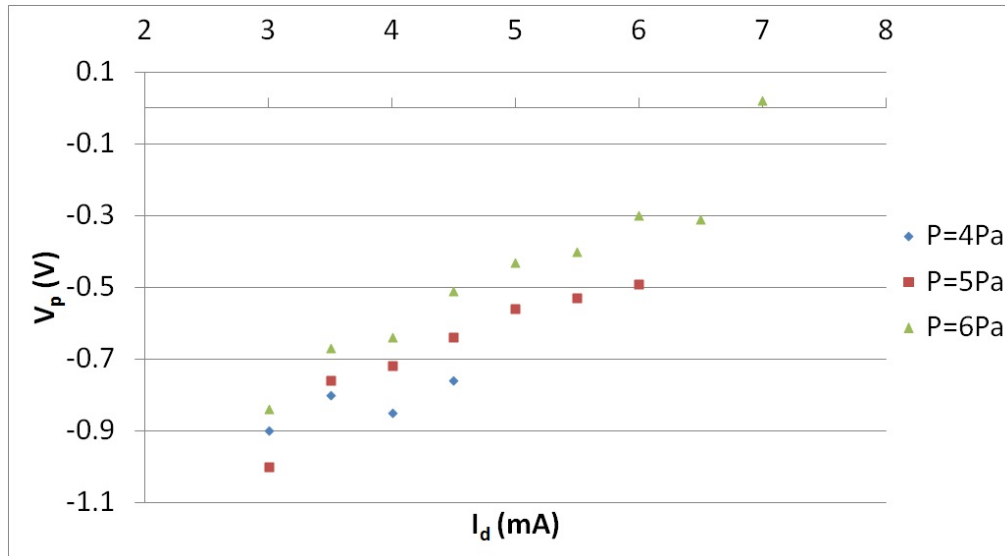


Figura 5.32: Representación de V_p frente a I_d a partir de la sonda del PSM (orificio del DEPA) para un plasma de Helio.

Como ilustra la Fig. 5.32 el potencial del plasma medido a partir de la sonda plana del PSM (obtenido de la condición $d^2I/dV^2 = 0$) presenta un comportamiento lineal con la I_d .

Al igual que para el caso del plasma de Argon, no podemos medir la densidad iónica en el caso del plasma de Helio. Si podemos medir, el parámetro A , Fig. 5.33. A presenta un comportamiento lineal con respecto a la I_d , por tanto, será proporcional a la densidad de iones de He^+ , al igual que ocurría para el plasma de Argon.

En cuanto a la representación de la temperatura iónica, T_i , frente a la intensidad interelectrónica, I_d , presenta ruido, como se muestra en la Fig. 5.34 y, por tanto, no podemos concluir ninguna dependencia clara entre ambas magnitudes. La temperatura se obtiene de la integración de la IEPDF.

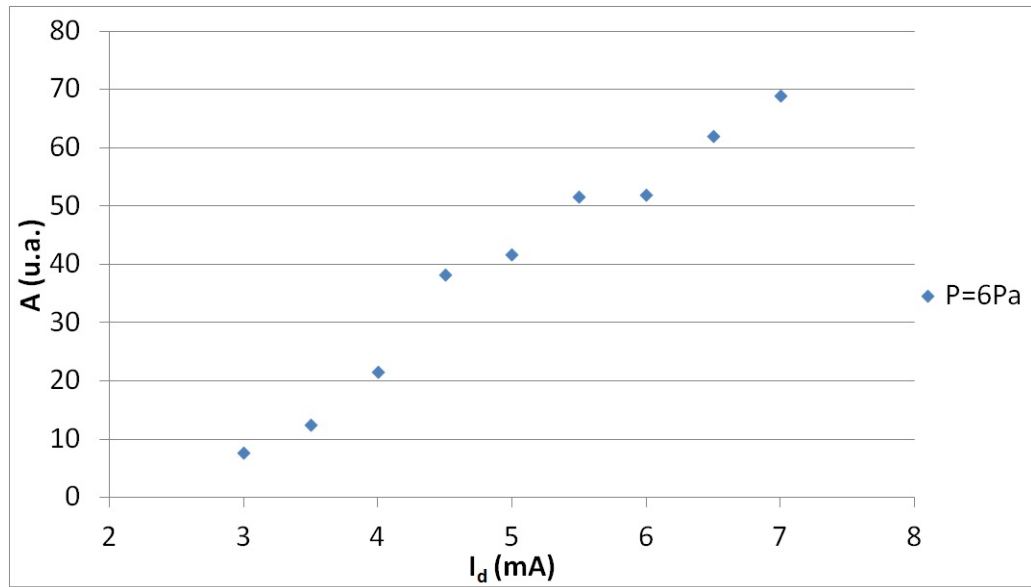


Figura 5.33: Representación de A frente a I_d a partir de la sonda del PSM (orificio del DEPA), para un plasma de Helio.

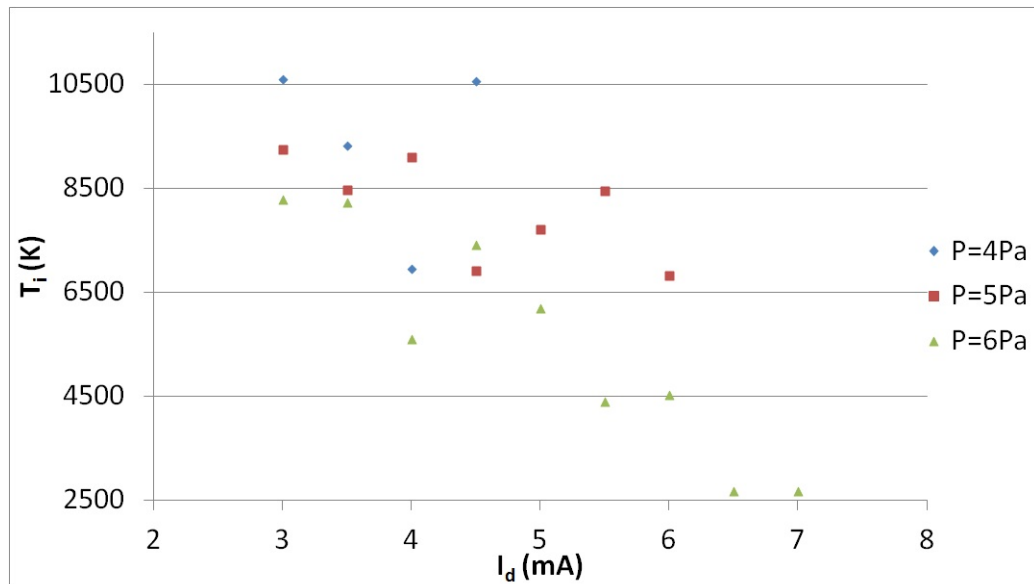


Figura 5.34: Representación de T_i frente a I_d a partir de la sonda del PSM (orificio del DEPA), para un plasma de Helio.

5.7.2. Sondas de Langmuir

Al igual que para el plasma de Argon, para el plasma de Helio se ha medido con las sondas de Langmuir en las mismas condiciones para las que se ha medido con el PSM.

A continuación, se muestran los resultados obtenidos para ambas sondas electrostáticas de geometría cilíndrica. Para ambas sondas, U y D, el potencial del plasma (Fig. 5.35 y 5.38, respectivamente) presenta bastante ruido.

Las densidades electrónicas medidas por las sondas U y D, Fig. 5.36 y 5.39, presenta un comportamiento lineal frente a la intensidad interelectródica como también ocurría para el caso del plasma de Argon.

En cuanto a la temperatura electrónica medida con la sonda U, Fig. 5.37, presenta un comportamiento similar a las temperaturas electrónicas medidas en un plasma de Argon. La temperatura electrónica medida con la sonda D, Fig. 5.40, disminuye a medida que aumenta la intensidad interelectródica pero no se puede decir que de igual forma que para la sonda U.

■ Sonda U

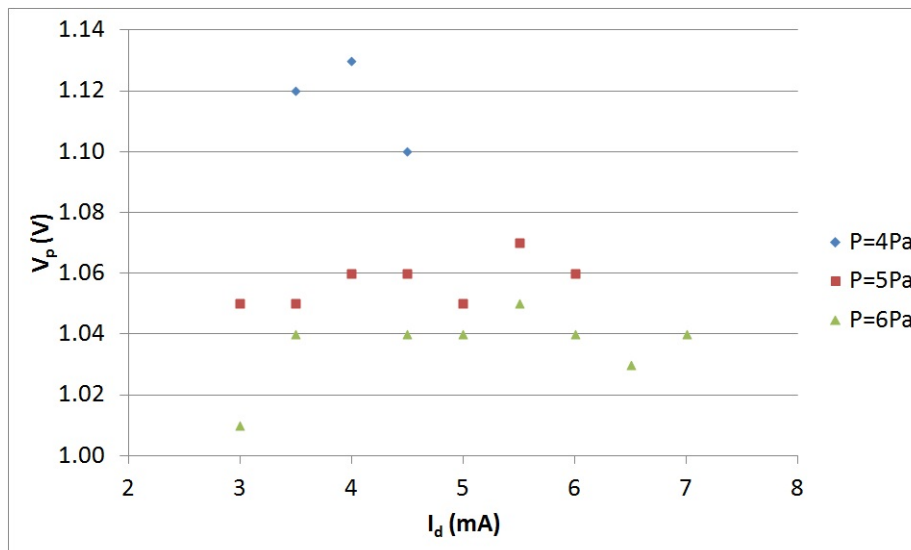


Figura 5.35: Representación de V_p frente a I_d a partir de la sonda de la sonda U, para un plasma de Helio.

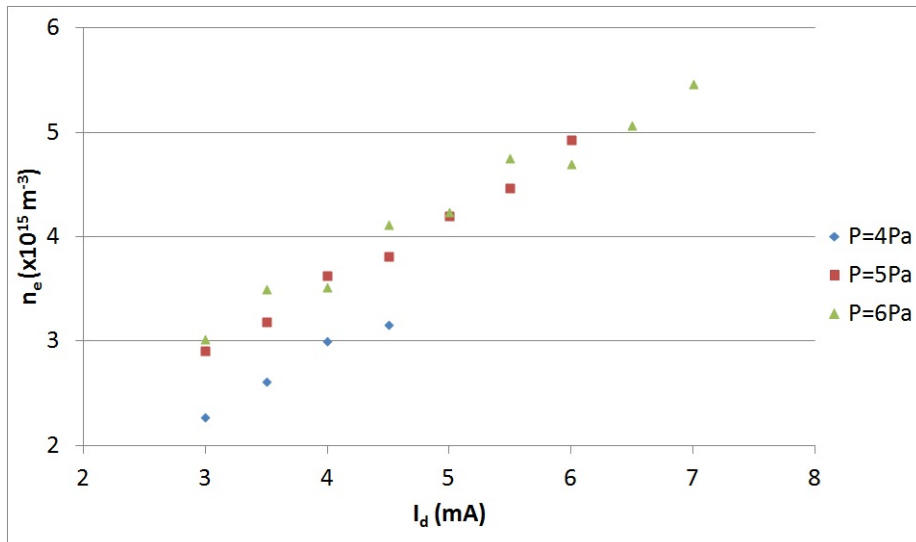


Figura 5.36: Representación de n_e frente a I_d a partir de la sonda de la sonda U, para un plasma de Helio.

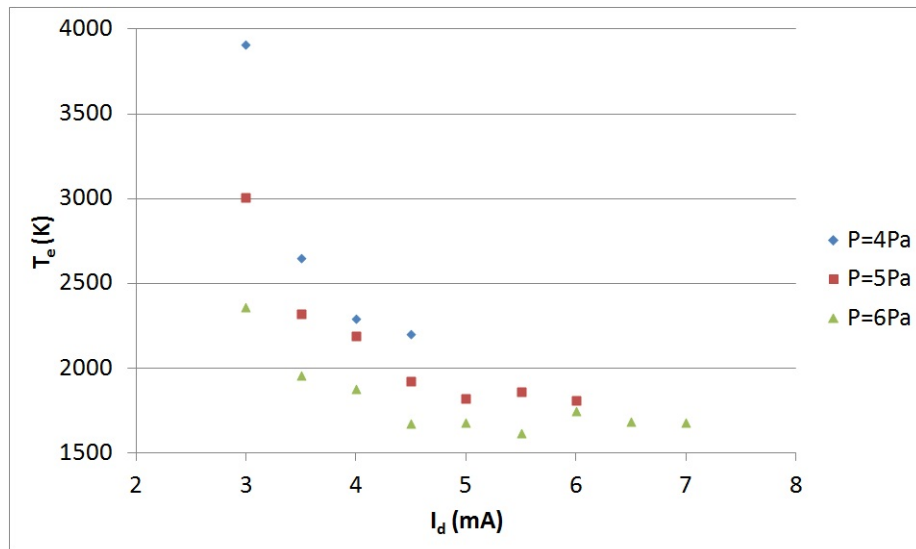


Figura 5.37: Representación de T_e frente a I_d a partir de la sonda de la sonda U, para un plasma de Helio.

■ Sonda D

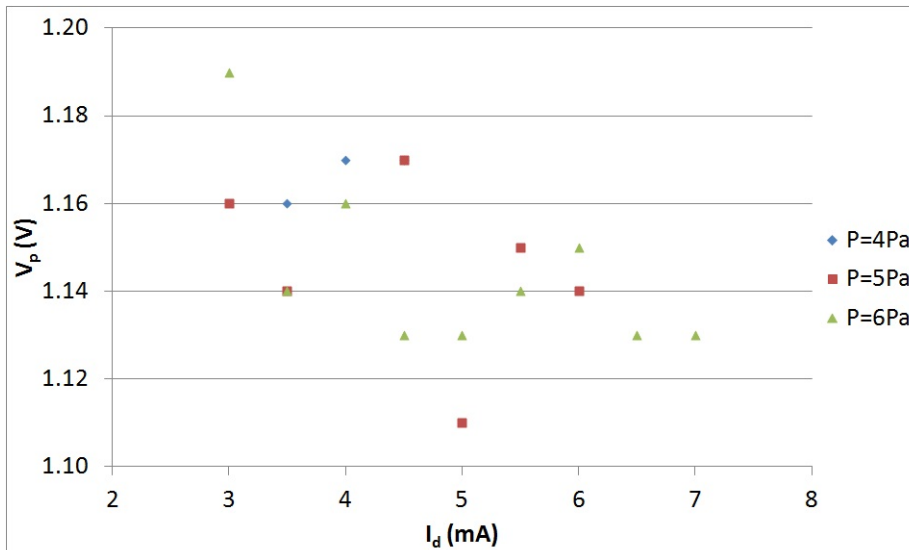


Figura 5.38: Representación de V_p frente a I_d a partir de la sonda de la sonda D, para un plasma de Helio.

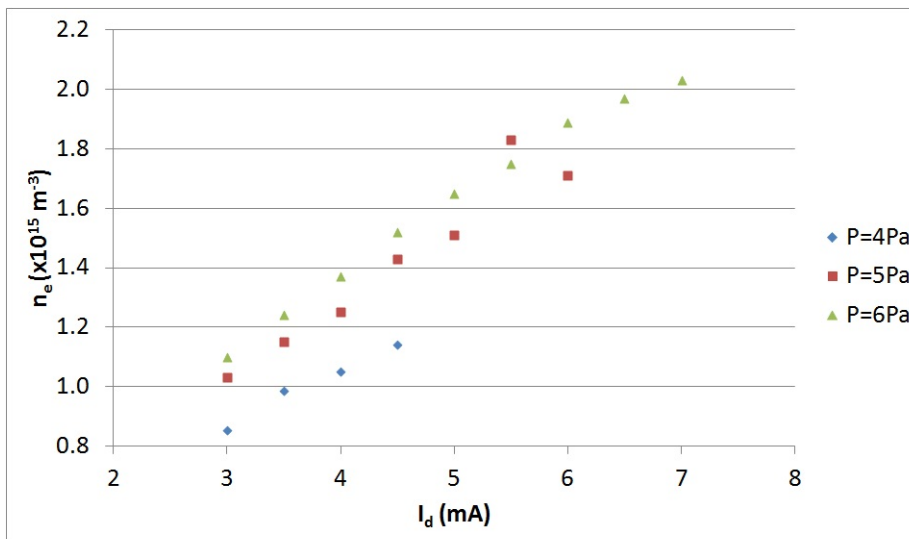


Figura 5.39: Representación de n_e frente a I_d a partir de la sonda de la sonda D, para un plasma de Helio.

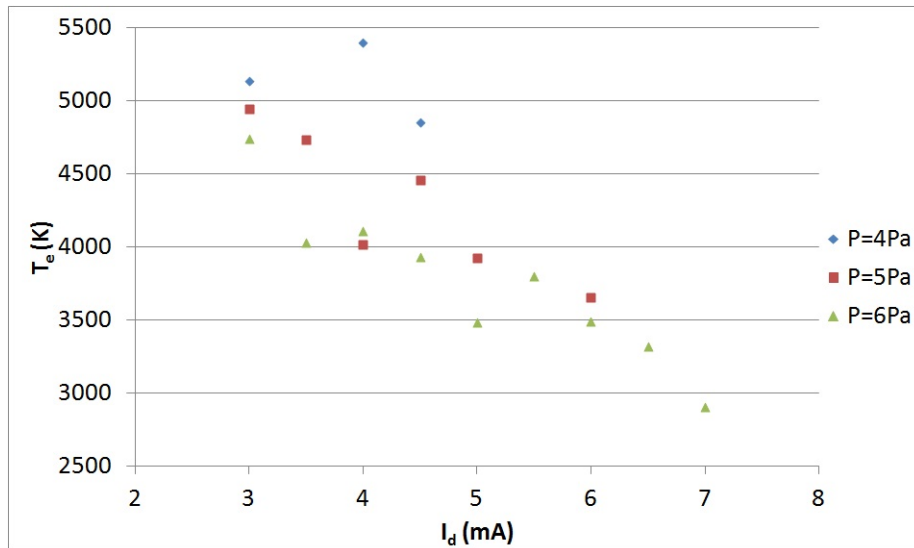


Figura 5.40: Representación de T_e frente a I_d a partir de la sonda de la sonda D, para un plasma de Helio.

5.8. Resultados para un plasma de aire

Como el objetivo del trabajo es encontrar un nuevo método de análisis de plasmas usando como instrumento un espectrómetro de masas, y no el análisis de un plasma en concreto, se decidió usar para tal propósito, como plasma modelo/patrón el plasma de Argon (plasma electropositivo), obteniéndose resultados satisfactorios. No obstante, se ha hecho un estudio con un plasma electronegativo, llegando a conclusiones similares a las del plasma electropositivo. Así, se puede concluir, que el método que se describe en este trabajo es un método general susceptible de ser usado para cualquier tipo de plasma. Hasta ahora nos hemos ocupado del análisis de iones positivos en exclusiva, pero se sabe que un plasma consta en general de iones positivos y negativos, además de electrones en su composición. De esta forma, el estudio del plasma sería completo, ya que se puede hacer el análisis de los iones positivos, negativos y electrones.

Ya que la investigación de plasmas electronegativos está todavía en desarrollo, no se ha realizado un estudio tan completo como para el caso de los plasmas electropositivos, no obstante es de interés mostrar los resultados con los que se cuenta hasta ahora.

Se ha elegido un plasma de aire, que contiene iones negativos y, entre ellos, el NO_2^- , ion que será estudiado en este trabajo. Para el ejemplo que se va a exponer las condiciones del plasma son: $P = 10$ Pa e $I_d = 10$ mA.

La Fig. 5.41 muestra los resultados obtenidos para el ion NO_2^- , en un plasma de aire. La curva característica $I_i - V$ de la sonda plana para el ion NO_2^- está invertida respecto de la curvas características $I_i - V$ del ion Ar^+ presentadas anteriormente, debido a que ambas partículas tienen distinta carga. Esta característica $I_i - V$ se ha obtenido para unos valores de suavización de 4 para la desviación estándar y de 2 para el número de iteraciones. La resolución en potencial es de unos 0,1 V.

Las derivadas primera y segunda correspondientes a la curva característica $I_i - V$ también se pueden ver en la Fig. 5.41, de donde se obtiene el potencial del plasma a partir de la condición $d^2I/dV^2 = 0$. El potencial del plasma obtenido en este caso particular es $V_p = 10,44$ V.

Finalmente, se muestra la IEDF del ion NO_2^- obtenida para el caso de un plasma de aire con las condiciones indicadas al principio de este apartado. Se trata también de una función Maxwelliana, ya que la representación del $\ln(d^2I_i/dV^2)$ frente al V presentan un comportamiento lineal en el rango de valores del potencial en el que se obtiene la función de distribución, debido a que d^2I_i/dV^2 es una función proporcional a la función de distribución de velocidades, (ver Fig. 5.41), aunque presente alguna deformación debida a los parámetros de suavización elegidos al comienzo de dicha representación. La resolución que proporciona el método propuesto para la IEPDF es de 0,07 V.

Hasta aquí el estudio de plasmas electronegativos, que como se ha dicho está en desarrollo.

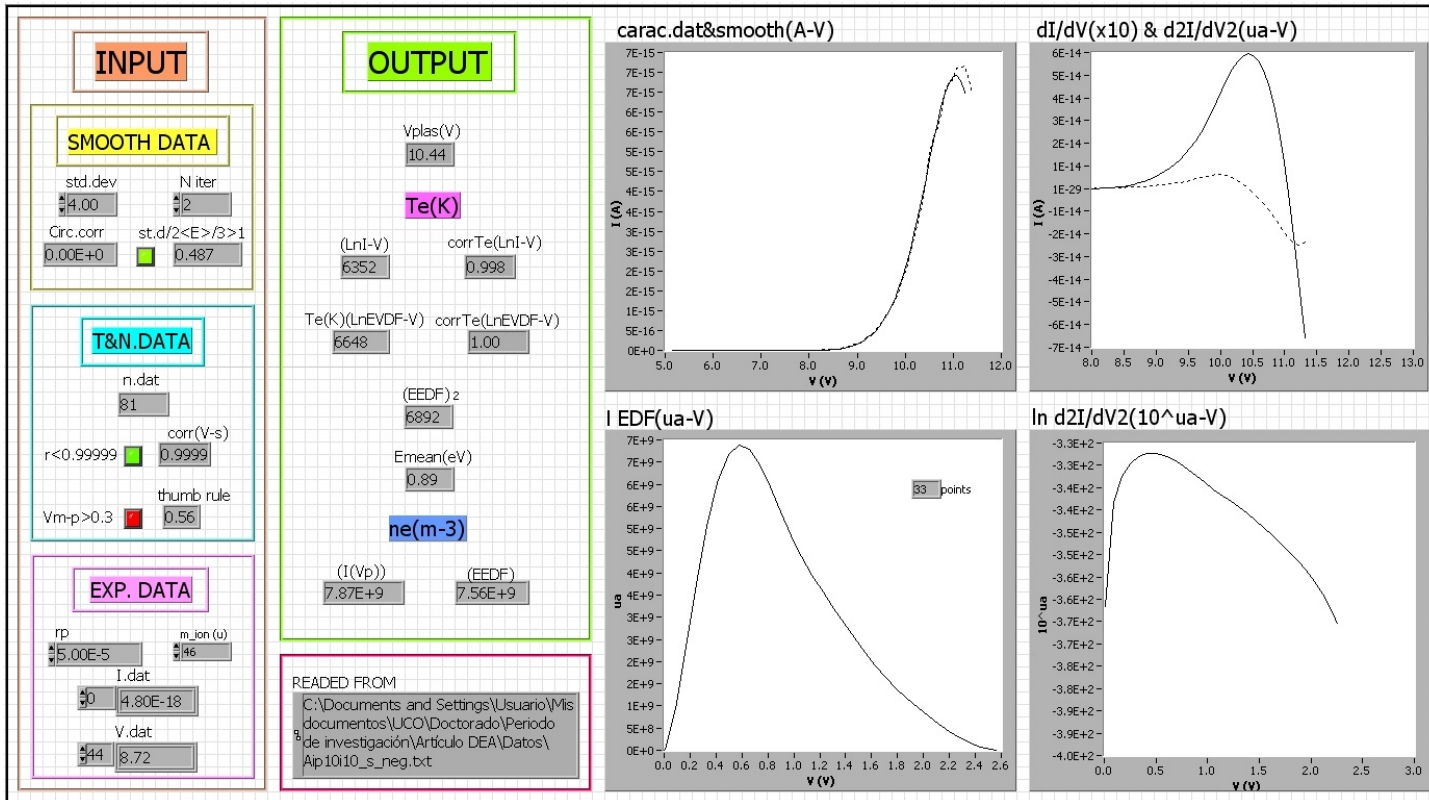


Figura 5.41: Resultados obtenidos para un plasma de aire de la medida de la curva característica $I_i - V$ para el ion NO_2^- . $P = 10$ Pa e $I_d = 10$ mA.

Capítulo 6

Conclusiones

6.1. Conclusions

We have proposed a method to measure a function related to the $I_i - V$ characteristic of a plane probe of several ion species in low-pressures plasmas, in particular, in Argon, Helium and Oxigen plasmas. From that function, the plasma potential, the corresponding ion energy probability distribution function (IEPDF) and the ion temperature are obtained. The IEPDF values measured by this method are more accurate than those obtained from classical mass spectrometry methods. This is important when low ion temperature plasmas are studied. Moreover we conclude that, for our plasma, the IEPDF can approach a Maxwellian distribution function in our discharge. Finally, all the measurement processes are controlled by a self-made Virtual Instrument developed in the *LabVIEW*[®] environment.

In addition, we have checked the validity of the proposed method in three different ways, in a Ar plasma.

Conclusions:

- An exhaustive bibliographical review has been performed about the background and current status of the various relevant theories related to the object of study of this work: the ion sheath which is formed around a metallic conductor immersed in a neutral plasma.
- An experimental device has been developed in order to generate low pressure DC discharge plasmas of both electropositive and electronegative gases such as argon, helium and air. This device is very suitable

for this study due to its stability and as it provides a referente electrode that facilitates the measurement process. Moreover, the discharge conditions are easily controlled and repeatable.

- It has been placed and arranged, inside the discharge device, a Hiden Analytical Sampling Plasma Mass Spectrometer PSM003 ion analyser, which is provided with a Driven Electrode Probe Accessory (DEPA) which allows biasing the mass spectrometer probe entrance.
- By using the ion analyser, a new device for the measurement of the ion current to voltage characteristic curve ($I_i - V$) for each ion species composing the plasma has been designed. The orifice at the entrance of the PSM003 located on the DEPA behaves like a plane Langmuir probe, since the orifice size is smaller than the sheath thickness, and so, the irregularities in the electric field due to the orifice are shielded by the sheath.
- It has been studied both electropositive and electronegative plasmas. The following $I_i - V$ ion current to voltage characteristic curves have been measured: the one corresponding to the Ar^+ ion, in the argon plasma, the one corresponding to the He^+ ion, in the helium plasma and the one corresponding to the NO_2^+ ion in the air plasma. From these $I_i - V$ characteristic curves, different parameters characterizing the plasma have been obtained such as the plasma potential, the IEPDF and the ion temperature of each ion species.
- A virtual instrument (VI) has been developed by using the *LabVIEW*[®] graphic programming language, which automatically measures the $I_i - V$ ion current to voltage characteristic curve of each of the ion species to be studied. In the same way, the VI allows obtaining the mentioned plasma parameters: plasma potential, IEPDF and ion temperature of each ion species.
- Two Langmuir probes have been placed inside the discharge device: one of them close to the PSM003 probe entrance and the other one in the plasma bulk. The plasma parameters measured by both Langmuir probes have been used to compare the results obtained from the PSM003.

- The goodness of the results obtained with the new measurement device, which measures the $I_i - V$ ion current to voltage characteristic curves of each ion species, have been verified by four different tests:
 - The values of the plasma potential obtained by the proposed method are very similar to those obtained from *HiddenAnalytical*[®] program that manages the PSM003.
 - A great similarity between the IEPDF obtained from the *HiddenAnalytical*[®] program which manages the PSM003 and the one obtained from the new method, which measures the $I_i - V$ ion current to voltage characteristic curve, is observed. The energy resolution of the IEPDF obtained from the new method is significantly larger than the one provided by the *HiddenAnalytical*[®] program.
 - It has been compared the plasma potential values obtained by using the new method applied to different ions species obtaining similar results, so that the plasma potential values do not depend on the selected ion species.
 - It has been tested that the plasma properties are not affected by the presence of the DEPA. For this test, the plasma potential obtained from the new method has been compared with the one obtained from the Langmuir probes, obtaining similar results. Moreover, it has been tested that the plasma potential measured by the Langmuir probes are not affected by the biasing potential of the DEPA for the biasing potentials used to obtain the IEPDF.
- The presented work has immediate applications in different technological processes, such as Plasma Assisted Chemical Vapour Deposition (PACVD), Sputtering, Ion Implantation, etc. This is because the probe of the PSM003, DEPA, plays the role of the substrate of the surface to be treated or modified by any of these techniques. Therefore, the study increases the knowledge about the ion species, their density and energy, that reach the surface, which may depend on the biasing potential of the probe / substrate. This information allows controlling the deposition or removal of ions, so that the features to be achieved in the surface of the final products of the technological process can be improved.

6.2. Conclusiones

Se ha propuesto un método para medir la curva característica $I_i - V$ de una sonda plana de varias especies iónicas en plasmas a baja presión, en concreto, para plasmas de Argon, Helio y Oxígeno. De esa función, hemos obtenido el potencial del plasma, la función de distribución iónica de probabilidad de energía (IEPDF) y la temperatura de los iones. Los valores obtenidos a partir de la IEPDF por este método son más precisos que los obtenidos a partir de los métodos clásicos de espectrometría de masas. Esto es importante para el estudio de los iones de los plasmas a baja temperatura. Por otra parte se concluye que, para nuestro plasma y la descarga utilizada, la IEPDF es de tipo Maxwelliana. Finalmente, todos los procesos de medición se controlan mediante un instrumento virtual desarrollado a tal efecto en el entorno *LabVIEW*[®].

Además, hemos comprobado la validez del método propuesto de tres maneras diferentes para el caso particular de un plasma de Argon.

Conclusiones:

- Se ha realizado una exhaustiva revisión bibliográfica sobre los antecedentes y la situación actual de las distintas teorías más relevantes relacionadas con el objeto de estudio del presente trabajo: la vaina iónica que se forma en torno a un conductor metálico cuando éste es sumergido en el interior de un plasma.
- Se ha desarrollado un dispositivo experimental para la generación de los plasmas DC a baja presión de gases tanto electropositivos como electronegativos, tales como Argón, Helio y Aire. Este dispositivo es muy adecuado para este estudio debido a su estabilidad y a que aporta un electrodo de referencia que facilita el proceso de medida. Por otra parte, las condiciones de la descarga son fácilmente controlables y reproducibles.
- Se ha dispuesto y puesto a punto en el interior de dicho dispositivo de descarga un sistema de análisis de iones Hiden Analytical Sampling Plasma Mass Spectrometer PSM003 por espectrometría de masas, provisto del accesorio de polarización de la sonda, Driven Electrode Probe Accessory (DEPA).
- Utilizando dicho sistema de análisis de iones, se ha diseñado un novedoso dispositivo para la medida de la curva característica $I_i - V$ de las

distintas especies iónicas más representativas que componen los diferentes plasmas que se han estudiado. La sonda correspondiente consiste en el orificio de entrada al PSM003 ubicado en el DEPA, que se comporta como una sonda plana ya que, como el tamaño de dicho orificio es inferior al espesor de la vaina, las irregularidades en el campo eléctrico debidas a dicho orificio son apantalladas por la vaina.

- Concretamente se han estudiado plasmas tanto electropositivos como electronegativos y se han medido las curvas características $I_i - V$ de las especies de iones positivos Ar^+ , en el plasma de Argon, He^+ , en el plasma de Helio y NO_2^+ , en el plasma de Aire. A partir de estas curvas características $I_i - V$ de las especies iónicas seleccionadas se han obtenido diferentes parámetros que caracterizan el plasma, tales como el potencial del plasma, la IEPDF y la temperatura de cada una de dichas especies iónicas.
- Se ha desarrollado un Instrumento Virtual (VI) en el entorno de programación gráfica *LabVIEW*[®] que nos ayuda a realizar de forma automática la medida de la curva característica $I_i - V$ de las especies iónicas objeto de estudio. Asimismo, este VI nos permite la obtención de los demás parámetros del plasma anteriormente citados: el potencial del plasma y la IEPDF y la temperatura de las especies iónicas correspondientes.
- Se han dispuesto dentro del dispositivo de descarga dos sondas de Langmuir, una cerca de la sonda del PSM003 y otra en el seno del plasma. Los parámetros del plasma obtenidos a partir de dichas sondas han servido para contrastar los obtenidos a partir del PSM003.
- El acierto de los resultados obtenidos con este novedoso dispositivo de medida de las curvas características $I_i - V$ de las distintas especies iónicas en el plasma, se ha verificado mediante cuatro comprobaciones diferentes:
 - Los valores del potencial del plasma obtenidos según el método propuesto son muy similares a los obtenidos a partir del programa de *HidenAnalytical*[®] que gestiona el PSM003.
 - Asimismo, se observa gran similitud entre la IEPDF obtenida a partir del programa de *HidenAnalytical*[®] que gestiona el PSM003

con el obtenido a partir de la característica iónica $I_i - V$ obtenida con el método propuesto. La precisión en la medida de dicha IEPDF siguiendo el método propuesto es mucho mayor que la que aporta el programa de *HiddenAnalytical*[®].

- Se ha comparado que los valores del potencial del plasma obtenido siguiendo nuestro método para varias especies iónicas de un mismo plasma es muy similar, es decir, no depende del ion seleccionado.
 - Se ha comprobado que las condiciones del plasma no se ven afectadas por la presencia del DEPA. Para ello, se ha verificado que los potenciales del plasma medidos utilizando el método propuesto son similares a los obtenidos a partir de las curvas características $I - V$ de las sondas de Langmuir dispuestas en la descarga. Asimismo, estos valores del potencial del plasma obtenidos de las características $I - V$ de las sondas de Langmuir no dependen del potencial de polarización del DEPA en la zona de saturación iónica, donde se mide la IEPDF de las especies iónicas seleccionadas.
- El estudio realizado presenta aplicaciones tecnológicas inmediatas en diferentes procesos, tales como el Plasma Assisted Chemical Vapor Deposition (PACVD), Sputtering, Implantación Iónica, etc. Ello es debido a que la sonda del PSM003, DEPA, hace las veces de substrato cuya superficie se pretende acondicionar o modificar mediante cualquiera de estas técnicas. Por lo tanto, el estudio incrementa el conocimiento acerca del tipo, cantidad y energía de los iones que llegan a la superficie en función del potencial de polarización de dicha sonda/substrato. Esta información permite controlar la deposición o extracción de los iones de modo que se mejoren las características que se persiguen en la superficie de los productos finales del proceso tecnológico.

Índice de figuras

2.1. Función de distribución de Maxwell-Boltzmann.	24
2.2. Criterio supersónico positivo. Esquema de las diferentes regiones alrededor de una sonda metálica plana.	30
2.3. Densidad iónica de corriente positiva adimensional, J_+ , como función del potencial eléctrico adimensional, y , para una vaina electropositiva pura.	33
2.4. Corriente iónica en una sonda esférica y cilíndrica.	34
2.5. Corriente iónica en una sonda cilíndrica.	34
2.6. Curva característica I-V de una sonda electrostática de Langmuir.	37
2.7. Perfil de potencial de una sonda cilíndrica para varios valores de a	47
2.8. Curvas características $I - V$ de una sonda cilíndrica.	48
2.9. Sonin plot teórico para una $y_p = -25$ y varios valores de β (línea sólida) y Sonin plot experimental (triángulos, círculos y cuadrados) como función del correspondiente valor de β	52
2.10. Componentes de un espectrómetro de masas.	62
2.11. Espectrómetro de masas de cuadrupolo.	64
2.12. Filtro de Bessel del espectrómetro de masas.	66
2.13. Plasma Assisted Etching.	68
2.14. PACVD.	69
2.15. Sputtering.	70
2.16. Implantación.	71
3.1. Fotografía del dispositivo experimental para la medida de curvas características $I - V$ de una sonda electrostática de geometría cilíndrica y curvas características $I_i - V$ de una sonda plana por especies iónicas.	74

3.2.	Esquema del dispositivo experimental para la medida de curvas características $I - V$ de una sonda electrostática de geometría cilíndrica y curvas características $I_i - V$ de una sonda plana por especies iónicas.	75
3.3.	Fotografía de la cámara de vacío que contiene el plasma. . . .	76
3.4.	Esquema de la cámara y sus dimensiones (arriba). Esquema de la tapa de abajo de la cámara de vacío y sus dimensiones (abajo).	77
3.5.	Bombas rotatorias: VARIAN DS 602 (izquierda); PFEIFFER modelo DUO 2.5A (derecha).	79
3.6.	Bomba turbomolecular: PFEIFFER, modelo TMU 064, DN 63 CF-F.1P.	79
3.7.	Dispositivo controlador del Pirani (izquierda); Pirani modelo MKS HPS® 317 Convection-Enhanced Pirani Vacuum Sensor (derecha).	80
3.8.	Dispositivo controlador del Penning (izquierda); Penning modelo IKR 261 de PFEIFFER (derecha).	81
3.9.	Sistema de calentamiento, del PSM y la cámara de descarga, en funcionamiento.	82
3.10.	Sistema de regulación de presión modelo MKS Type 247D Four Channels Readout (izquierda). Cabezal Digital Mass Flow Controller MKS Type 1179B (derecha).	83
3.11.	Fuente de alimentación de alta tensión modelo KEPCO BHK 2000-0.1MG.	84
3.12.	Filtro de Bessel del espectrómetro de masas, modelo PSM. Imagen presentada por cortesía de Hiden Analytical, del PSM003 Manual, HA-085-050.	85
3.13.	Esquema del espectrómetro de masas, modelo PSM. Imagen presentada por cortesía de Hiden Analytical, del Manual Addendum, HA-085-531.	87
3.14.	Esquema del espectrómetro de masas con el detalle del cuadrupolo. Imagen presentada por cortesía de Hiden Analytical, tomada del Manual Addendum, HA-085-531.	88
3.15.	Esquema del MSIU, modelo HAL IV, que controla al espectrómetro de masas, modelo PSM. Conexiones. Imagen presentada por cortesía de Hiden Analytical, tomada del Manual Addendum, HA-085-641.	89

3.16. Cable de I/O que se conecta al Analogue Output (véase la Fig. 3.15.). La salida analógica del detector se corresponde con el conector BNC ANALOGUE OUT. Imagen presentada por cortesía de Hiden Analytical, del Manual Addendum, HA-085-641.	90
3.17. Esquema del Driven Electrode Probe Accesory (DEPA). Imagen presentada por cortesía de Hiden Analytical, Manual Addendum, HA-085-531.	91
3.18. Esquema de la conexión entre el espectrómetro de masas, modelo PSM, y el DEPA. Partes del DEPA. Imagen presentada por cortesía de Hiden Analytical, Manual Addendum, HA-085-531.	92
3.19. Fotografía del dispositivo mostrando el vaso de precipitado con el orificio de 1 cm en su base, que aísla el DEPA del plasma para evitar la perturbación de éste.	94
3.20. Generador de funciones modelo Agilent 33220A.	94
3.21. Fuente de polarización del DEPA modelo HP 6827A.	95
3.22. Esquema de una sonda electrostática de Langmuir de geometría cilíndrica mal diseñada (izquierda), y de una bien diseñada (derecha).	96
3.23. Esquema de la sonda electrostática cilíndrica, a), y fotografía de la misma, b).	97
3.24. Generador de funciones modelo Tabor Electronic 8021.	98
3.25. Amplificador de señales modelo Tabor Electronic Amplifier 9200.	98
3.26. Tarjeta modelo PCI 6123 (izquierda); accesorio de conexiones BNC 2110 (derecha) de <i>National Instruments</i> [®]	100
4.1. Paleta de funciones (derecha) y paleta de controles (izquierda).	105
4.2. Diagrama de bloques del Instrumento Virtual ESE, para medida de características $I_i - V$ de una sonda plana por especies iónicas, en <i>LabVIEW</i> [®]	107
4.3. Panel frontal del Instrumento Virtual ESE, para medida de características $I_i - V$ de una sonda plana por especies iónicas, en <i>LabVIEW</i> [®]	108
4.4. Massoft realizando una sintonización de los parámetros elegidos: focus, source-focus, energy, cylinder y lens.	109
4.5. Espectro de neutros de la cámara de vacío del dispositivo experimental cuando se introduce Argon.	112

4.6.	a) Espectro iónico positivo para un plasma de DC de Argon a unas condiciones de $P = 3$ Pa e $I_d = 3$ mA previo calentamiento del sistema para eliminar el vapor de agua de la descarga. b) Espectro iónico positivo para el mismo plasma en las mismas condiciones sin calentar previamente el sistema. . .	113
4.7.	Espectro iónico positivo para un plasma de RF de Argon realizado por <i>HiddenAnalytical</i> [®] . Es destacable la cantidad de iones H_3O^+ que existe, por encima de la que hay en el dispositivo experimental de este trabajo.	115
4.8.	Diagrama de bloques del Instrumento Virtual ELE, para la medida de la característica $I - V$, con sondas de Langmuir. . .	117
4.9.	Panel frontal del Instrumento Virtual ELE, para la medida de la característica $I - V$, con sondas de Langmuir.	118
4.10.	Inicialización del proceso de toma o tratamiento de datos. . . .	119
4.11.	Ventana de adquisición de datos. Correlación de la rampa del potencial de polarización y «thumb rule».	120
4.12.	Rampa de potencial de polarización, V_2 , frente al número de puntos correspondiente a la Fig. 4.11.	121
4.13.	Ventana de parámetros que caracterizan la descarga, V , I_d , P y m_{gas} , y las sondas, r_p y L_p , para el VI ELE.	122
4.14.	Objeto de sincronización y de adquisición de datos de la curva característica $I - V$ de una sonda electrostática mediante la tarjeta de adquisición, PCI 6123.	124
4.15.	Representación de $V1$ frente al número de puntos para una descarga de Ar a $P = 3$ Pa e $I_d = 3$ mA. Se puede observar la pequeña curvatura de $V1$	126
4.16.	Ventana de suavización de los datos medidos. Coeficiente de correlación circular y criterio de Kortshagen.	128
4.17.	Objetos para suavización de los datos, a), y cálculo de la función de instrumento Gaussiana, b).	129
4.18.	Divisores de tensión.	130
4.19.	Objeto para la recomposición de la curva característica $I - V$ de una sonda electrostática cilíndrica.	131
4.20.	Curva característica $I - V$ de una sonda electrostática de geometría cilíndrica experimental (azul) y suavizada (rojo) para un plasma de Argon a $P = 4$ Pa e $I_d = 3$ mA.	132

4.21. Derivadas primera (azul) y segunda (roja) de la característica $I - V$ de una sonda electrostática de Langmuir de geometría cilíndrica para un plasma de Argon. Potencial del plasma, V_p y potencial máximo de la derivada segunda, V_m . $P = 4$ Pa e $I_d = 3$ mA	133
4.22. a) Objeto para derivar los puntos de la curva característica $I - V$. b) Objeto para el cálculo de la primera y segunda derivada y para la representación de dichas derivadas.	134
4.23. Objeto para el cálculo del V_p , de la EEDF a partir de la fórmula de Druyvenstein, del $\ln(d^2I/dV^2)$ y del «thumb rule».	136
4.24. EEDF para un plasma de Argon. $P = 4$ Pa e $I_d = 3$ mA.	137
4.25. $\ln(d^2I/dV^2)$ para un plasma de Argon. $P = 4$ Pa e $I_d = 3$ mA.	138
4.26. Ventana de resultados numéricos para el VI ELE: V_p , T_e , n_e y E_{mean}	139
4.27. Representación de $\ln d^2I/dV^2$ frente a V para un plasma de Argon, $P = 3,5$ Pa e $I_d = 4$ mA.	141
4.28. Representación de I^2 frente a V para un plasma de Argon. $P = 4$ Pa e $I_d = 8$ mA	143
4.29. Objeto para el cálculo de resultados, n_e y T_e por varios métodos y E_{mean} a partir de la EEDF. Cálculo del criterio de Kortshagen.	145
4.30. Objeto para la representación de la curva característica $I - V$	146
4.31. Objeto para guardar los datos medidos experimentalmente y las condiciones de la descarga.	147
4.2. Diagrama de bloques del Instrumento Virtual ESE, para medida de características $I_i - V$ de una sonda plana por especies iónicas, en <i>LabVIEW</i> [®]	149
4.3. Panel frontal del Instrumento Virtual ESE, para medida de características $I_i - V$ de una sonda plana por especies iónicas, en <i>LabVIEW</i> [®]	150
4.32. Ventana de resultados numéricos para el VI ESE: V_p , T_i , A y E_{mean}	151
4.33. Objeto para recomposición de la curva característica $I_i - V$	153
4.34. Objeto para el cálculo de la IEPDF a partir de la fórmula de Druyvenstein, el cálculo del $\ln d^2I/dV^2$ y cálculo del «thumb rule».	156
4.35. Objeto para el cálculo de los resultados, A , T_i y E_{mean} . Cálculo del criterio de Kortshagen.	157

5.1. Espectro de iones positivos para un plasma de Argon. $P = 4$ Pa e $I_d = 5$ mA.	164
5.2. Curva característica $I_i - V$ suavizada (rojo) y experimental (azul) del ion Ar^+ , para un plasma de Argon. $P = 6$ Pa e $I_d = 2,5$ mA.	165
5.3. Derivadas primera (azul) y segunda (rojo) de la curva característica $I_i - V$ del ion Ar^+ suavizada, para un plasma de Argon. $P = 6$ Pa e $I_d = 2,5$ mA.	167
5.4. IEPDF del ion Ar^+ para un plasma de Argon. $P = 6$ Pa e $I_d = 2,5$ mA.	169
5.5. Representación de $\ln(d^2 I_i / dV^2)$ frente a V para un plasma de Argon. $P = 6$ Pa e $I_d = 2,5$ mA.	170
5.6. Curvas características $I - V$ suavizada (roja) y experimental (azul) para la sonda U (arriba) y sonda D (abajo), para un plasma de Argon. $P = 6$ Pa e $I_d = 2,5$ mA.	173
5.7. Derivadas primera (azul) y segunda (rojo) de la curva característica $I - V$ para sonda U (arriba) y sonda D (abajo), para un plasma de Argon. $P = 6$ Pa e $I_d = 2,5$ mA.	174
5.8. EEDF para la sonda U (arriba) y EEDF para la sonda D (abajo), para un plasma de Argon. $P = 6$ Pa e $I_d = 2,5$ mA.	175
5.9. Representación de $\ln(d^2 I / dV^2)$ frente a V para la sonda U (arriba) y para la sonda D (abajo), para un plasma de Argon. $P = 6$ Pa e $I_d = 2,5$ mA.	176
5.10. IEPDF del ion Ar^+ medida por <i>MASsoft</i> [®] , para un plasma de Argon. $P = 6$ Pa e $I_d = 2,5$ mA.	178
5.11. Comparación de las IEPDFs del ion Ar^+ medidas con <i>MASsoft</i> [®] y con nuestro método. $P = 6$ Pa e $I_d = 2,5$ mA.	180
5.12. Temperatura electrónica, T_e , frente al potencial de polarización del DEPA, V_m . $P = 4$ Pa e $I_d = 4$ mA.	182
5.13. Densidad electrónica, n_e , frente al potencial de polarización del DEPA, V_m . $P = 4$ Pa e $I_d = 4$ mA.	183
5.14. Potencial del plasma, V_p , frente al potencial de polarización del DEPA, V_m . $P = 4$ Pa e $I_d = 4$ mA.	184
5.15. Representación de V_p frente a I_d a partir de la sonda del PSM (orificio del DEPA), para un plasma de Argon.	185
5.16. Representación de V_p frente a P a partir de la sonda del PSM (orificio del DEPA), para un plasma de Argon. $I_d = 3$ mA e $I_d = 3,5$ mA.	186

5.17. Representación de V_p frente a I_d para la sonda U, para un plasma de Argon.	187
5.18. Representación de V_p frente a P para la sonda U, para un plasma de Argon. $I_d = 2,5$ mA e $I_d = 3$ mA.	188
5.19. Representación de V_p frente a I_d para la sonda D, para un plasma de Argon.	189
5.20. Representación de V_p frente a P para la sonda D, para un plasma de Argon. $I_d = 2,5$ mA e $I_d = 3$ mA.	190
5.21. Comparación de V_p para $P = 5$ Pa entre las sondas electrostáticas cilíndricas y la sonda plana, para un plasma de Argon.	191
5.22. Representación de n_e frente a I_d de la sonda U, para un plasma de Argon.	192
5.23. Representación de n_e frente a I_d de la sonda D, para un plasma de Argon.	193
5.24. Representación de T_e frente a I_d para la sonda U, para un plasma de Argon.	194
5.25. Representación de T_e frente a I_d para la sonda D, para un plasma de Argon.	195
5.26. Representación de A frente a I_d a partir de la sonda del PSM (orificio del DEPA), para un plasma de Argon.	196
5.27. Representación de T_i frente a I_d a partir de la sonda del PSM (orificio del DEPA), para un plasma de Argon.	197
5.28. Curva característica $I_i - V$ de la sonda plana (orificio del DEPA) suavizada (rojo) y experimental (azul), para un plasma de Helio. $P = 5$ Pa e $I_d = 6$ mA.	198
5.29. Derivadas primera (azul) y segunda (roja) de la curva característica $I_i - V$, para un plasma de Helio. $P = 5$ Pa e $I_d = 6$ mA.	199
5.30. EIPDF para el ion He^+ en un plasma de Helio. $P = 5$ Pa e $I_d = 6$ mA.	200
5.31. Representación del $\ln(d^2 I_i / dV^2)$ frente a V , para un plasma de Helio. $P = 5$ Pa e $I_d = 6$ mA.	200
5.32. Representación de V_p frente a I_d a partir de la sonda del PSM (orificio del DEPA) para un plasma de Helio.	201
5.33. Representación de A frente a I_d a partir de la sonda del PSM (orificio del DEPA), para un plasma de Helio.	202

5.34. Representación de T_i frente a I_d a partir de la sonda del PSM (orificio del DEPA), para un plasma de Helio.	202
5.35. Representación de V_p frente a I_d a partir de la sonda de la sonda U, para un plasma de Helio.	203
5.36. Representación de n_e frente a I_d a partir de la sonda de la sonda U, para un plasma de Helio.	204
5.37. Representación de T_e frente a I_d a partir de la sonda de la sonda U, para un plasma de Helio.	204
5.38. Representación de V_p frente a I_d a partir de la sonda de la sonda D, para un plasma de Helio.	205
5.39. Representación de n_e frente a I_d a partir de la sonda de la sonda D, para un plasma de Helio.	205
5.40. Representación de T_e frente a I_d a partir de la sonda de la sonda D, para un plasma de Helio.	206
5.41. Resultados obtenidos para un plasma de aire de la medida de la curva característica $I_i - V$ para el ion NO_2^- . $P = 10$ Pa e $I_d = 10$ mA.	208

Bibliografía

- Allen J. E., Boyd R. L. F. y Reynolds P., Proc. Phys. Soc. 70, (297), 1957
- Allen J. E., Plasma Sources Science and Technology, 4, (234-241), 1995
- Allen J. E., P-1.036, 2004
- Allen J. E., Plasma Sources Sci. and Technol., 18, 2009
- Amemiya H., J. Physics Society Japan 55(169), 1986 a)
- Amemiya H., Japanese Journal of App. Phys. 55(169), 1986 b)
- Amemiya H. y Sakamoto I., Japanese Journal of Applied Physics Part 1, 26(7), July 1987
- Amemiya H., J. Phys. Society Japan 57(887), 1988
- Amemiya H., J. Phys. D: Appl. Phys. 23(999), 1990
- Amemiya H., Yasuda N. y Endou M., Plasma Chem. Plasma Process. 14, 209, 1994
- Amemiya H. y Ogawa K., J. Phys. D: Appl. Phys. 30, 879, 1997
- Annaratone B. M., Allen M. W. y Allen J. E., J. Phys. D, 25, (417-424), 1992
- Ballesteros J., Fernández Palop J. I., Hernández M. A. y Morales Crespo R. and Borrego del Pino S., Rev. of Sci. Inst. 75(1), 90-93, January 2004

- Ballesteros J., Fernández Palop J. I., Hernandez M. A. y Morales Crespo R., Appl. Phys. Lett., 89, (101501), September 2006
- Bernstein I. B. y Rabinowitz I. N., Phys. Fluids, 2(112), 1959
- Benilov M. S., Journal Physics D: Applied Physics, 29(364), 1996
- Benilov M. S. y Franklin R. N., J. Plasma Phys., 62, (541-555), 1999
- Blank J. L., Phys. Fluid, 11, 1686-1698, 1968
- Bohm D., Burhop H. E. S. y Massey H. S. W., Eds. A. Guthrie and R. K. Waling, A46 Mcgraw-Hill, pag. 13, 1949
- Boyd R. L. F. y Thompson J. B., Proc. R. Society, 252(102), 1959
- Braithwaite N. S. y Allen J. E., J. of phys D: Appl. Phys., 21(12), 1988
- Büchner J. y Dum C.T., Space plasma simulation. Ilustrada. Springer. p. 1. ISBN 9783540006985, 2003
- Caruso A. y Cavaliere A., Nuovo Cimento, 26, 1389, 1962
- Chen F. F., J. Nucl. Energy, Part C, 7, 47, 1965
- Chen F. F., Introduction to Plasma Physics and Controlled Fusion: Plasma phys. 1. Springer. pp. 421. ISBN 9780306413322, 1984
- Chen F. F., Phys. Plasmas 2, 2164, 1995
- Chen F. F., IEEE-ICOPS meeting, 2003
- Chen F. F., Plasma Sources Sci. Technol. 18, 035012, 2009
- Cohen I. M., Phys. Fluid, 6, 1492-1497, 1963
- Corr C. S., Steen P. G. y Graham W. G., Plasma Sources Sci. Technol. 12, 265-272, 2003
- Dawson J.M., Rev. Mod. Phys. 55 (2): pp. 403-447, 1983
- Demidov V. I., Ratynskaia S. V. y Rypdal K., Rev. of Sci. Instrum. 73(10), October 2002

- Dengra A., Ballesteros J., Hernández M. A. y Colomer V., *J. Appl. Phys.* 68 (11), December 1990
- Díaz-Cabrera J. M., Lucena-Polonio M. V., Fernández Palop J. I., Morales Crespo R., Hernández M. A., Tejero-del-Caz A. y Ballesteros J., *J. Appl. Phys.* 111, 063303, 2012
- Dilecce G., Ed. M. Capitelli and C. Corse (New York: Plenum) pp 27-44, 1992
- Druyvesteyn M. J., *Z. Phys.*, 64, 781, 1930
- EPIC and IDP Analyzers; Operator's Manual, Hidden Analytical, HA-0.85-013
- Ershov A. P., Dovzhenko V. A., Kuzovnikov A. A. y Oks S. N., *Sov. J. Plasmas Phys.* 7(3), 1981
- Fernández Palop J. I., Estudio de la diagnosis de plasmas con iones negativos, Universidad de Sevilla, Tesis Doctoral, 1994
- Fernández Palop J. I., Ballesteros J., Colomer V., Hernández M. A. y Dengra A., *J. App. Phys.* 77(7), Abril 1995, a)
- Fernández Palop J. I., Ballesteros J., Colomer V. y Hernández M. A., *Rev. Sci. Instrum* 66, 9, (4625-4636), Septiembre 1995, b)
- Fernández Palop J. I., Ballesteros J., Colomer V. y Hernández M. A. , *J. Phys. D: Appl. Phys.*, 29 (2832-2840), Junio 1996, a)
- Fernández Palop J. I., Ballesteros J., Colomer V. y Hernández M. A., *J. Appl. Phys.*, 80(8), October 1996, b)
- Fernández Palop J. I., Ballesteros J., Hernández M. A. y Morales Crespo R., *J. Appl. Phys.*, 91, (2587-2593), 2002
- Fernández Palop J. I., Ballesteros J., Hernández M. A., Morales Crespo R. y Borrego del Pino, S., *J. Phys. D: Appl. Phys.* 37 (863-867), February 2004, a)
- Fernández Palop J. I., Ballesteros J., Hernández M. A., Morales Crespo R. y Borrego del Pino, S., *J. Appl. Phys.* 95(9) (4585-4592), May 2004, b)

- Fernández Palop J. I., Ballesteros J., Hernández M. A., Morales Crespo R. y Borrego del Pino, S., *Physica Scripta.*, T118(161-164) (4585-4592), 2004, c)
- Fernández Palop J. I., Ballesteros J., Hernández M. A., Morales Crespo R. y Borrego del Pino, S., *Journal of Physics*, 54(2), 2004, d)
- Fernández Palop J. I., Ballesteros J., Hernández M. A., Morales Crespo R. y Borrego del Pino, S., *J. Phys. D: Appl. Phys.*, 38, (868-871), Marzo 2005 a)
- Fernández Palop J. I., Ballesteros J., Hernández M. A., Morales Crespo R. y Borrego del Pino S., *Physica Scripta.*, T118, (161-164), 2005 b)
- Fernández Palop J. I., Ballesteros J., Hernández M. A. y Morales Crespo R., *Appl. Phys. Letter*, 88(26), June 2006
- Fernández Palop J. I., Ballesteros J., Hernández M. A. y Morales Crespo R., *Institute of Physics Publishing, Plasma Sources Sci. and Technol.* 16(S76-S86), 31 January 2007
- Fernández Palop J. I., Ballesteros J., Morales Crespo R. M. y Hernández M. A., *J. Phys. D: Appl. Phys.*, 41, November 2008
- Franklin R. N. y Ockendon J. R., *J. Plasma Phys.*, 4, (371-385), 1970
- Franklin R. N., *J. Phys. D: Appl. Phys.* 32 May 1999
- Franklin R. N., *Plasma Sources Sci. and Technol.*, 9, (191-198), 2000
- Franklin R. N. y Snell J., *Phys. of Plasmas*, 7(7), July 2000
- Fivaz M., Brunner S., Schwarzenbach W., Howling A. A. y Hollestein C., *Plasma Sources Sci. and Technol.*, 4, 373-378, 1995
- Gahan D. y Hopkins M. B., *Rev. Sci. Instrum.*, 78, 016102, 2007
- Ghim Y. C. y Hershkowitz N. *Appl. Phys. Lett.* 94 151503, 2009
- Godyak V. A., Ed. O Auciello, A. Gras-Martí, J. A. Vallés-Abarca y D. L. Flamm (Dordrecht: Kluwer) pp 95-134, 1990

- Godyak V. A., Piejak R. B. y Alexandrovich B. M., J. Appl. Phys. 73(8), 1992
- Godyak V. A., Piejak R. B. y Alexandrovich B. M., Plasma Sources Sci. Technol. 1, 36, 1993
- Godyak V. A. y Piejak R. B., Phys. Rev. Lett., 87, 131502, 2005
- Godyak V. A. y Demidov V. I., J. Phys. D: Appl. Phys., 44, 233001, 2011
- Gudmundsson J. T., Plasma Sources Sci. and Technol. 8 58, 1999
- Hiden Analytical, Massoft User Manual, Issue D, HA-085-004
- Hiden Analytical, PSM003 User s Manual, HA-085-050
- Hiden Analytical, Manual Addendum: EQP,EQS Analyser Operator's. EQP Probe with Driven Electrode, Issue C, HA-085-531
- Hiden Analytical, Manual Addendum: Time Resolved Event Measurements, Issue B, HA-085-641
- Hiden Analytical, Manual Addendum: The HAL 7 MSIU, Issue B, HA-085-702
- Harrison E. R. y Thompson W. B., Proc. Phys. Soc., 74, 145, 1959
- Hayden C., Comput. Phys. 1, 74, 1987
- Hollenstein C., Dorier J. L., Dutta J., Sansonnens L. y Howling A. A., Plasma Sources Sci. Technol., 3, 278, 1994
- Hollenstein C., Howling A. A., Courteillez C. y Magniz D. et al., J. Phys. D: Appl. Phys., 31, 74-78, 1998
- Hopkins M. B. y Graham W. G., J. Phys. D: Appl. Phys. 20, 838, 1987
- Jacobson L. A., Comput. Phys. 4, 400, 1990
- Kino G. S. y Shaw E. K., Two dimension al low-pressure discharge theory Phys. Fluids 9, 587, 1966

- Kono A., *J. of Phys D: Appl. Phys.*, 32, 1357, 1999
- Kortshagen U., Shivarova A., Tatarova E. y Zamfirov D., *J. Phys. D: Appl Phys.* 27, 301, 1994
- Kortshagen U., Maresca A, Orlov K. y Heil B., *Appl. Surf. Sci.*, 192, 244, 2002
- Kunze H. J., *Lect. Notes Phys.*, 670, 351-373, 2005
- Laframboise J. G., UTIAS Report n°100 University of Toronto, Institute of Aerospace Studies, 1966
- Lam S. H., *Phys. Fluids* 8, 73, 1965
- Langmuir I., Positive ion currents in the positive column of the mercury arc, *Gen. Electr. Rev.*, 26, 731, 1923
- Langmuir I. y Mott-Smith H., *Gen. Electr. Rev.*, 27, 449, 1924
- Langmuir I., Oscillations in ionized gases 1928, *Proc. Natl. Acad. Sci.*, 14, 627, 1928
- Lieberman M. A. y Lichtemberg A. J., Hoboken NJ, USA: John Wiley & Sons, Inc., pp 8-11, 2005
- Lucena-Polonio M. V., Díaz Cabrera J. M., Fernández Palop J. I., Morales Crespo R., Hernández M. A. y Ballesteros J., *Plasma Phys. Control. Fusion* 53, 124024, 2011
- Maresca A., Orlov K. y Kortshagen U., *Phys. Rev. E* 65, 056405, 2002
- Min-Hyong Lee, Sung-Ho Jang y Chin-Wook Chung, *J. Appl. Phys.*, 101, 2007
- Morales Crespo R., Estudio de la vaina iónica de una sonda electrostática en plasmas electropositivos y electronegativos, Tesis Doctoral Universidad de Córdoba, 2002
- Morales Crespo R., Fernández Palop J. I., Hernández M. A. y Ballesteros J., *J. Appl. Phys.* 94(8), 2003

- Morales Crespo R., Fernández Palop J. I., Hernández M. A. y Ballesteros J., *J. Appl. Phys.* 95(6), (2982-2990), Marzo 2004, a)
- Morales Crespo R., Fernández Palop J. I., Hernández M. A. y Ballesteros J., *J. Appl. Phys.* 95(9), (4777-4783), Noviembre 2004, b)
- Morales Crespo R., Fernández Palop J. I., Hernández M. A. y Ballesteros J., *Physica Scripta.* 71, (1-3), 2005
- Morales Crespo R., Fernández Palop J. I., Hernández M. A., Borrego del Pino S., Díaz- Cabrera J. M. y Ballesteros J., *J. Appl. Phys.* 99, 053303, 2006
- Morales Crespo R., Fernández Palop J. I., Hernández M. A., Lucena-Polonio M. V. y Ballesteros J., *J. Appl. Phys.*, 104, 24 October 2008
- Morales Crespo R., Fernández Palop J. I., Ballesteros J., Hernández M. A. y Lucena Polonio M. V., *IEEE Trans. Plasma Sci.* , 37(9), (1715-1722), 2009
- Morales Crespo, R., Fernandez Palop, J. I., Ballesteros, J., Hernandez, M. A., Lucena-Polonio, M. V., Diaz-Cabrera, J. M., *Plasma Sources Science and Technology* 19, 025012, May 2010
- Morales Crespo R., Ballesteros J., Fernández Palop J. I., Hernández M. A., Lucena Polonio M. V. y Díaz- Cabrera J. M., *Plasma Sources Sci. and Technol.*, 20, 015019, 2011
- Mott-Smith H. M. y Langmuir I., *Phys. Rev.*, 28, 727, 1926
- Nachmann M. y Tahn P. C., *IEEE Trans. Plasma Sci.*, 19, 423, 1991
- Oksuz L. y Hershkowitz N. 2002 *Phys. Rev. Lett.* 89 145001
- Riemann K. U., *J. of Phys. D: Appl Phys*, 24, 493-518, 1991
- Riemann K. U., *IEEE Trans. Physics Sci.* 23(709-716), 1995
- Riemann K. U., *Plasma Sources Sci. and Technol.*, 18, 2009
- Schottky W., *Phys. Z*, 25, 635-637, 1924
- Sonin A. A., *AIAA J.*, 4, 1588, 1966

-
- Stoffels E., Stoffels W. W., Tachibana K. y Imai S., J. Appl. Phys., 36, 4632-4637, Part. I, No. 7B, 1997
 - Stoffels E., Stoffels W. W. y Tachibana K., Rev. Sci. Instrum., 69 (1), January 1998
 - Su C. H. y Lam S. H., Phys. Fluids, 6, 1479-1491, 1963
 - Sudit I. D., Woods R. C., Rev. Sci. Instrum. 64(9), 1993
 - Swift J. D. and Schwar M. J. R., Electrical Probes for Plasma Diagnostic (London: Iliffe Books) pp 77-80, 1970
 - Tachibana K., Hayashi Y., Okuno T. y Tatsuta T., Plasma Sources Sci. and Technol., 314-319, 1994
 - Tonks L. y Langmuir I., Phys. Rev. Lett., 33, 195, Febrero 1929, a)
 - Tonks L. y Langmuir I., Phys. Rev. Lett., 34, 876, 1929, b)
 - Valentini H. B. y Herrmann F., J. of Phys. D: Appl. Phys., 29, 1175-1180, 1996
 - Valentini H. B., Plasma Sources Sci. and Technol., 9, 574-582, 2000
 - Woods L. C., Density waves in low-pressure plasma columns, J. Fluid Mech., 23, 315, 1965
 - Yasuda N. y Endo M., 1994
 - Zaka-ul-Islam M., Graham W.G., Gans T. y O'Connell D., ICPIG 2011, 2011

Anexos

Como anexos se incluye el artículo que ha salido de este trabajo, Lucena-Polonio M. V.et al., 2011, junto con todas las comunicaciones a congresos orales, escritas y posters que se han realizado.

Estas últimas aparecen según el siguiente orden cronológico:

- I Congreso Científico de Investigadores en Formación. 2009
- XX ESCAMPIG. 2010
- 38th EPS. 2011
- ICPIG Conference. 2011
- II Congreso Científico de Investigadores en Formación. 2012
- XXIII Reunión Nacional de Espectroscopía. VII Congreso Ibérico. 2012
- III Congreso Científico de Investigadores en Formación. 2013
- ICPG Conference. 2013

PUBLICACIONES
DERIVADAS
DIRECTAMENTE
DE ESTE TRABAJO
DE TESIS

Mass spectrometry diagnosis of ion species in low-pressure plasmas

This article has been downloaded from IOPscience. Please scroll down to see the full text article.

2011 Plasma Phys. Control. Fusion 53 124024

(<http://iopscience.iop.org/0741-3335/53/12/124024>)

View [the table of contents for this issue](#), or go to the [journal homepage](#) for more

Download details:

IP Address: 143.117.13.78

The article was downloaded on 07/03/2012 at 14:58

Please note that [terms and conditions apply](#).

Mass spectrometry diagnosis of ion species in low-pressure plasmas

M V Lucena-Polonio, J M Díaz-Cabrera, J I Fernández Palop,
R Morales Crespo, M A Hernández and J Ballesteros¹

Departamento de Física, Universidad de Córdoba, 14071 Córdoba, Spain

E-mail: FA1BAPAJ@uco.es

Received 23 June 2011, in final form 6 September 2011

Published 14 November 2011

Online at stacks.iop.org/PPCF/53/124024

Abstract

This work proposes a method to measure the I - V characteristic of a plane probe for each one of the ion species present in a low-pressure plasma, by using as the ammeter a mass spectrometer whose probe entrance can be biased at an arbitrary electric potential. From the I - V characteristic, the corresponding ion energy probability distribution function of each ion species in the plasma is obtained. Moreover, the corresponding ion temperature and the plasma potential are obtained. These results are in good agreement with those obtained from classical Langmuir probes and mass spectrometry methods.

1. Introduction

Plasma processing of materials is a very complex task because it involves plasmas including multiple species of ions. In order to control and enhance those technological processes, it is necessary to improve the plasma diagnostic methods for the determination of the plasma potential, the electric field distribution in the plasma and the energy distribution function of each charged species in the plasma, both electrons and ions, which will let us determine their corresponding densities and temperatures. Moreover, those measurements are necessary for understanding the ion flux to the plasma boundary close to the surface to be processed and improving the plasma-wall interaction knowledge. So, these types of measurements are fundamental to understanding the plasma-wall interaction on which the plasma processing of materials is based [1–3]. In this way, systems for ion analysis based on mass spectrometry are commonly used because they allow us to study each one of the multiple species of ions present in the plasma separately [4–6]. In fact, these instruments can determine the ion energy probability distribution function (IEPDF) using energy filters. Nevertheless, their usual accuracy in energy

¹ Author to whom any correspondence should be addressed.

is about 0.05 eV (20 data per eV). This value is not accurate enough in low-temperature plasmas, in which the ion temperature is close to that value, and should be diminished.

On the other hand, Langmuir probe methods are still being widely used in plasma diagnostic, even in the case of electronegative plasmas or in those in which the positive ion temperature should be considered [7, 9]. In these types of plasmas, methods considering the positive ion saturation/accelerating zone of the I - V characteristic are used [10, 11]. Nevertheless, these probe methods are not so useful in multicomponent plasmas since the ion current is very small, and hence, difficult to measure. Furthermore, it is the superposition of the current due to several ion species present in the plasma. So, Langmuir probe diagnosis methods are unable to discriminate which part of the measured current corresponds to each ion species.

Moreover, even in the case of monocomponent plasmas, such as argon plasmas, there are always other gases present as impurities due to residual air or the sputtering from the walls or electrodes of the discharge. From this point of view, the measurement of the I - V characteristic of a specific ion species is of considerable technological interest since it gives information about the flow of these specific ions to the probe as a function of the biasing potential. This information about the ion current of a specific ion species may be used in surface treatment devices, in which the role of the probe is played by the substrate.

The aim of this paper is to present a method to measure the I - V characteristic of a plane probe for each one of the ion species present in a low-pressure Ar plasma using as the ammeter a mass spectrometer whose probe entrance can be biased at an arbitrary electric potential. In section 2 we show how the mass spectrometer probe entrance, biased in potential, can behave as a plane probe. Moreover, the experimental setup and measurement method are analyzed. Using this method, the plasma potential, the IEPDF and the corresponding ion temperature are obtained; section 3 is devoted to the results obtained. Finally, in order to ensure the validity of the proposed measurement method, we have checked it in three different ways. These checks are presented and analyzed in section 4.

2. Experimental setup

Figure 1 shows the experimental device. The discharge device consists of a large Pyrex cylinder, 31 cm in inner diameter and 40 cm in height, with two stainless steel electrodes, 8 cm in diameter, inside which are connected to a high-voltage power supply configured as a current supply. This power supply is the low ripple/noise KEPKO BHK 2000-0.1MG, its ripple being less than 10^{-5} A (rms), to provide a very stable discharge [5–8]. The Ar pressure is controlled by a MKS 247 mass gas flow controller. This discharge, in which the anode is at ground potential, provides a reference electrode for the biasing potential of the probes.

A Hiden Analytical® Sampling Plasma Mass Spectrometer (PSM), PSM003 model, provided with a Hiden Analytical® Driven Electrode Probe Accessory (DEPA), is used. The DEPA is placed between the two electrodes (see figure 1), 2 cm below the lower edge of the electrodes, i.e. out of the core of the plasma in order to diminish the perturbation in the discharge. Moreover, the DEPA is provided with a $50\ \mu\text{m}$ radius orifice, r_o , through which molecules and ions enter the PSM. This radius is lower than the Debye length of the plasma, λ_D , and thus, from the point of view of the plasma, the irregularities in the electric field due to the orifice are shielded by the sheath surrounding the DEPA, since the sheath thickness, s , is about $2.6\lambda_D$, [12] or even higher [13], so, under our discharge conditions $s/r_o > 8$. Obviously, these irregularities will be lower as r_o decreases; nevertheless, no differences are observed when a $25\ \mu\text{m}$ radius orifice is used, so the $50\ \mu\text{m}$ radius orifice is used to increase the signal-to-noise ratio in the PSM measurements. Therefore, the PSM will measure the flow

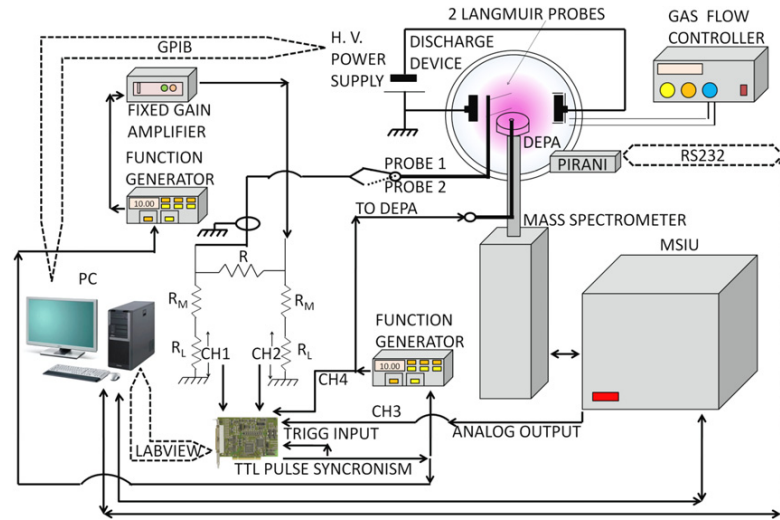


Figure 1. Experimental setup.

(This figure is in colour only in the electronic version)

of a specific ion species passing through the orifice, which plays the role of a plane probe, for each biasing potential. This measurement can be related to the $I-V$ characteristic of the corresponding ion.

Moreover, we have placed two Langmuir probes in the discharge chamber. One of them is in the bulk of the plasma (probe-up), and the other one is just above the orifice of the DEPA, with about 5 mm gap between the probe and the orifice (probe-down), in order to control the results obtained from the PSM. These Langmuir probes allow us to measure the corresponding $I-V$ characteristics from which we obtain the plasma potential, the floating potential, and the electron density and temperature at the points where those Langmuir probes are placed [8–10].

Finally, since the DEPA is 5.1 cm in diameter, comparable to the size of the discharge electrodes, we have covered it with Pyrex glass on all sides provided with an orifice 1 cm in diameter centered with the DEPA orifice, in order to decrease the perturbation due to the presence of the DEPA in the discharge.

3. Measurement method and results

The first step which must be followed before carrying out the measurements for a specific ion species is to tune the PSM to provide a maximum number of counts per second of that ion species, Ar^+ in this case. This tuning is performed for the DEPA biased to floating potential, i.e. disconnected. This is very important because the mass discrimination of a mass spectrometer is typically measured from the ratio of the total ion current at the DEPA to the counts at the mass spectrometer detector. This mass discrimination can depend on the voltage of the DEPA, hence, it would modulate the measurement of the $I-V$ ion characteristics. In fact, we have tested in our plasma that the mass discrimination depends on the DEPA biasing potential at which the PSM tuning is done, i.e. depends on the energy of the ions entering the PSM when the tuning is performed. This is why we have developed the PSM tuning with the DEPA

biased to floating potential. Under these tuning conditions, for DEPA voltage values lower than the floating potential, the ions which enter the PSM are accelerated, heated, and the mass discrimination falls down. On the other hand for DEPA voltage values higher than the floating potential, which are the ones used to measure the $I-V$ ion characteristics, the ions which enter the PSM have an energy close to the undisturbed one. For these ions, the mass discrimination is not influenced by the DEPA voltage. Finally, since the IEPDF is measured in the ion retarding zone of the $I-V$ ion characteristics, where the DEPA potential is greater than the plasma potential, the current collected by the DEPA is mainly due to the electrons, so a mass discrimination study cannot be developed. Nevertheless, as we will comment in section 4, both the plasma potential and the IEPDF measured using the mass spectrometer filters are quite similar to those obtained from the proposed method, see figure 6. This agreement induces us to suppose that the mass discrimination does not change in this retarding zone of the $I-V$ ion characteristics.

The tuning is performed for an intermediate floating potential; -0.5 V is a good value under our plasma conditions, because a tuning for every measurement would delay the measurement process and the results obtained are similar. Finally, once the tuning is done, none of the tuning parameters are modified until another ion species is studied.

The measurement process is as follows. A function generator provides a bias to the DEPA. When the generator is in standby, the supplied potential is negative in order to clean the DEPA. Later on, the program orders the data acquisition card to generate a digital pulse which triggers the function generator to supply a one-shot sawtooth pulse. Moreover, the digital pulse triggers two channels of the analog-to-digital converter; one of them measures the biasing potential of the DEPA, and the other one, simultaneously, the analogical output voltage of the PSM detector, which is proportional to the number of counts per second measured. The data collected in this way are easily related to the $I-V$ characteristic of the specific ion species tuned in the PSM. In this case, we measure 8000 data during the 1 s of the sawtooth signal, although the portion of the $I-V$ characteristics used in the calculations is measured in less than 0.2 s.

Obviously, the flying time of the ions into the PSM is negligible compared with the characteristic time of the measurement process. Moreover, the entire measurement setup is automatically controlled by a self-made Virtual Instrument written in the LabView environment [9].

The data treatment is as follows: we first smooth the ion $I-V$ characteristics in order to obtain its first and second derivatives. Figure 2 shows the smoothed $I-V$ characteristics and the corresponding derivatives. As can be seen, since the Ar^+ ions are positive, its $I-V$ characteristic function decreases. This behavior is opposite to the classical electron dominated increasing function $I-V$ characteristics. Furthermore, there is no floating potential since only one particle species is being measured.

Later on, from the zero of the second derivative, the plasma potential is obtained.

Figure 3 shows the plasma potential, obtained from the Ar^+ characteristic and from the probes placed inside the discharge, as a function of the discharge current. As can be seen, all the values obtained follow a similar evolution for high discharge currents while the values obtained from the ion mass spectrometer tend to saturation at lower discharge currents.

Some comments about these plasma potential values must be made. We have widely studied this discharge device as can be seen in our previous papers [8–10]. As expected in these kinds of dc discharges, the plasma potential at the center, between the electrodes, should be negative when the reference electrode is the anode. Nevertheless, since the DEPA electrode size is comparable to the size of the discharge electrodes, the configuration of the discharge changes and positive plasma potential values are obtained. In this way, we have tested that the Pyrex glass placed surrounding the DEPA diminishes but does not eliminate such a

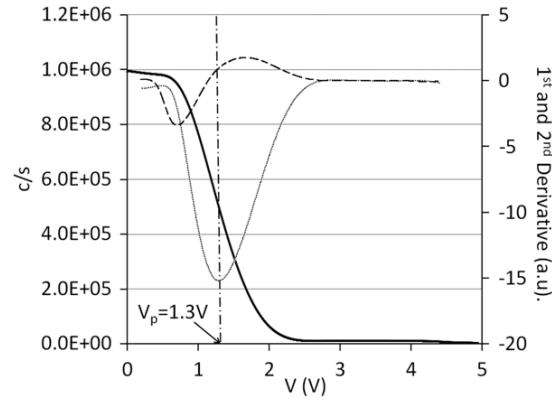


Figure 2. Smoothed I - V characteristic (2070 data) of the Ar^+ ion species (solid line) and its first (dotted line) and second derivative (dashed line); gas: Ar, $P = 6.5$ Pa and $I_d = 6$ mA.

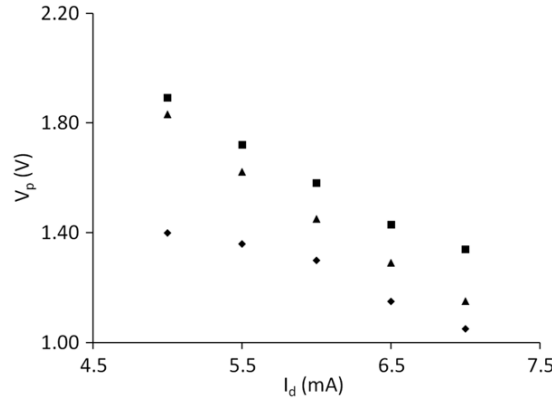


Figure 3. Plasma potential, obtained from the characteristic of Ar^+ (\blacklozenge) and from the Langmuir probes placed inside the discharge (\blacksquare probe-up and \blacktriangle probe-down), as a function of the discharge current; gas: Ar, $P = 5$ Pa.

perturbation. We placed the two Langmuir probes in order to verify this change in the plasma configuration: probe-down close to the DEPA and probe-up in the bulk of the plasma. On the one hand, as can be seen in figure 3, positive plasma potential values are obtained from the I - V characteristics of these Langmuir probes. On the other hand, the floating potential should be about 4–6 times $K_B T_e$ lower than the plasma potential, depending on the probe geometry and the accuracy of the measurement [14, 15]. T_e , the electron temperature, is about 0.3–0.6 eV in our discharge (some T_e measurements for a specific case are represented in figure 7(c)). In this way, the corresponding floating potentials measured from the I - V characteristics of these Langmuir probes accomplish such a condition. Finally, floating potential values of the DEPA are measured and the results also accomplish that condition. Hence, we can conclude that the DEPA changes the plasma configuration, increasing the potentials characterizing the plasma and giving positive plasma potential values at the center, between the electrodes of our discharge.

Using the classical Druyvensteyn formula [8, 9, 16, 17], the second derivative is proportional to the ion velocity distribution function. As a first obtained result, a plot of the

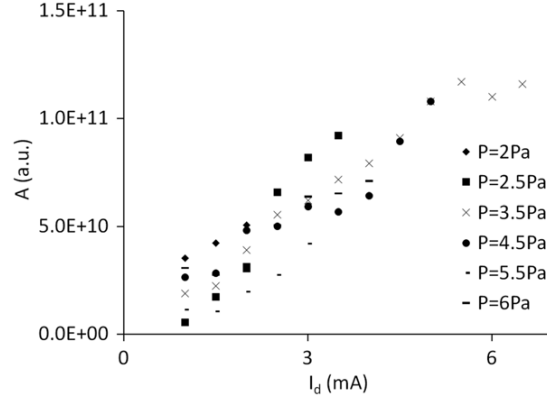


Figure 4. Normalization constant, A , as a function of the discharge dc current for several plasma conditions, for several gas pressures and for the same PSM tuning conditions.

logarithm of the second derivative for most of the measured cases shows a linear behavior, so we can conclude that in our discharge, the Ar^+ ion velocity distribution function accomplishes a Maxwellian one.

Moreover, the IEPDF can be obtained as follows:

$$[f_E(E)]_{E=q_i V} = A^{-1} \sqrt{V} \frac{d^2 I_i}{dV^2}, \quad (1)$$

V being the DEPA potential referred to the plasma potential and A being the normalization constant

$$A = \int_0^\infty \sqrt{V} \frac{d^2 I_i}{dV^2} dV. \quad (2)$$

Figure 6 shows the corresponding Ar^+ ion IEPDF obtained.

Unfortunately, the ion energy distribution function, and hence, the absolute ion density cannot be obtained since the ions with different masses are detected by the PSM with different efficiency. Figure 4 shows the normalization constant, A , as a function of the discharge dc current for several plasma conditions, for several gas pressures and for the same PSM tuning conditions. As can be seen, there is a linear behavior between both parameters. As this is the behavior expected for the ion density in a dc plasma, we can conclude that the A parameter is proportional to the ion density. The proportionality constant will be a calibration constant for each specific ion species. This will be one of our future tasks in this area of work.

Finally, the corresponding ion temperature, defined for non-Maxwellian IEPDF as a measurement of the average ion energy, can be obtained as

$$T_i = \frac{2}{3} \langle E \rangle = \frac{2}{3} \int_0^\infty E f_E(E) dE. \quad (3)$$

Figure 5 shows the ion temperature obtained from the IEPDF as a function of the discharge dc current for several gas pressures. As can be seen, this temperature exhibits a low dependence on the discharge dc current as expected for this plasma discharge.

As can be seen, the measured ion temperature is about 2000 K. For pressures about 4 Pa, the mean free path for the ion–neutral collisions, λ_{i-n} , is about 2 mm [6], so the ions lose their energy in collisions with the neutrals and the ion temperature should be close to the neutral (room) temperature. In this way, an ion heating mechanism is needed to provide these

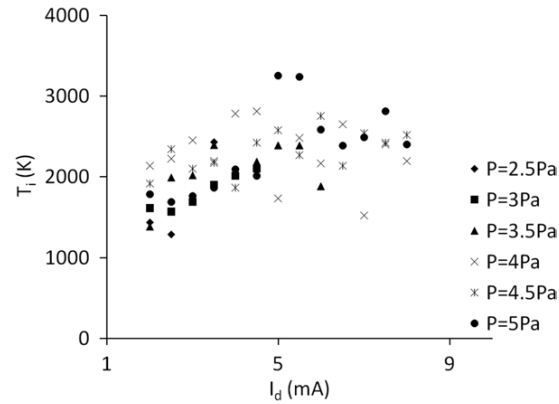


Figure 5. Ion temperature obtained from the IEPDF as a function of the discharge dc current for several gas pressures.

high temperature values. Let us propose an ion heating mechanism: on the one hand, as can be seen from figure 3, the difference in the plasma potential between the probe-down and the DEPA positions is about 0.15–0.45 V, depending on the discharge current. On the other hand, the distance between both positions is 5 mm, comparable to λ_{i-n} . Hence, we can conclude that the ions in the surroundings of the DEPA are accelerated from the probe-down to an intermediate energy value of about 0.1–0.25 eV above room temperature. Moreover, the difference in the plasma potential between both Langmuir probes is about 0.1 V while the corresponding distance is about 5 cm, very much higher than λ_{i-n} ; i.e. the radial electric field in the surroundings of the DEPA is higher than that in the bulk of the plasma. Hence, in the bulk of the plasma, the ion temperature should be close to room temperature as is usually considered [10, 11], while in the edge of the plasma, where the DEPA is placed, the ion temperature should be higher.

4. Check procedures

In order to ensure the validity of the proposed method in measuring the $I-V$ characteristic of a specific ion species in the plasma, we have checked the method in three different ways:

- (1) Devices for ion analysis based on mass spectrometry can determine the IEPDF using energy filters. In fact, our PSM controller program (MASOFT) can be commanded to measure the number of ions per second getting into the PSM as a function of the energy of the ions when the DEPA is biased to ground potential. This measurement can be normalized and, hence, gives another measurement of the IEPDF beginning at the plasma potential referred to the ground potential. For the plasma conditions in figure 2, the IEPDF begins at the plasma potential, which is equal to 1.3 V. This value coincides with that obtained from our second derivative of the $I-V$ ion characteristic. Hence, if the DEPA is biased to our measured plasma potential, the IEPDF obtained using MASOFT is referred to that plasma potential and can be compared with the one measured from the $I-V$ ion characteristic.

Figure 6 shows the good agreement between both functions. It implies that both the plasma potential and the ion temperature measured using both methods are quite similar. This ensures the validity of the proposed method.

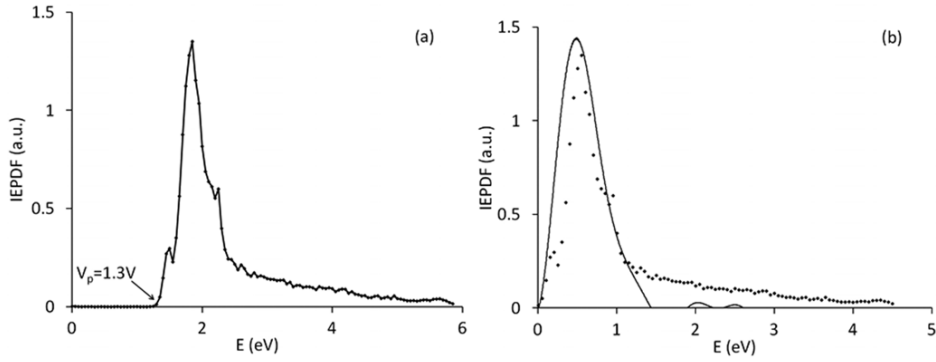


Figure 6. (a) IEPDF measured using mass spectrometer energy filter, with DEPA biasing potential referred to ground potential. (b) Comparison of the IEPDFs measured using the mass spectrometer energy filter, with DEPA biasing potential referred to plasma potential (dotted curve) (90 data), and by the proposed method, also referred to plasma potential (solid curve) (1576 data); gas: Ar, $P = 6.5$ Pa and $I_d = 6$ mA.

Table 1. Plasma potential measured for several ions under several plasma conditions.

P (Pa)	I_d (mA)	V_p (Ar^+)(V)	V_p (O^+)(V)	V_p (H_3O^+)(V)
4.5	5	0.97	1.02	1.15
5.5	5	1.3	1.27	1.13
4.5	7	0.92	0.93	0.8
5.5	7	0.99	1.04	1.08

Moreover, as can be seen in the figure, the accuracy in energy obtained from MASOFT is 20 data per eV, i.e. 0.05 eV. This value is not enough for low-temperature plasmas in which the ion temperature is close to that value and should be diminished. The proposed method increases the number of points included in the IEPDF to more than 300 data per eV.

- (2) The plasma potential in the neighborhood of the DEPA must be unique for particular plasma conditions. We have measured the plasma potential from the second derivative of the $I-V$ characteristics for several ion species present in the plasma, Ar^+ , O^+ and H_3O^+ . Table 1 shows the results obtained for these ions under several plasma conditions.

As can be seen, the differences in the plasma potential for these ions under the same plasma conditions are negligible as the estimated error in our plasma potential measurement is about 0.1 V. Hence, we can conclude that the plasma potential is unique in the surroundings of the DEPA. This also ensures the validity of the proposed method.

- (3) Finally, we have tested the influence of the DEPA biasing potential in the plasma. In this way, we have measured several magnitudes characterizing the plasma, as the plasma potential and the electron density and temperature, obtained from the $I-V$ characteristics of the two Langmuir probes placed in the discharge, as a function of the DEPA biasing potential, V_m .

Figure 7(a) shows that the plasma potential measured using both Langmuir probes does not depend on the DEPA biasing potential for values lower than 2 V. As can be seen, the plasma potential is always lower than these values. Moreover, figures 7(b) and (c) show that the DEPA biasing potential does not influence the electron density and temperature measured using both Langmuir probes even for values higher than 2 V. So we can conclude that under our experimental conditions, the DEPA biasing potential does not influence the plasma.

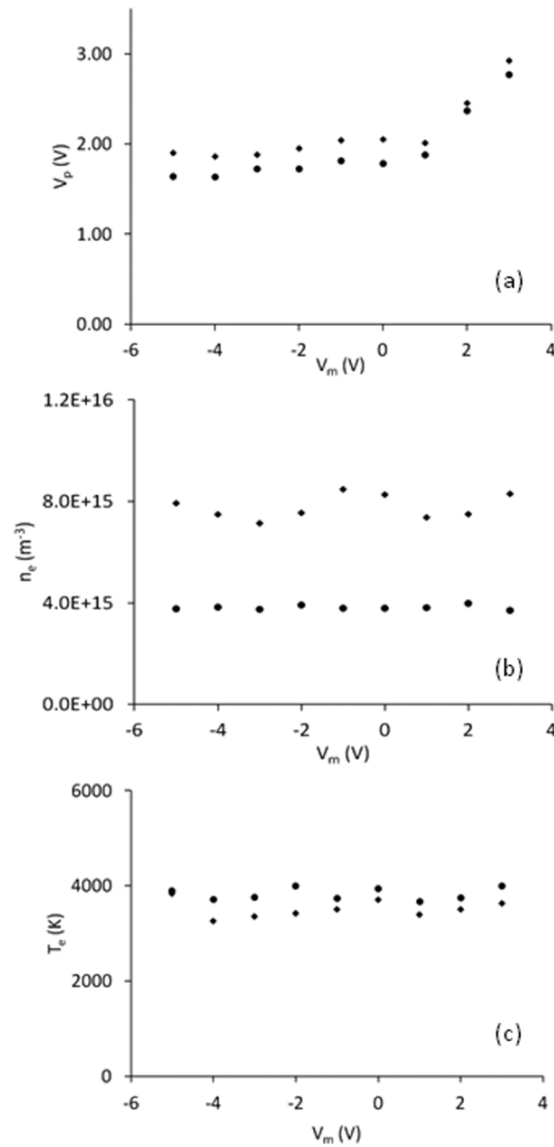


Figure 7. Several magnitudes measured using Langmuir probes (◆ probe-up and ● probe-down) as a function of the DEPA biasing potential. (a) Plasma potential; (b) electron density; (c) electron temperature; gas: Ar, $P = 5.5$ Pa and $I_d = 5$ mA.

5. Conclusions

We have proposed a method to measure a function related to the $I-V$ probe characteristic of several ion species in an Ar plasma. From that function, the plasma potential, the corresponding ion energy probability distribution function (IEPDF) and the ion temperature are obtained. The IEPDF values measured by this method are more accurate than those obtained from classical

mass spectrometry methods. This is important when low ion temperature plasmas are studied. Moreover we conclude that, for our plasma, the IEPDF can approach a Maxwellian distribution function in our discharge. Finally, all the measurement processes are controlled by a self-made Virtual Instrument developed in the LabView environment.

In addition, we have checked the validity of the proposed method in three different ways. (1) The plasma potential and the IEPDF obtained from the proposed method and from classical mass spectrometry methods are quite similar. (2) The plasma potential in the neighborhood of the DEPA does not depend on the ion measured. (3) The plasma conditions are not affected by the DEPA in the range of values which are used in our measurements.

Finally, the calibration of the proposed method, in order to obtain the ion density, and the diagnosis of electronegative ion species, using the proposed method, will be the subject of future investigations.

Acknowledgments

This work has been partially supported by the Spanish Ministerio de Ciencia e Innovación, Ref. No FIS2010-19951, and the Consejería de Innovación, Ciencia y Empresa de la Junta de Andalucía, Ref. No P07-TEP-02874 JA-CICE, Proyectos de Investigación de Excelencia.

References

- [1] Lee D, Oksuz L and Hershkowitz N 2007 *Phys. Rev. Lett.* **99** 155004
- [2] Oksuz L and Hershkowitz N 2002 *Phys. Rev. Lett.* **89** 145001
- [3] Ghim Y C and Hershkowitz N 2009 *Appl. Phys. Lett.* **94** 151503
- [4] Hollenstein Ch, Dorier J-L, Dutta J and Sansonnens L 1994 *Plasma Sources Sci. Technol.* **3** 278
- [5] Stoffels E, Stoffels W and Tachibana K 1998 *Rev. Sci. Instrum.* **69** 116
- [6] Gudmundsson J T 1999 *Plasma Sources Sci. Technol.* **8** 58
- [7] Demidov V I, Rastynskaia S V and Rypdal K 2002 *Rev. Sci. Instrum.* **73** 3409
- [8] Fernández Palop J I, Ballesteros J, Colomer V and Hernández M A 1995 *Rev. Sci. Instrum.* **66** 4625
- [9] Ballesteros J, Fernández Palop J I, Hernández M A and Morales Crespo R 2004 *Rev. Sci. Instrum.* **75** 90
- [10] Fernández Palop J I, Ballesteros J, Colomer V and Hernández M A 1996 *J. Appl. Phys.* **80** 4282
- [11] Ballesteros J, Fernández Palop J I, Hernández M A and Morales Crespo R 2006 *Appl. Phys. Lett.* **89** 101501
- [12] Godyak V A and Sternberg N 1990 *Phys. Rev. A* **42** 2299
- [13] Morales Crespo R, Fernández Palop J I, Ballesteros J, Hernández M A, Lucena Polonio M V and Díaz Cabrera J M 2010 *Plasma Sources Sci. Technol.* **19** 025012
- [14] Morales Crespo R, Fernández Palop J I, Hernández M A and Ballesteros J 2003 *J. Appl. Phys.* **94** 4788
- [15] Morales Crespo R, Fernández Palop J I, Hernández M A, Lucena Polonio M V and Ballesteros J 2008 *J. Appl. Phys.* **104** 083304
- [16] Swift J D and Schwar M J R 1970 *Electrical Probes for Plasma Diagnostic* (London: Iliffe Books) pp 77–80
- [17] Godyak V A and Demidov V I 2011 *J. Phys. D: Appl. Phys.* **44** 233001

COMUNICACIONES
ORALES, ESCRITAS
Y POSTERS A
CONGRESOS Y
JORNADAS

I Congreso Científico de Investigadores en Formación 2009




UNIVERSIDAD DE CORDOBA
I Congreso Científico de Investigadores en Formación 2009
ESTUDIO Y MEDIDA DE LAS CARACTERÍSTICAS I-V IÓNICAS DE PLASMAS MEDIANTE ESPECTROMETRÍA DE MASAS
 ELABORADA POR: MARÍA VANESSA LUCENA POLONIO
 DIRIGIDA POR: JOSÉ IGNACIO FERNÁNDEZ PALOP
 M. VANESSA LUCENA POLONIO 1

APLICACIONES

- ❖ Diagnóstico de plasmas
- ❖ Verificación experimental de modelos teóricos de vainas.
- ❖ Tratamiento de superficies en atmósfera de plasma, fabricación de semiconductores y microprocesadores.
- ❖ Tratamiento de desechos.
- ❖ Tecnología de alimentos.
- ❖ Desinfección.
- ❖ Iluminación.

M. VANESSA LUCENA POLONIO 2

OBJETIVOS

- ✓ ANÁLISIS DE LAS ESPECIES IÓNICAS DEL PLASMA.
- ✓ MEDICIÓN DE LA CARACTERÍSTICA IÓNICA.
- ✓ OBTENCIÓN DE LA FUNCIÓN DE DISTRIBUCIÓN IÓNICA.
- ✓ OBTENCIÓN DE LA TEMPERATURA IÓNICA.
- ✓ OBTENCIÓN DE LA DENSIDAD IÓNICA.
- ✓ OBTENCIÓN DEL POTENCIAL DEL PLASMA.
- ✓ COMPARACIÓN CON LOS RESULTADOS QUE EXISTEN HASTA AHORA.

M. VANESSA LUCENA POLONIO 3

DISPOSITIVO EXPERIMENTAL

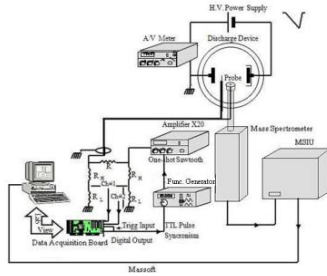


Fig. 8. Esquema del dispositivo experimental.
M. VANESSA LUCENA POLONIO 4

DISPOSITIVO EXPERIMENTAL

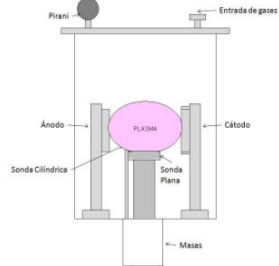
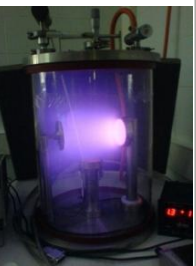



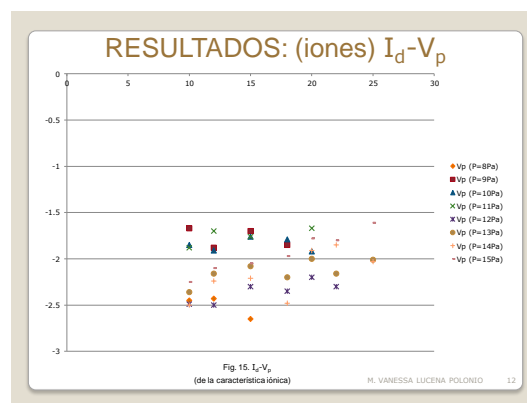
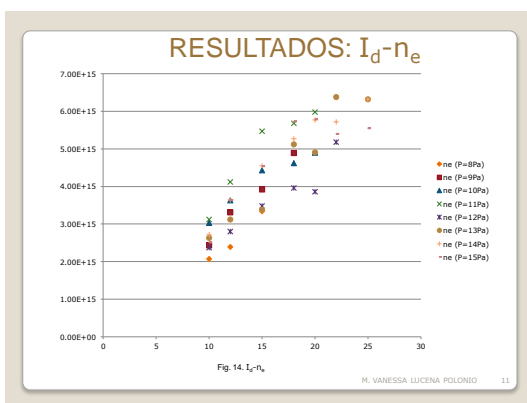
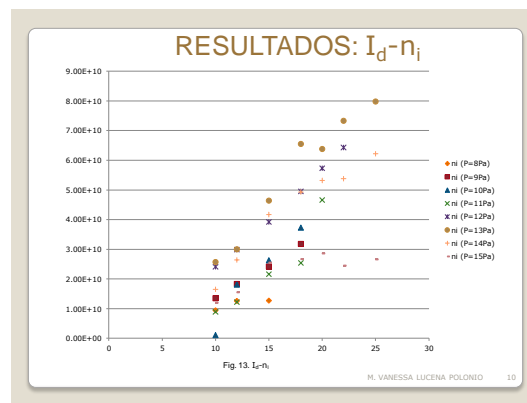
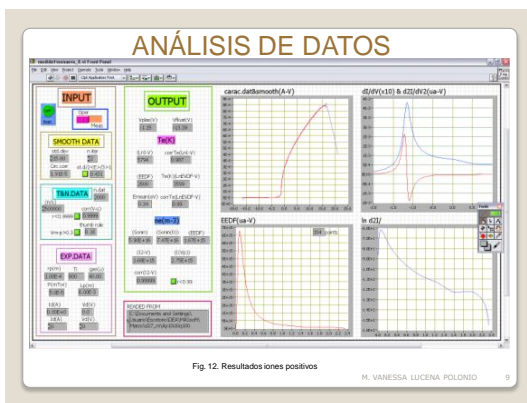
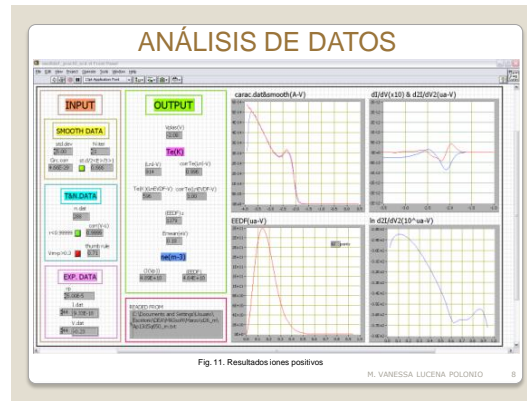
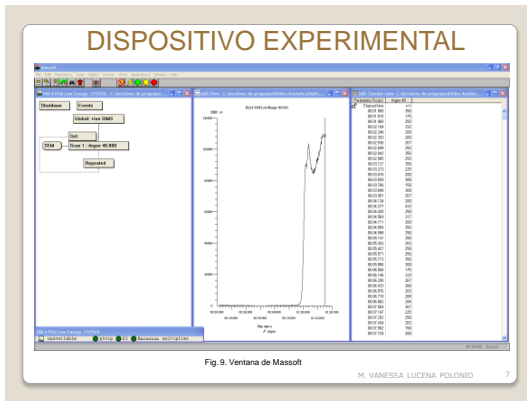
Fig. 6. Cámara del dispositivo experimental donde se encuentra el plasma.
M. VANESSA LUCENA POLONIO 5

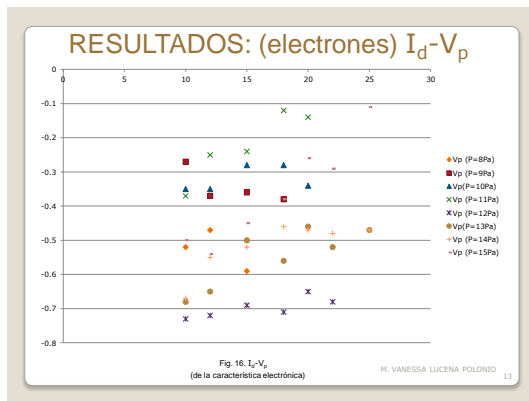
Fig. 7. Cámara del dispositivo experimental.
M. VANESSA LUCENA POLONIO 5

DISPOSITIVO EXPERIMENTAL



Fig. 10. Dispositivo experimental.
M. VANESSA LUCENA POLONIO 6





CONCLUSIONES

- Concluimos:
- Se ha hecho una revisión bibliográfica para estudiar los antecedentes y la situación actual del tema objeto de estudio.
 - Se ha puesto a punto el sistema de análisis de iones por espectrometría de masas con sonda polarizada.
 - Se ha medido por primera vez características por especies iónicas positivas mediante técnicas de espectrometría de masas.
- M. VANESSA LUCENA POLONIO 14

CONCLUSIONES

- Que para el tratamiento de estas características iónicas y obtención de resultados hemos usado las mismas teorías que para las clásicas características electrónicas. (EDF maxweliana en ambos).
 - Se ha desarrollado un programa en LabView para realizar estos tratamientos.
- M. VANESSA LUCENA POLONIO 15

FIN
FIN

Diagnosis de Especies Iónicas en Plasmas a Baja Presión

M. V. Lucena-Polonio, J. M. Díaz-Cabrera, J. I. Fernández Palop y J. Ballesteros

Departamento de Física, Universidad de Córdoba. Campus Universitario de Rabanales, Edificio C2, 14071 Córdoba, España

Objetivos

Este trabajo propone un método de medida de la característica I - V de una sonda plana para cada uno de las especies iónicas presentes en un plasma de baja presión usando un espectrómetro de masas como amperímetro cuya sonda puede ser polarizada. De las características I - V se obtiene la correspondiente Función de Distribución de Energía (IEDF) de cada una de las especies iónicas en el plasma con una sensibilidad en energía por debajo de los 0.015 eV. Además se obtiene el correspondiente potencial del plasma, la densidad y la temperatura iónicas.

Introducción

El procesamiento de materiales con plasma es una tarea muy compleja porque incluye plasmas con múltiples especies iónicas. Para controlar y mejorar esos procesos tecnológicos, es necesario mejorar los métodos de diagnóstico de plasmas para la determinación del potencial del plasma, la distribución de campo eléctrico en el plasma y la función de distribución de energía de cada especie cargada en el plasma, electrones e iones, los cuales nos permiten determinar sus correspondientes densidades y temperaturas. En la diagnosis los sistemas de análisis de iones basados en espectrometría de masas son usados frecuentemente porque permiten hacer un estudio por separado para cada especie iónica en el plasma y determinan la IEDF con una sensibilidad de 0.5 eV. Este valor no es suficiente para plasmas a baja temperatura y debe disminuirse. También se usa el método de la característica I - V de sondas de Langmuir, que no son útiles en plasmas constituidos por varias especies iónicas, porque, la corriente iónica es muy pequeña, difícil de medir y no permiten discriminar qué parte de la corriente medida se corresponde con cada especie iónica por ser la superposición de todas ellas. Además, esas medidas son necesarias para entender el flujo de iones a la frontera del plasma para mejorar los estudios de interacciones del plasma con la pared [1]. La diagnosis de plasmas donde varias especies iónicas están presentes debe ser desarrollada porque, incluso en el caso de un plasma constituido sólo por una especie de gas, Argon por ejemplo, hay presentes siempre otros gases como impurezas, o como aire residual, o restos debido a la pulverización de la descarga proveniente de las paredes o de los electrodos. Desde este punto de vista, la medida de la característica I - V de una especie iónica es de gran interés porque se corresponde con el flujo de esos iones a la sonda del espectrómetro de masas (la cual juega el

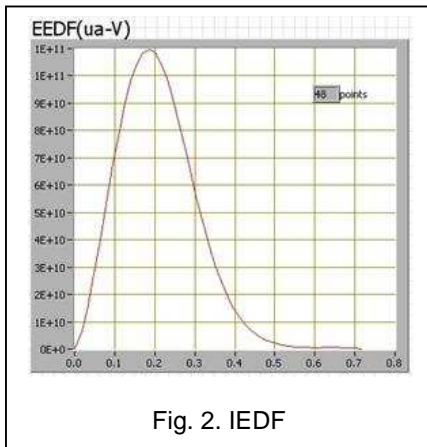


Fig. 2. IEDF

El tratamiento de estas medidas lo hacemos usando un instrumento virtual desarrollado al efecto. Primero suaviza la característica I-V, después obtiene la primera y la segunda derivada de dicha característica ya suavizada. De la condición $d^2 I/dV^2 = 0$, obtenemos el potencial del plasma, V_p . Y de la segunda derivada se obtiene la IEDF [3], Fig. 2, con una sensibilidad en energía cercana a los 0.015 eV. Por integración de la IEDF se obtiene además la densidad iónica de Ar^+ y su temperatura.

Podemos concluir que la IEDF puede aproximarse a una función de distribución Maxwelliana y por tanto estos resultados para los iones se pueden comparar con los que se obtienen por otros métodos clásicos aplicados hasta ahora solo al caso de electrones [3], existiendo muy buen acuerdo entre ambas medidas.

Aportaciones y conclusiones

Hemos medido características I-V por especies iónicas, muy útil en el estudio de la superficies de materiales. Con ello se inicia la tesis doctoral y se espera publicar tres artículos, uno con el método de medida, ya enviado, otro estudiando iones positivos y otro para el caso de iones negativos.

Bibliografía

- [1] D. Lee, L. Oksuz and N. Hershkowitz, Phys. Rev. Lett. **99**,155004 (2007).
- [2] J. I. Fernández Palop, J. Ballesteros, V. Colomer and M. A. Hernández, J. Appl. Phys. **80**, 4282 (1996).
- [3] J. I. Fernández Palop, J. Ballesteros, V. Colomer and M. A. Hernández, Rev. Sci. Instrum. **66**, 4625 (1995).

XX ESCAMPIG, Novi Sad 2010



Diagnostic of Ion Species in Low Pressure Plasmas

M. V. Lucena-Polonio, J. M. Díaz-Cabrera, J. Ballesteros, J. I. Fernández Palop, R. Morales Crespo and M. A. Hernández

Departamento de Física, Universidad de Córdoba, Spain
f02lupom@uco.es

Objectives

This work proposes a method to measure I - V characteristic of a plane probe for each ion specie present in low-pressure plasma by using a mass spectrometer as an ammeter whose probe entrance can be biased at an arbitrary electric potential. From the I - V characteristics, the corresponding Ion Energy Distribution Function (IEDF) of each one of the ion species composing the plasma is determined with an accuracy in energy lower than 0.015 eV. Moreover, the plasma potential, and ion density and temperature are obtained.

Introduction

The plasma processing of materials is a very complex task because it involves plasmas with multiple species of ions. In order to control and improve those technological processes, it is necessary to improve plasma diagnostic methods to determine the plasma potential, the electric field distribution in the plasma and the energy distribution function of each charged specie composing the plasma, both electrons and ions, which let us to determine their corresponding densities and temperatures. In this way, systems for ion analysis based in mass spectrometry are often used because they let to study each one of the multiple specie of ions in the plasma separately. In fact, these instruments can determine the IEDF by using energy filters. Nevertheless, there usual accuracy in energy is about 0.1 eV. This value is not enough for low temperature plasmas and should be diminished. Langmuir probes methods are still being widely used to diagnostic plasmas, even in the case of electronegative plasmas or in those where the positive ion temperature should be considered [1,2]. Nevertheless, Langmuir probes methods are not so useful in plasmas constituted by multiple ion species, because, the ion current is very small and difficult to be measured, and furthermore, it is the superposition of the current due to the several ion species in the plasma, so these methods are unable to discriminate what part of the measured current corresponds to each ion specie. Moreover, these measurements are necessary to understand the flow of ions reaching the probe surface in order to understand the interaction between the plasma and a surface immersed in it [3]. So, diagnostic methods of plasmas composed of several ion species must be developed because, even in the case of plasma formed by only one kind of gas, Argon for example, there are always other gases present as impurities due to residual air or sputtering from the walls or electrodes of the discharge. From this point of view, the measure of the I - V characteristic of a single ion specie is of great interest because it corresponds to the flow of these ions to the mass spectrometer probe (which play the role of the surface to be processed) as a function of the biasing potential.

Method

We present a method for measuring the I - V characteristic of a plane probe for each of the ion species in a low pressure plasma by using a mass spectrometer as an ammeter whose probe can be biased at an arbitrary electric potential. A mass spectrometer, Hyden Analytical Sampling Plasma Mass Spectrometer (PSM), PSM003 model, provided with a Hyden Analytical Driven Electrode Probe Accessory (DEPA), is used. The PSM is tuned for maximum

number of counts per second. Once the tuning is done, none of the tuning parameters are modified (extractor, energy, mass, lens, focus...). The DEPA is immersed in the plasma and is biased in potential. It is provided of a 50 μm radius orifice, through which molecules and ions enter to the PSM. This radius is lower than the corresponding Debye length of the plasma, thus, the irregularities in the electric field of the mass spectrometer DEPA due to the orifice are shielded by the sheath surrounding it. Therefore, the mass spectrometer will measure the flow of an ion specie passing through the orifice, which plays the role of a plane probe, for each biasing potential. The I - V characteristic of the corresponding ion specie can thus be measured.

In order to use Langmuir probe diagnostic methods we first smooth the I - V characteristic. Figure 1 shows the measured and smoothed data of an Ar^+ ion I - V characteristic measured in an Argon DC discharge. Then the first and second derivative of the smoothing characteristic are obtained. From the condition $d^2I/dV^2 = 0$, we obtain the plasma potential V_p , and finally the IEDF [4], see Fig 2, with an energy sensitivity closer to 0.015 eV. By integrating the IEDF, Ar^+ ion density and temperature are obtained.

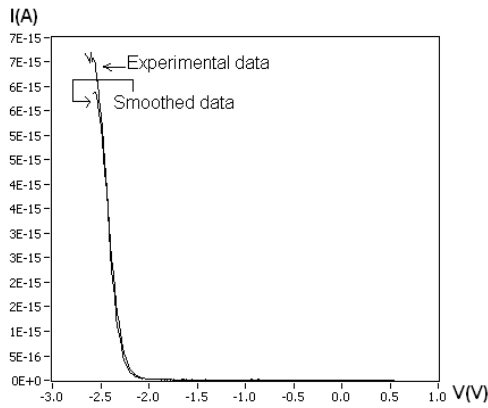


Fig. 1: Measured and smoothed data of an Ar^+ ion I - V characteristic

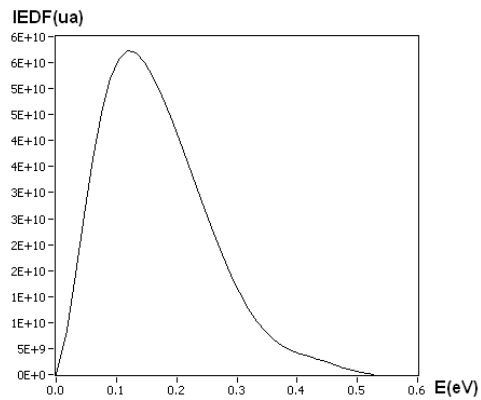


Fig. 2: IEDF: Ar^+ Ion Energy Distribution Function

Contributions and conclusions

We have measured I - V characteristics of several ion species in an Ar plasma and the corresponding IEDF is obtained. We conclude that the IEDF can be approximated to a Maxwellian distribution function. The results obtained for the ions from the IEDF, density and temperature, have been compared with those obtained by other classical probe methods, [4]. There is very good agreement between both results.

References

- [1] J. Ballesteros, J. I. Fernández Palop, M. A. Hernández, and R. Morales Crespo, Appl. Phys. Lett. **89**,101501 (2006).
- [2] J. I. Fernández Palop, J. Ballesteros, V. Colomer and M. A. Hernández, J. Appl. Phys. **80**, 4282 (1996).
- [3] D. Lee, L. Oksuz and N. Hershkowitz, Phys. Rev. Lett. **99**,155004 (2007).
- [4] J. I. Fernández Palop, J. Ballesteros, V. Colomer and M. A. Hernández, Rev. Sci. Instrum. **66**, 4625 (1995).



DIAGNOSTIC OF ION SPECIES IN LOW PRESSURE PLASMAS

M. V. Lucena-Polonio, J. M. Díaz-Cabrera, J. Ballesteros, J. I. Fernández Palop, R. Morales Crespo and M. A. Hernández
 Department of Physics, University of Córdoba, Córdoba, Spain



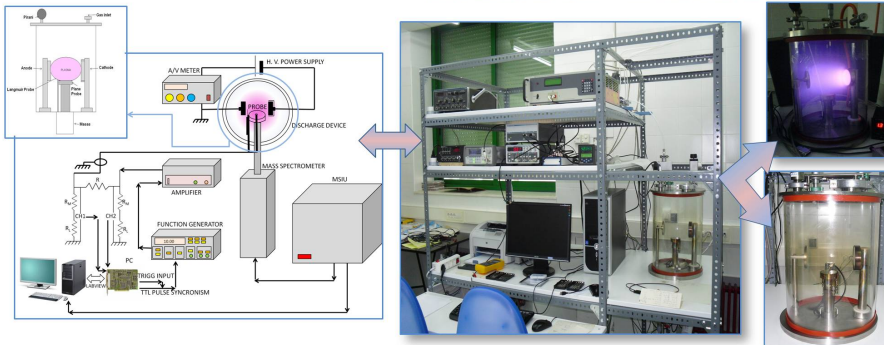
OBJETIVES

- ◆ This work proposes a method to measure *I-V characteristic of a plane probe for each ion specie* present in low-pressure plasma by using a mass spectrometer as an ammeter whose probe entrance can be biased at an arbitrary electric potential.
- ◆ From the *I-V characteristics*, the corresponding *Ion Energy Distribution Function (IEDF) of each one of the ion species* composing the plasma is determined with an accuracy in energy lower than 0.015 eV.
- ◆ The plasma potential, and ion density and temperature are obtained.

INTRODUCTION

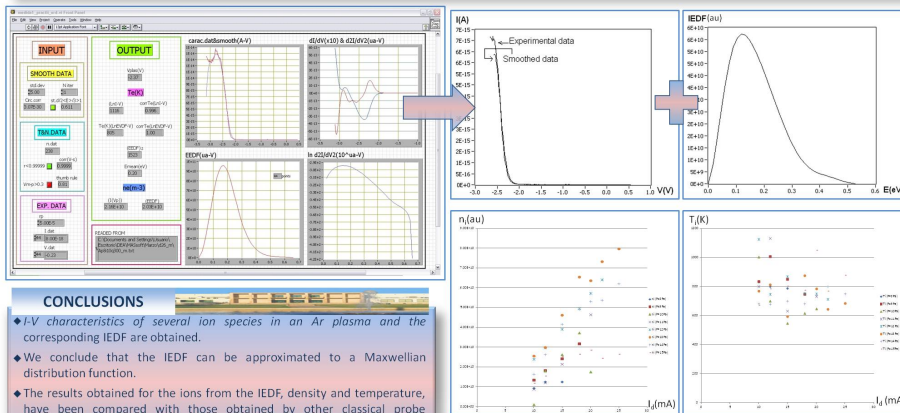
- ◆ The plasma processing of materials is a very complex task because it involves plasmas with multiple species of ions.
- ◆ It is necessary to improve *plasma diagnostic methods* to determine the plasma potential, the electric field distribution in the plasma and the energy distribution function of each charged specie composing the plasma, both electrons and ions.
- ◆ This let us to determine their corresponding *densities and temperatures*.
- ◆ Diagnostic methods of plasmas composed of several ion species must be developed because there are always other gases present as impurities due to residual air or sputtering from the walls or electrodes of the discharge.
- ◆ The measure of the *I-V characteristic of a single ion specie* is of great interest because it corresponds to the flow of these ions to the mass spectrometer probe (which play the role of the surface to be processed) as a function of the biasing potential.

EXPERIMENTAL SETUP



RESULTS

We present a method for measuring the *I-V characteristic of a plane probe for each of the ion species* in a low pressure plasma by using a mass spectrometer as an ammeter whose probe can be biased at an arbitrary electric potential.



CONCLUSIONS

- ◆ *I-V characteristics of several ion species in an Ar plasma and the corresponding IEDF* are obtained.
- ◆ We conclude that the IEDF can be approximated to a Maxwellian distribution function.
- ◆ The results obtained for the ions from the IEDF, density and temperature, have been compared with those obtained by other classical probe methods.
- ◆ There is very good agreement between both results.

This work has been supported by the Consejería de Innovación, Ciencia y Empresa, JUNTA DE ANDALUCÍA, Ref. No P07-TEP-02874 JA-CICE: Conv. 2007, Proyectos de Investigación de Excelencia.

ICPIG 2011
Conference, Belfast
2011

Diagnostic of Ion Species in Low Pressure Plasmas

M. V. Lucena-Polonio, J. M. Díaz-Cabrera, J. I. Fernández Palop, R. Morales Crespo, M. A. Hernández, and J. Ballesteros

Departamento de Física, Universidad de Córdoba, Spain

This work proposes a method to measure the I - V characteristic of a plane probe for each ion specie present in a low-pressure plasma, by using as the ammeter a mass spectrometer whose probe entrance can be biased at an arbitrary electric potential. From the I - V characteristics, the corresponding Ion Energy Distribution Function of each ion species in the plasma is obtained. Moreover, the corresponding ion temperature and the plasma potential are obtained.

1. Introduction

The plasma processing of materials is a very complex task because it involves plasmas with multiple species of ions. In order to control and improve those technological processes, it is necessary to improve the plasma diagnosis methods for the determination of the plasma potential. These methods should determine the electric field distribution, and the energy distribution function of each charged specie present in the plasma, both electrons and ions, which lets us to determine their corresponding densities and temperatures. In this way, systems for ion analysis based in mass spectrometry are commonly used because they allow to study each one of the multiple species of ions present in the plasma separately. In fact, these instruments can determine the IEDF (Ion Energy Distribution Function) by using energy filters. Nevertheless, their usual accuracy in energy is about 0.1 eV. This value is not accurate enough in low temperature plasmas and should be diminished. Langmuir probe methods are still being widely used in plasma diagnostic, even in the case of electronegative plasmas or in those in which the positive ion temperature should be considered [1,2]. Nevertheless, Langmuir probe methods are not so useful in multicomponent plasmas since the ion current is very small and so difficult to be measured. Furthermore, it is the superposition of the current due to the several ion species present in the plasma. So, all these methods are unable to discriminate which part of the measured current correspond to each ion specie. In any case, these kind of measurements are necessary to understand the plasma-wall interaction in which the plasma processing of materials is based [3]. Even in the case of monocomponent plasmas, such as Argon plasmas, there are always other gases present as impurities due to the residual air or the sputtering

from the walls or electrodes of the discharge. From this point of view, the measurement of the I - V characteristic of an specific ion specie is of great technological interest since it gives information of the flow of these specific ions to the surface to be processed, as a function of the biasing potential.

2. Method

We present a method to measure the I - V characteristic of a plane probe for each one of the ion species present in low pressure Ar plasma by using as the ammeter a mass spectrometer whose probe entrance can be biased at an arbitrary electric potential. A mass spectrometer, Hyden Analytical Sampling Plasma Mass Spectrometer (PSM), PSM003 model, provided with a Hyden Analytical Driven Electrode Probe Accessory (DEPA), is used. The PSM is tuned to provide maximum number of counts per second. Once the tuning is done, none of the tuning parameters are modified. The DEPA is immersed in the plasma and is biased in potential. It is provided with a 50 μm radius orifice, through which molecules and ions enter the PSM. This radius is lower than the Debye length of the plasma, and thus, the irregularities in the electric field due to the orifice are shielded by the sheath surrounding the mass spectrometer DEPA. Therefore, the mass spectrometer will measure the flow of an ion specie passing through the orifice, which plays the role of a plane probe, for each biasing potential. The I - V characteristic of the corresponding ion specie can thus be measured.

In order to use the Langmuir probe diagnostic methods we first smooth the ion I - V characteristic. Then the first and second derivative of the smoothed characteristic are obtained. From the condition $d^2I/dV^2 = 0$, the plasma potential, V_p , is obtained and finally the IEDF [4] is determined. We can measure 750 points for a total variation of about 1.4V of the

biasing electric potential of the probe. By integrating the IEDF, the ion temperature of the specific ion specie which is being analyzed is obtained.

3. Experimental setup and results

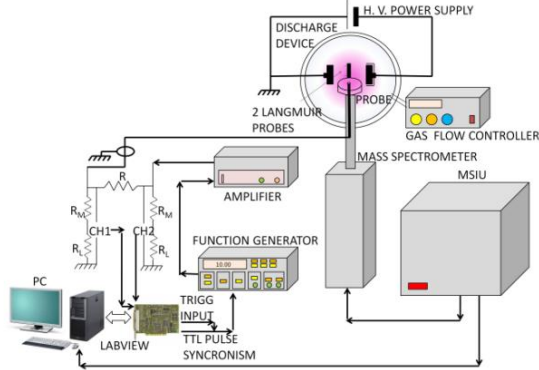


Fig. 1. Experimental setup.

Fig. 1 shows the experimental setup. As can be seen, we have set two Langmuir probes. One of them is in the bulk of the plasma (probe 1) and the other one is just above of the orifice of the mass spectrometer probe entrance (probe 2) in order to compare with the results obtained from the mass spectrometer. The Langmuir probes let us to measure the I - V probe characteristic from which we can obtain the plasma potential, the electron density, the electron temperature and the floating potential, in the points where those Langmuir probes are placed.

Three consecutive measurements are made, which we will analyze for the case of an Argon DC discharge:

1. The Ar^+ IEDF is measured with the mass spectrometer program, Massoft, which is shown in Fig. 3.
2. The Ar^+ ion I - V characteristic is measured by using a software developed by us, and is shown in Fig. 2. From this characteristic we can obtain the IEDF. This measurement is more accurate than the one done with Massoft (Fig. 3). As we mentioned before, we measure about 750 points in 1.4 V while Massoft give us about 30 point in the same range.

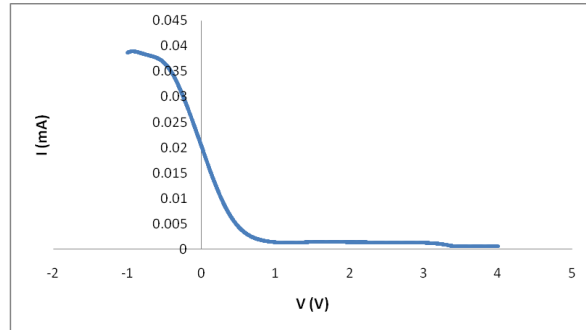


Fig. 2. Ar^+ I - V Characteristic for a 6.5 Pa pressure and 10 mA discharge current Argon DC discharge plasma, referred to the plasma potential.

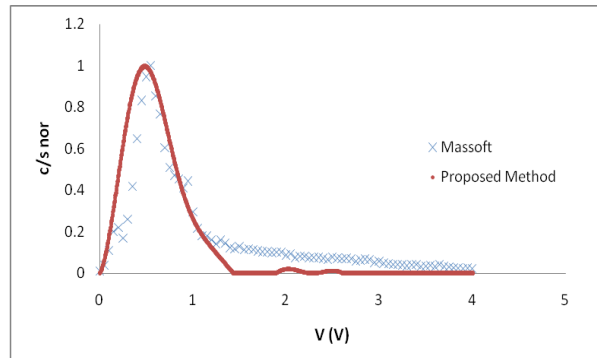


Fig. 3. Ar^+ IEDF measured with the mass spectrometer (cross) and with the proposed method (dots).

Fig. 4 represents the logarithm of the second derivate of the ion I - V characteristic, showing a linear behavior, corresponding to a Maxwellian IEDF, for a relative large range of energies.

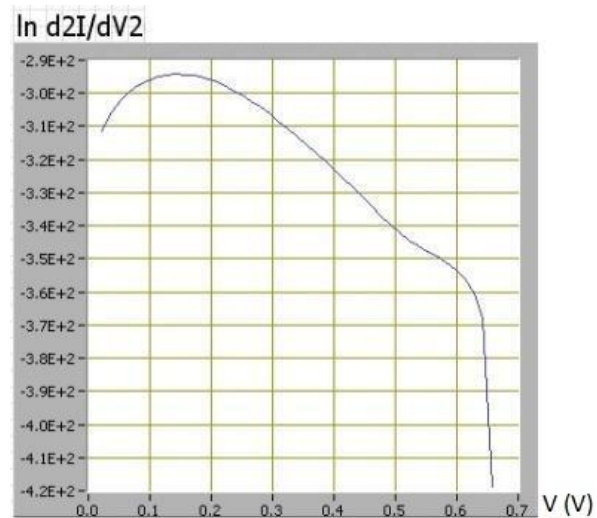


Fig. 4. $\text{Ln}[d^2I/dV^2]$ versus V .

The plasma potential can be obtained from the ion Ar^+ I - V characteristic (see Fig.

- 2). The Ar^+ ion temperature is obtained from the IEDF. The conditions in which the results shown in Fig. 2 and 3 were obtained for $I_d=6.5$ mA discharge current and $P=10$ Pa pressure. The plasma potential is 1.32V, the Ar^+ ion temperature is 4500K.
3. We have two I - V characteristics measured by using the two Langmuir probes. To measure with the Langmuir probe, DEPA is biased at the floating potential in order to diminish the influence of the DEPA in the plasma. The results of one of them (probe 2) agree with the results of the mass spectrometer because this probe is placed just above the mass spectrometer probe entrance.

Finally, we have checked the method in two different ways:

- The plasma potential must be unique for a particular plasma conditions. We have measured the plasma potential with the I - V characteristic of the Ar^+ ion specie and with other positive ions, O^+ and H_3O^+ in the same plasma.

Table 1 shows the results for these ions.

n_e	$V_p(\text{Ar}^+)(\text{V})$	$V_p(\text{O}^+)(\text{V})$	$V_p(\text{H}_3\text{O}^+)(\text{V})$
1.98E+15	0.97	1.02	1.15
2.98E+15	0.92	0.93	0.8
2.32E+15	1.3	1.27	1.13
3.67E+15	0.99	1.04	1.08

Table 1. Plasma potential measured for different ion species present in the plasma.

The differences in the plasma potential for these ions in the same plasma are negligible as we have an error in the plasma potential of 0,1V, so we can conclude that the plasma potential is unique.

- The other question that should be considered is the effect of the DEPA biasing potential in the plasma and its possible influence and perturbation. Obviously, there is an influence due to the DEPA biasing potential (V_m) but we will show that this influence is negligible for the V_m values which are used to measure the ion I - V characteristic.

In this way, we have done a sweep of the DEPA potential, V_m , while we measure the plasma potential with the Langmuir probes. The results can be seen in the Fig. 5.

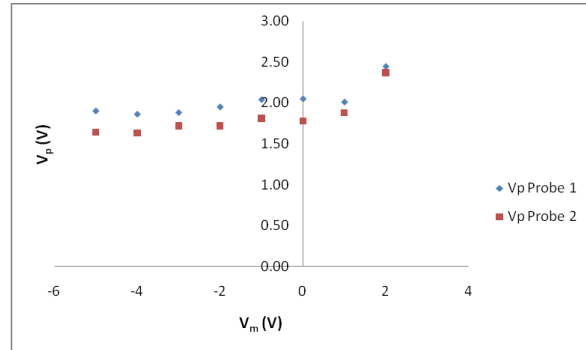


Fig. 5. Representation of V_p versus V_m .

As can be seen in Fig. 2, the potential in the Ar^+ I - V characteristic measured with the DEPA goes from -1V to 1.5V, and the plasma potential measured by the two Langmuir probes is constant in this range of variation of V_m , and is constant even outside of this range.

We have also checked that the electron density (n_e), electron temperature (T_e), and floating potential (V_f), measured with the two Langmuir probes, do not depend on V_m . Figs. 6, 7 and 8 show this fact.

So, we can conclude that the mass spectrometer has not influenced our results.

These results were obtained for 5.5 Pa pressure and 5 mA discharge current.

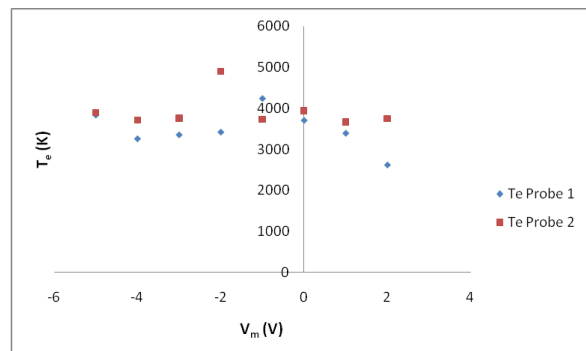
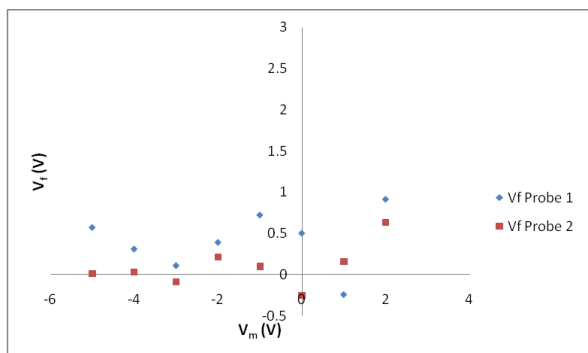
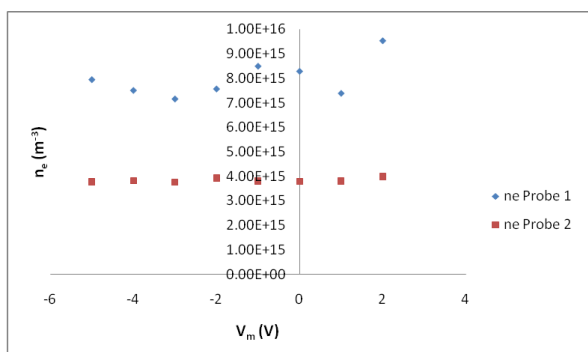


Fig. 6. Representation of T_e versus V_m .

Fig. 7. Representation of V_f versus V_m .Fig. 8. Representation of n_e versus V_m .

3. Contributions and conclusions

We have measured the I - V probe characteristic and the corresponding IEDF of several ion species in an Ar plasma by using the DEPA more accurate than those obtained from classical mass spectrometry methods. We conclude that the IEDF can be approached to a Maxwellian distribution function.

Besides, we have verified that the plasma conditions are not affected by the biasing potential of the mass spectrometer probe entrance (DEPA) in the range of values which are used to measure the ion I - V probe characteristic.

4. References

- [1] J. Ballesteros, J. I. Fernández Palop, M. A. Hernández, and R. Morales Crespo, Appl. Phys. Lett. **89**,101501 (2006).
- [2] J. I. Fernández Palop, J. Ballesteros, V. Colomer and M. A. Hernández, J. Appl. Phys. **80**, 4282 (1996).
- [3] D. Lee, L. Oksuz and N. Hershkowitz, Phys. Rev. Lett. **99**,155004 (2007).
- [4] J. Ballesteros, J. I. Fernández Palop, M. A. Hernández, R. Morales Crespo and S. Borrego del Pino, Review of Scientific Instruments Volumen 75, Number 1 (2004).

[5] J. I. Fernández Palop, J. Ballesteros, V. Colomer and M. A. Hernández, Rev. Sci. Instrum. **66**, 4625 (1995).

5. Acknowledge

This work has been partially supported by the Spanish Ministerio de Ciencia e Innovación, Ref. No FIS2010-1995, and by the Consejería de Innovación, Ciencia y Empresa de la Junta de Andalucía, Ref. No P07-TEP-02874 JA-CICE: Conv. 2007, Proyectos de Investigación de Excelencia.



THE DIAGNOSIS OF ION SPECIES IN LOW PRESSURE PLASMAS

M V Lucena-Polonio, J M Díaz-Cabrera, J I Fernández Palop, R Morales Crespo, M

A Hernández, and J Ballesteros

Department of Physics, University of Córdoba, Córdoba, Spain



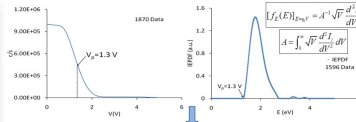
OBJECTIVES

- This work proposes a method to measure *I-V characteristic of a plane probe for each ion specie* present in low-pressure plasma by using a mass spectrometer as an ammeter whose probe entrance can be biased at an arbitrary electric potential.
- From the *I-V characteristics*, the corresponding *Ion Energy Probability Distribution Function (IEPDF) of each one of the ion species* composing the plasma is determined.
- The plasma potential and temperature are obtained.
- The method will be tested by three different ways.

INTRODUCTION

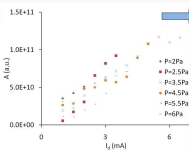
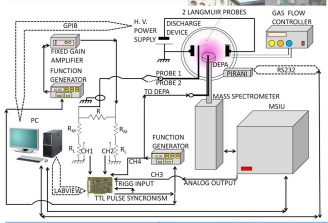
- The plasma processing of materials is a very complex task because it involves plasmas with multiple species of ions [1] y [2].
- Diagnostic methods of plasmas composed of several ion species must be developed because there are always other gases present as impurities due to residual air or sputtering from the walls or electrodes of the discharge.
- The measure of the *I-V characteristic of a single ion specie* is of great interest because it corresponds to the flow of these ions to the mass spectrometer probe (which plays the role of the surface to be processed in a coating device) as a function of the biasing potential. [3]

RESULTS

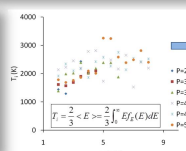


- The PSM measures the IEPDF of a specific ion specie by using energy filters.
- This IEPDF begins at plasma potential (referred to ground potential).
- The plasma potential coincides with the one obtained from the zero of the second derivative of the I-V characteristic.

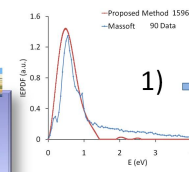
EXPERIMENTAL SETUP



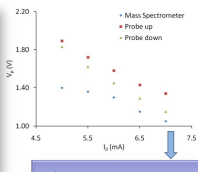
- Linear behaviour, as expected for the ion density.
- We can conclude that A is proportional to the ion density.
- A calibration constant is needed.



- As expected, it presents a low dependence on the discharge dc current.



- DEPA is biased to the V_p measured from the I-V characteristic.
- So both IEPDF are referred to V_p and can be compared.
- V_p and T_e are in good agreement.
- Number of data:
 - Masssoft: 20 data/eV. Should be increased for low temperature plasmas.
 - Proposed method: more than 300 data/eV.



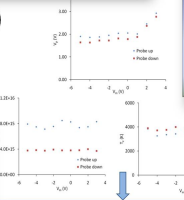
- The values follow a similar evolution.
- Values obtained for probe down are similar to those obtained from the ion I-V, since the estimated error for V_p is 0.1 V; [4] y [5]

CONCLUSIONS

- I-V characteristics of several ion species in an Ar plasma and the corresponding IEPDF (Maxwellian) are obtained.
- The results obtained for the ions from the IEPDF, temperature, have been compared with those obtained by other classical probe methods.
- Besides, we have tested the goodness of the proposed method by three different ways:
 - The plasma potential and the IEPDF obtained from the proposed method and from classical mass spectrometry methods are quite similar.
 - The plasma potential in the neighborhoods of the DEPA does not depend on the ion measured.
 - The plasma conditions are not affected by the DEPA in the range of values which are used in our measurements.

P (Pa)	I_i (mA)	V_p (Ar)(V)	V_p (O ⁺)(V)	V_p (H ₂ O ⁺)(V)
4.5	5	0.97	1.02	1.15
5.5	5	1.3	1.27	1.13
4.5	7	0.92	0.93	0.8
5.5	7	0.99	1.04	1.08

- The plasma potential in the surrounding of the DEPA must be unique for a particular plasma condition.
- The differences in V_p for these ions, under the same plasma conditions, are negligible since the estimated error for V_p is 0.1 V.



- The plasma potential does not depend on V_m for $V_m < 2$ V. In our case $V_p < 2$ V.
- V_m does not influence in the values obtained for T_e and n_{e0} even for values of $V_m > 2$ V.

REFERENCES

- Lee D, Oksuz L and Hershkowitz N 2007 *Phys. Rev. Lett.* **99** 155004.
- E Stoffels, W W Stoffels and K Tachibana, 1998 *Rev. Sci. Instrum.* **69** (1)
- Fernández Palop J I, Ballesteros J, Colomer V and Hernández M A 1996 *J. Appl. Phys.* **29**, 2832-2840.
- J Gudmundsson 1999 *Plasma Sources Sci. Technol.* **8**, 58-64.
- Godyak V A and Sternberg N 1990 *Phys. Rev. A* **42** 2299-312.

This work has been supported by the Consejería de Innovación, Ciencia y Empresa, JUNTA DE ANDALUCÍA, Ref. No P07-TEP-02874 JA-CICE; Conv. 2007, Proyectos de Investigación de Excelencia and by the Spanish Ministerio de Ciencia e Innovación. Ref. No FIS2010-19951

38th EPS Conference Plasma Physics



European Physical Society
38th Conference on Plasma Physics
27th June – 1st July 2011

Fig. 1. Experimental setup.

Fig. 1 shows the experimental setup. As can be seen, we have set two Langmuir probes. One of them is in the bulk of the plasma (probe 1) and the other one is just above of the orifice of the mass spectrometer probe entrance (probe 2) in order to compare with the results obtained from the mass spectrometer. The Langmuir probes let us to measure the $I-V$ probe characteristic from which we can obtain the plasma potential, the electron density, the electron temperature and the floating potential, in the points where those Langmuir probes are placed.

Three consecutive measurements are made, which we will analyze for the case of an Argon DC discharge:

1. The Ar^+ IEPDF is measured with the mass spectrometer program, Massoft, which is shown in Fig. 3.
2. The Ar^+ ion $I-V$ characteristic is measured by using a software developed by us, and is shown in Fig. 2. From this characteristic we can obtain the IEPDF. This measurement is more accurate than the one done with Massoft (Fig. 3). We measure about 750 points in 1.4 V while Massoft give us about 30 point in the same range.

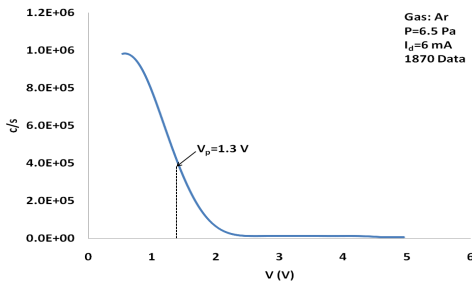


Fig. 2. Ar^+ $I-V$ Characteristic for a 6.5 Pa pressure and 10 mA discharge current Argon DC discharge plasma, referred to the plasma potential.

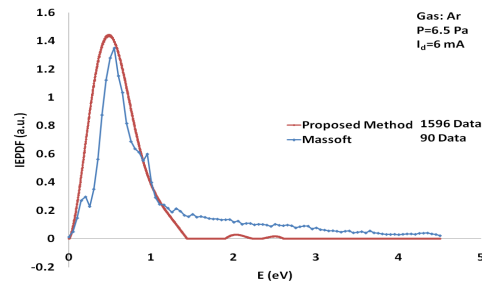


Fig. 3. Ar^+ IEPDF measured with the mass spectrometer (cross) and with the proposed method (dots).

The plasma potential can be obtained from the ion Ar^+ $I-V$ characteristic (see Fig. 2). The Ar^+ ion temperature is obtained from the IEPDF. The conditions for which the results shown in Fig. 2 and 3 were obtained were $I_d=10\text{mA}$ discharge current and $P=6.5\text{Pa}$ pressure. The plasma potential is 1.3V and the Ar^+ ion temperature is 4500K .

3. We have two $I-V$ characteristics measured by using the two Langmuir probes. To measure with the Langmuir probe, the DEPA is biased at the floating potential in order to diminish the influence of the DEPA in the plasma. The results of one of them (probe 2) agree

with the results of the mass spectrometer because this probe is placed just above the mass spectrometer probe entrance.

Finally, we have checked the method in two different ways:

- The plasma potential must be unique for a particular plasma conditions. We have measured the plasma potential with the $I-V$ characteristic of the Ar^+ ion specie and with other positive ions, O^+ and H_3O^+ in the same plasma. Table 1 shows the results for these ions.

P (Pa)	I_d (mA)	V_p (Ar)(V)	V_p (O)(V)	V_p (H_3O^+)(V)
4.5	5	0.97	1.02	1.15
5.5	5	1.3	1.27	1.13
4.5	7	0.92	0.93	0.8
5.5	7	0.99	1.04	1.08

Table 1. Plasma potential measured for different ion species present in the plasma.

The differences in the plasma potential for these ions in the same plasma are negligible as we have an error in the plasma potential of about $0,1V$, so we can conclude that the plasma potential is unique.

- The other question that should be considered is the effect of the DEPA biasing potential in the plasma and its possible influence and perturbation.

Obviously, there is an influence due to the DEPA biasing potential (V_m) but we will show that this influence is negligible for the V_m values which are used to measure the ion $I-V$ characteristic.

In this way, we have done a sweep of the DEPA potential, V_m , while we measure the plasma potential with the Langmuir probes. The results are shown in Fig. 5.

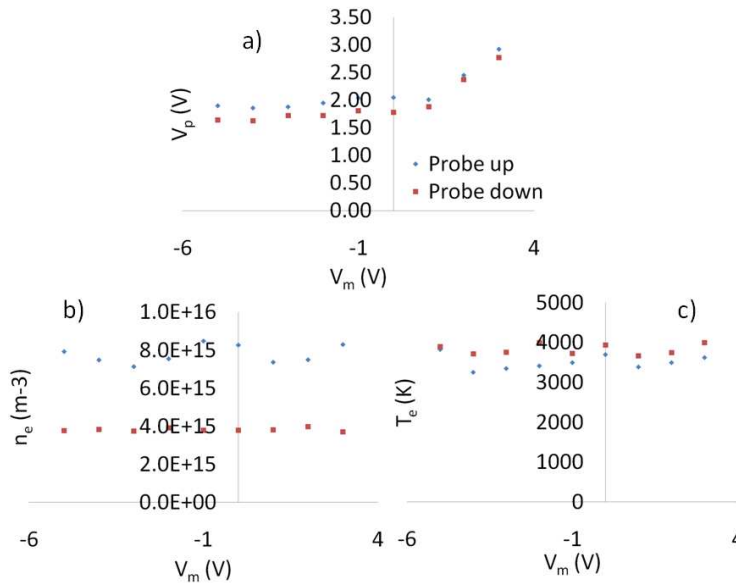


Fig. 5. Representation of V_p , T_e y n_e versus V_m .

As can be seen in Fig. 2, the potential in the Ar^+ I - V characteristic measured with the DEPA goes from $-1V$ to $1.5V$, and the plasma potential measured by the two Langmuir probes is constant in this range of variation of V_m , and is constant even outside of this range.

We have also checked that the electron density (n_e), electron temperature (T_e), and floating potential (V_f), measured with the two Langmuir probes, do not depend on V_m . Fig. 5 show this fact.

So, we can conclude that the mass spectrometer has not influenced our results.

These results were obtained for $5.5Pa$ pressure and $5mA$ discharge current.

3. Contributions and conclusions

We have measured the I - V probe characteristic and the corresponding IEPDF of several ion species in an Ar plasma by using the DEPA obtaining results which are much more accurate than those obtained from classical mass spectrometry methods.

We conclude that the measured IEPDF can be approached to a Maxwellian distribution function.

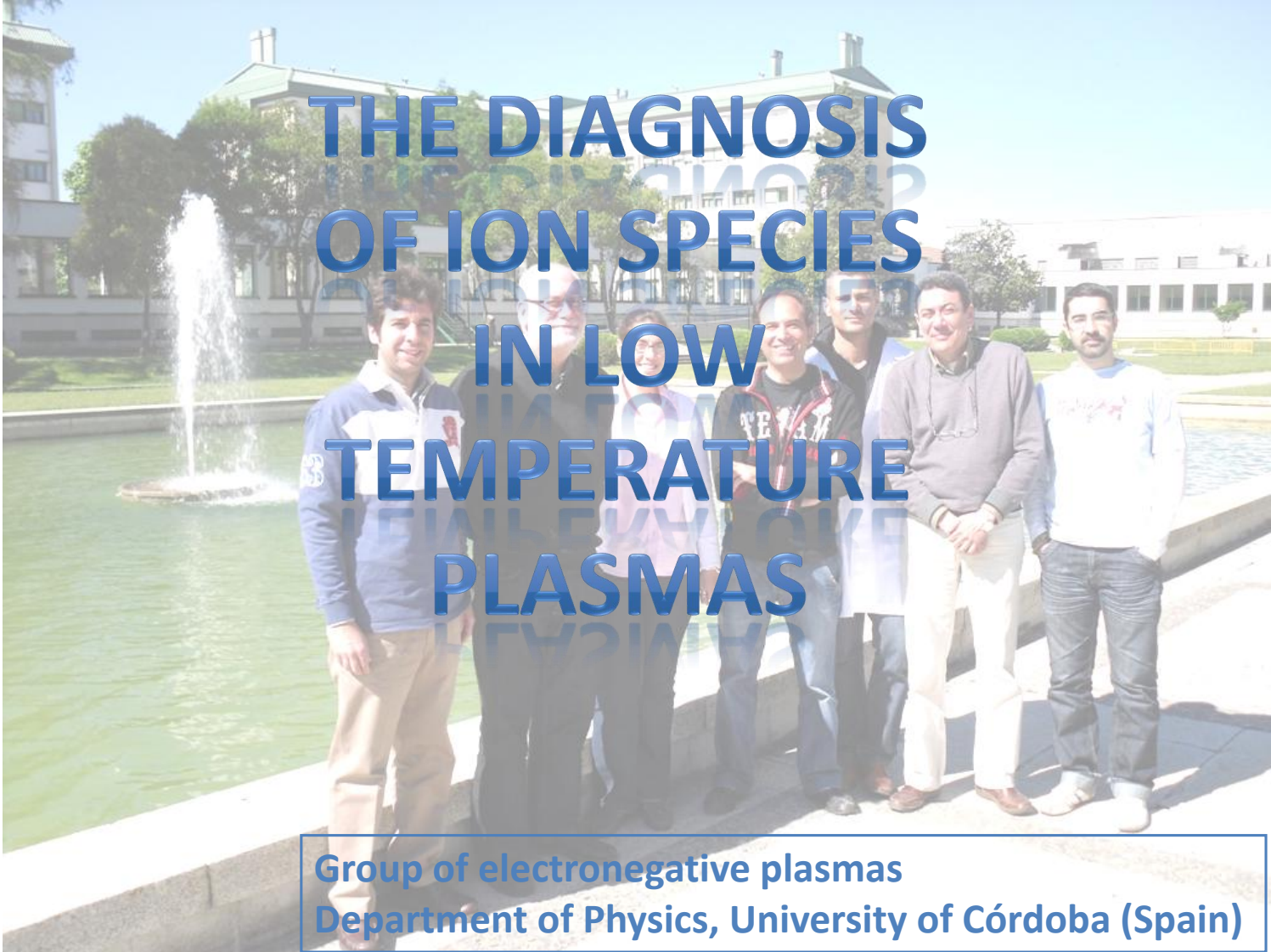
Besides, we have verified that the plasma conditions are not affected by the biasing potential of the mass spectrometer probe entrance (DEPA) in the range of values which are used to measure the ion I - V probe characteristic.

4. References

- [1] J. Ballesteros, J. I. Fernández Palop, M. A. Hernández, and R. Morales Crespo, Appl. Phys. Lett. **89**,101501 (2006).
- [2] J. I. Fernández Palop, J. Ballesteros, V. Colomer and M. A. Hernández, J. Appl. Phys. **80**, 4282 (1996).
- [3] D. Lee, L. Oksuz and N. Hershkowitz, Phys. Rev. Lett. **99**,155004 (2007).
- [4] J. Ballesteros, J. I. Fernández Palop, M. A. Hernández, R. Morales Crespo and S. Borrego del Pino, Rev. Sci. Instrum. **75**, 1 (2004).
- [5] J. I. Fernández Palop, J. Ballesteros, V. Colomer and M. A. Hernández, Rev. Sci. Instrum. **66**, 4625 (1995).

5. Acknowledge

This work has been partially supported by the Spanish Ministerio de Ciencia e Innovación, Ref. No FIS2010-19951, and by the Consejería de Innovación, Ciencia y Empresa de la Junta de Andalucía, Ref. No P07-TEP-02874 JA-CICE: Conv. 2007, Proyectos de Investigación de Excelencia.

A group of seven people, four men and three women, are standing in a row on a paved area next to a large, active fountain. The fountain has a single vertical jet of water. In the background, there is a large, multi-story building with a green roof and several chimneys, surrounded by trees. The sky is clear and blue. The text 'THE DIAGNOSIS OF ION SPECIES IN LOW TEMPERATURE PLASMAS' is overlaid in large, bold, blue capital letters across the center of the image.

THE DIAGNOSIS OF ION SPECIES IN LOW TEMPERATURE PLASMAS

**Group of electronegative plasmas
Department of Physics, University of Córdoba (Spain)**

OUTLINE OF THE TALK

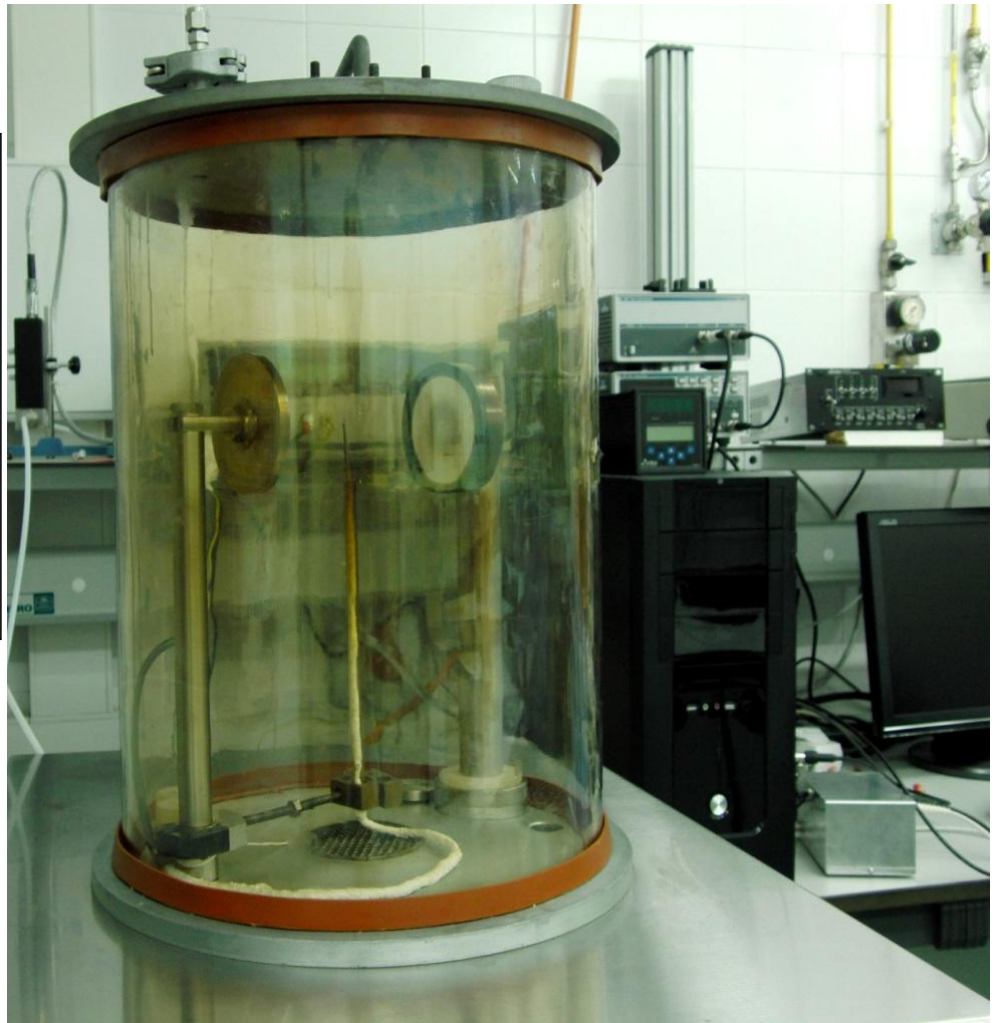
- **Introduction:** Precedents of our investigations.
- **Statement:** The measurement of the I-V characteristic of a specific ion specie present in a plasma is of great technological interest since it gives information about the flow of these ions to the probe (which plays the role of the surface to be processed in a coating device) as a function of its biasing potential.
- **Aim:** To present our first results obtained by using a new method proposed to measure the I-V characteristic of each ion specie present in a low pressure plasma.
- **Experimental setup.**
- **Measurement method.**
- **Results.**
- **Test procedures.**
- **Conclusions.**
- **Expectations.**

INTRODUCTION

We have chosen a dc discharge device because it has several

ADVANTAGES:

- Very stable.
- Reference electrode (ground potential).
- $\text{Te} \approx 0.5 \text{ eV} \approx \text{Ti}$

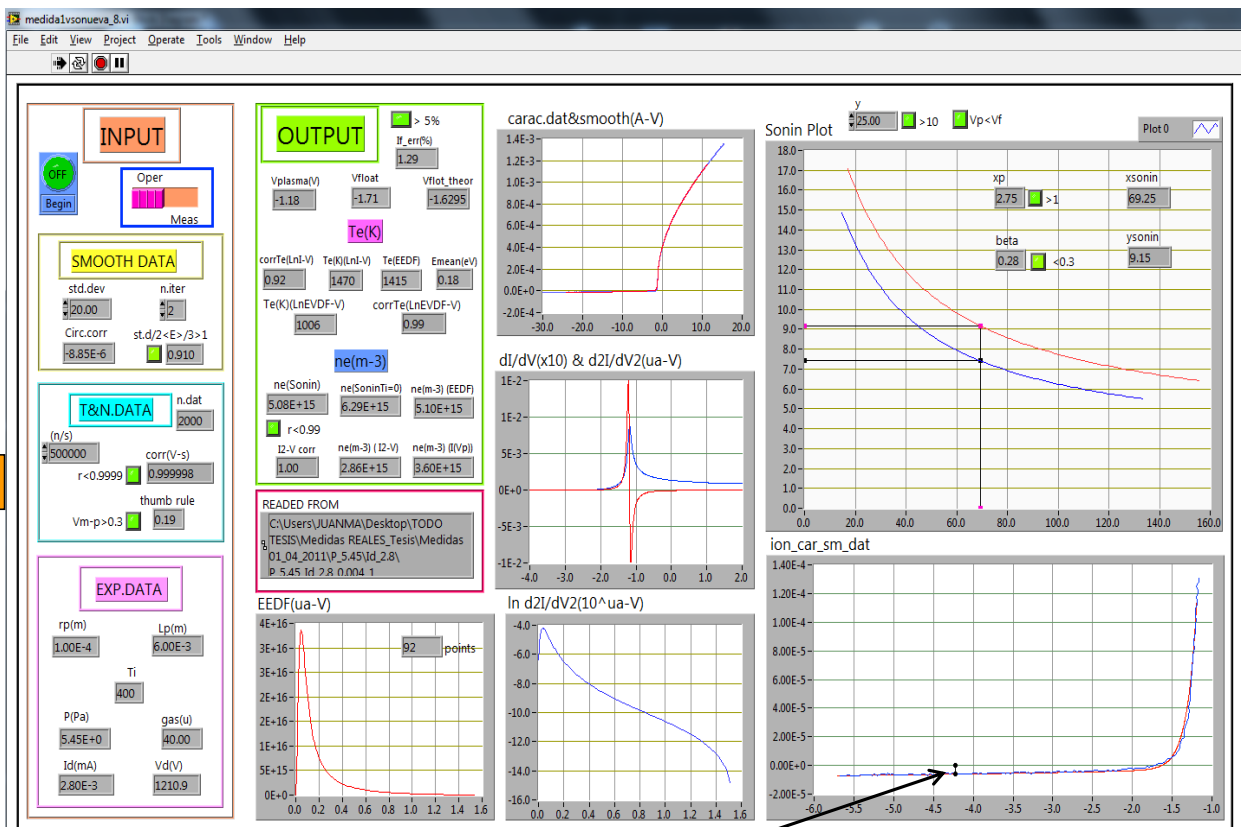


INTRODUCTION

The measurement setup is automatically controlled by a self made Virtual Instrument written in the LabView enviroment.

Front panel of the VI

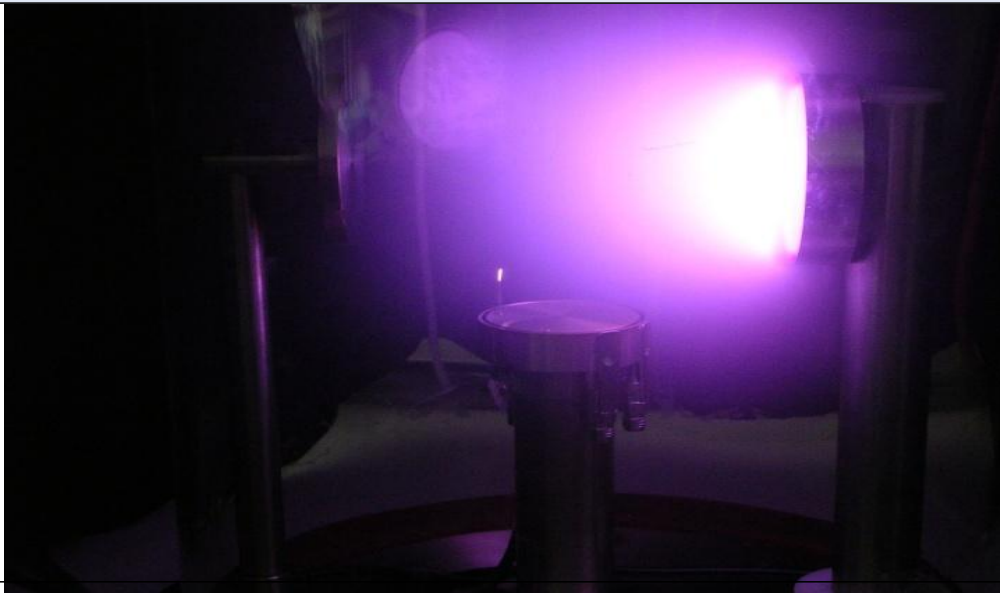
Visit poster P2.034



INTRODUCTION

To increase our possibilities of plasma diagnosis, we have recently installed in our dc discharge:

- Hyden Analytical Sampling Plasma Mass Spectrometer, PSM003 (PSM).
- Hyden Analytical Driven Electrode Probe Accessory (DEPA).
- The ion mass spectra of the plasma shows that there are always gases present as impurities in the discharge. This is an important inconvenience when Langmuir probe diagnostic techniques are used.



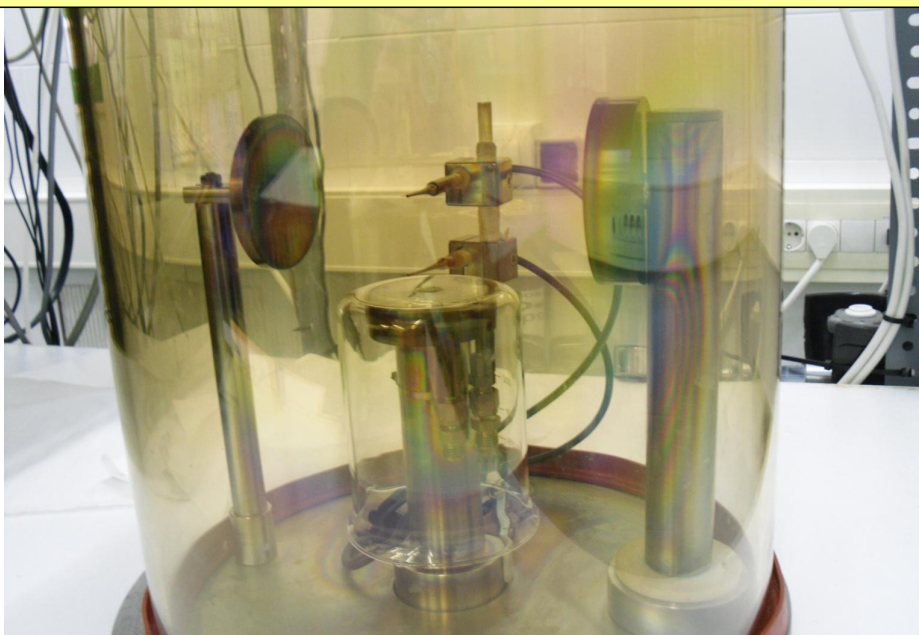
AIM

In this work, we present our first results obtained by using a new method proposed to measure the I-V characteristic of a plane probe, for each one of the ion species present in a low pressure Ar plasma, by using as the ammeter a mass spectrometer whose probe entrance can be biased at an arbitrary electric potential.

- We have placed the PSM provided to the DEPA (which can be biased in potential).
- We have placed two Langmuir probes: (up) in the bulk of the plasma; (down) just above the DEPA.
- We have surrounded the DEPA with a Pyrex glass provided with a 1 cm in diameter orifice and centered in the DEPA orifice in order to diminish the influence of the DEPA in the plasma.

- The DEPA orifice radius is lower than the Debye length. So, from the point of view of the plasma, the irregularities in the electric field due to the orifice are shielded by the sheath.
- So the orifice of the DEPA plays the role of a plane probe.
- The PSM measure the flow of a specific ion specie passing through the DEPA orifice for each biasing DEPA potential. This measurement can be related with an I-V characteristic of that ion specie.

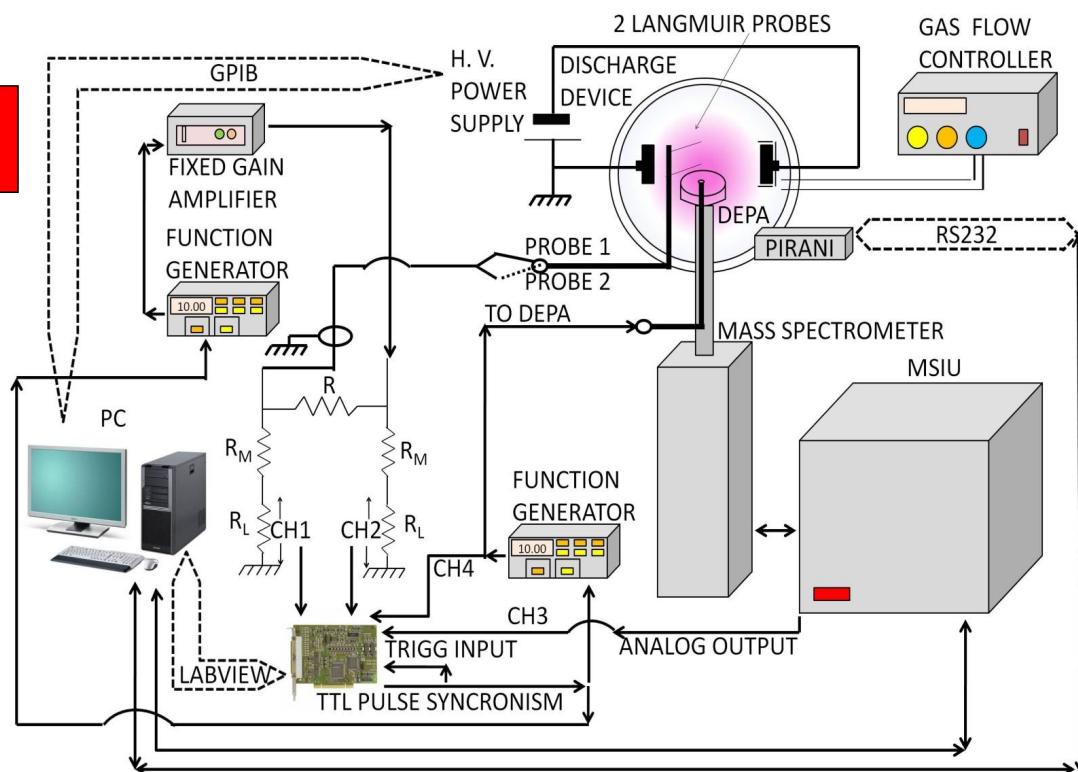
EXPERIMENTAL SETUP



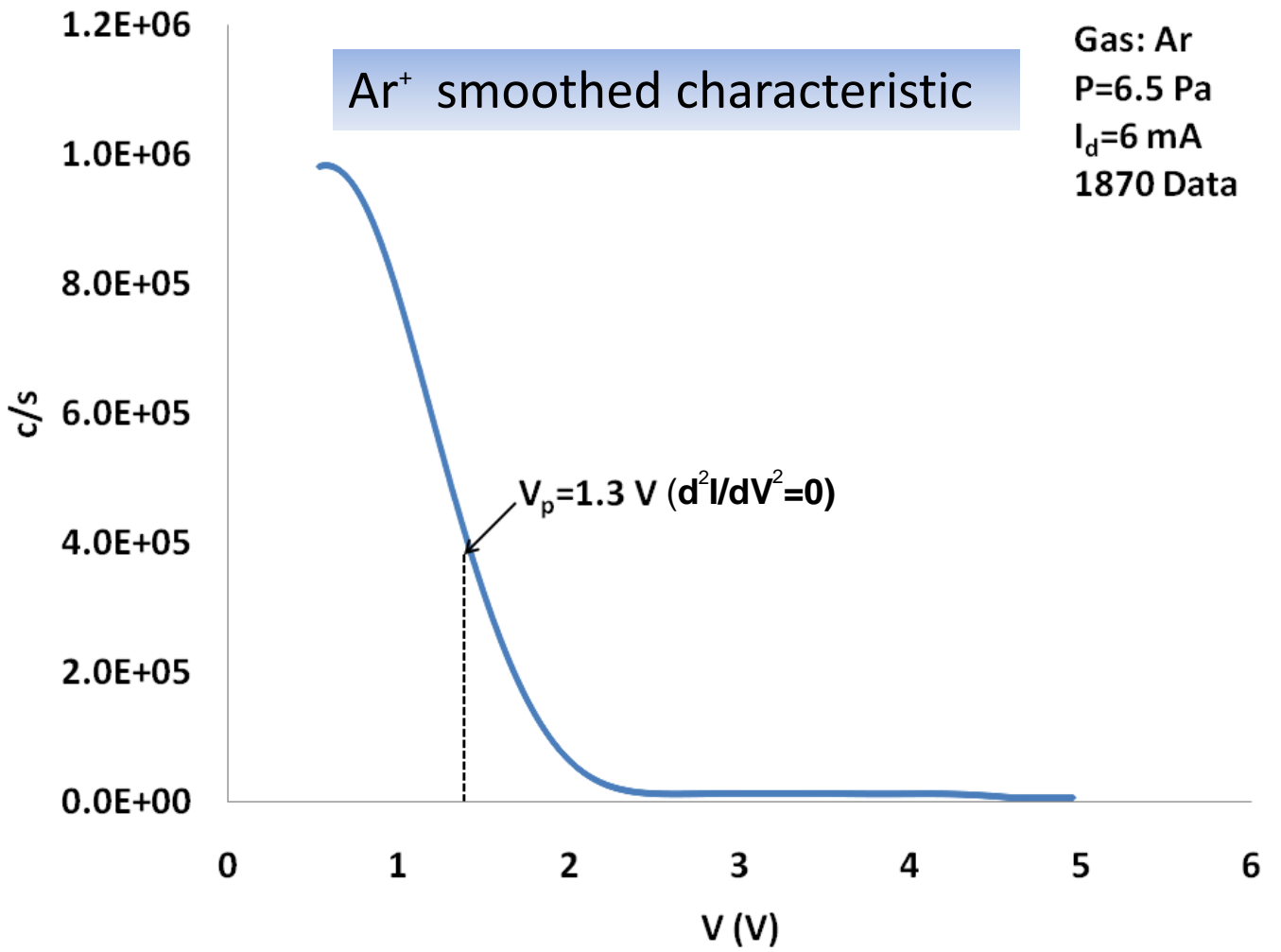
MEASUREMENT METHOD

- First step: tuning the PSM. While tuning, the DEPA is biased to the floating potential.
- Function Generator bias the DEPA. In standby it supplies negative potential to clean the probe.
- The VI orders the DAC to generate a digital pulse to trigger the function generator and two simultaneous channels of the ADC.

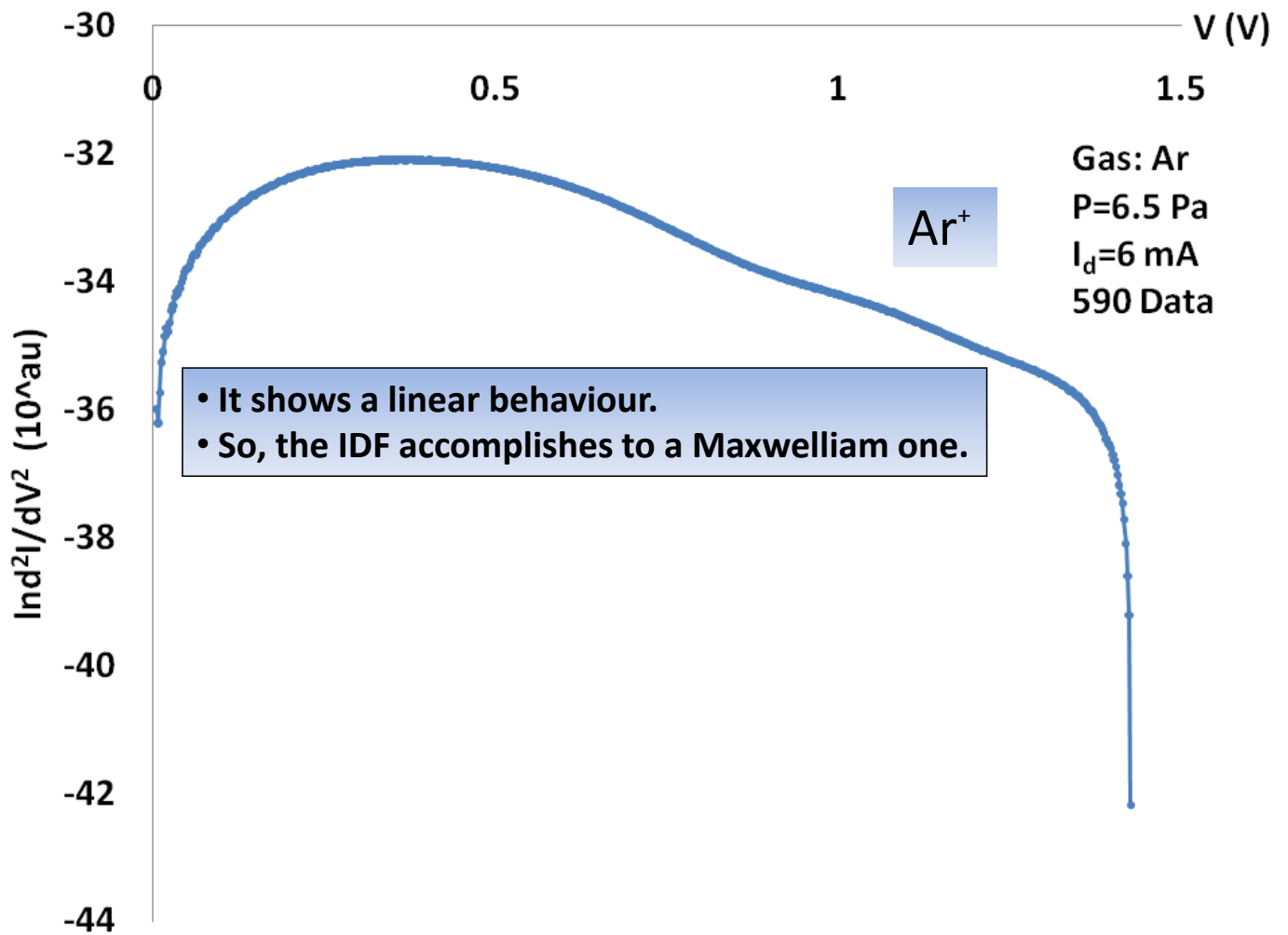
EXPERIMENTAL SETUP



RESULTS

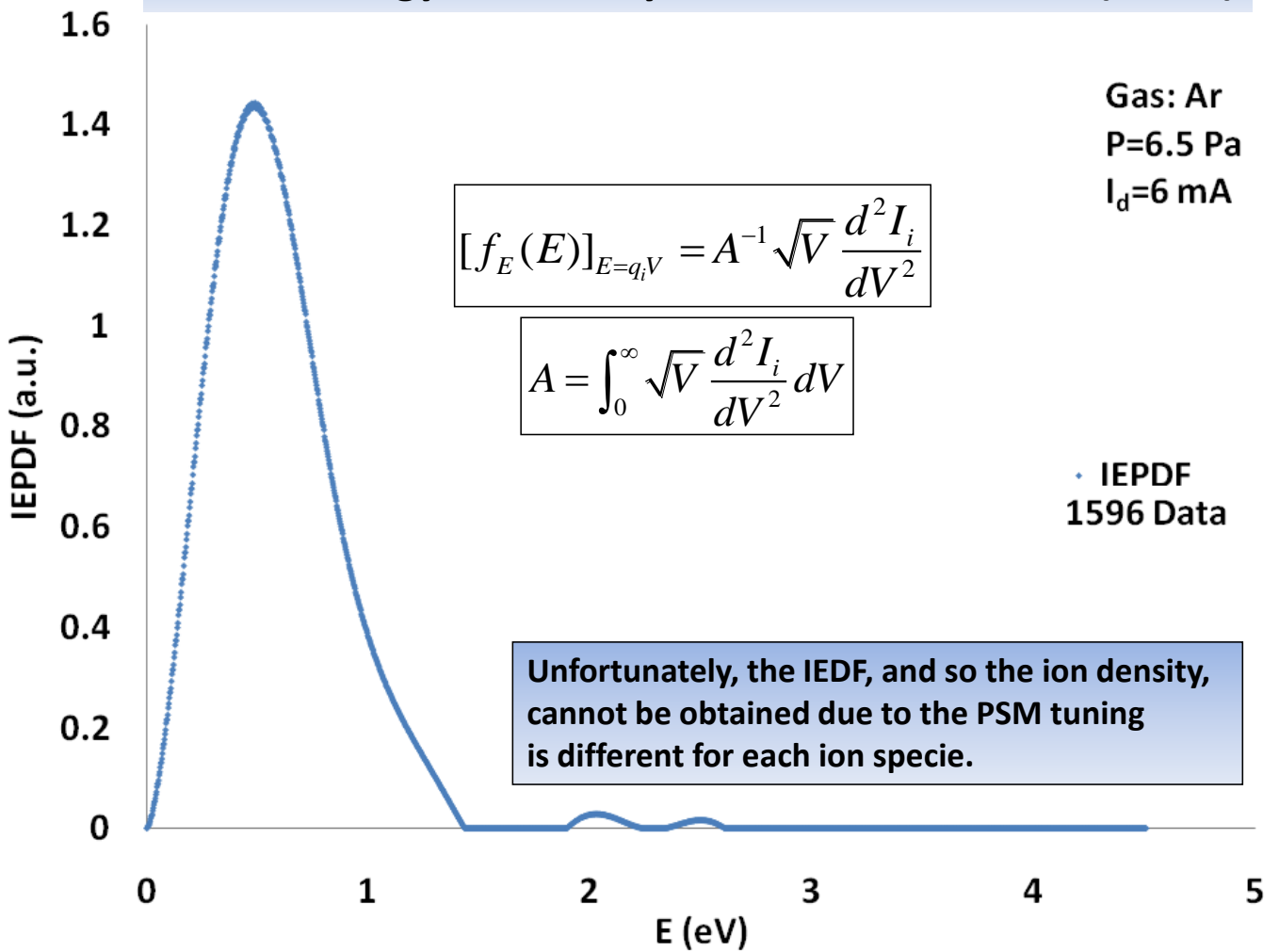


RESULTS

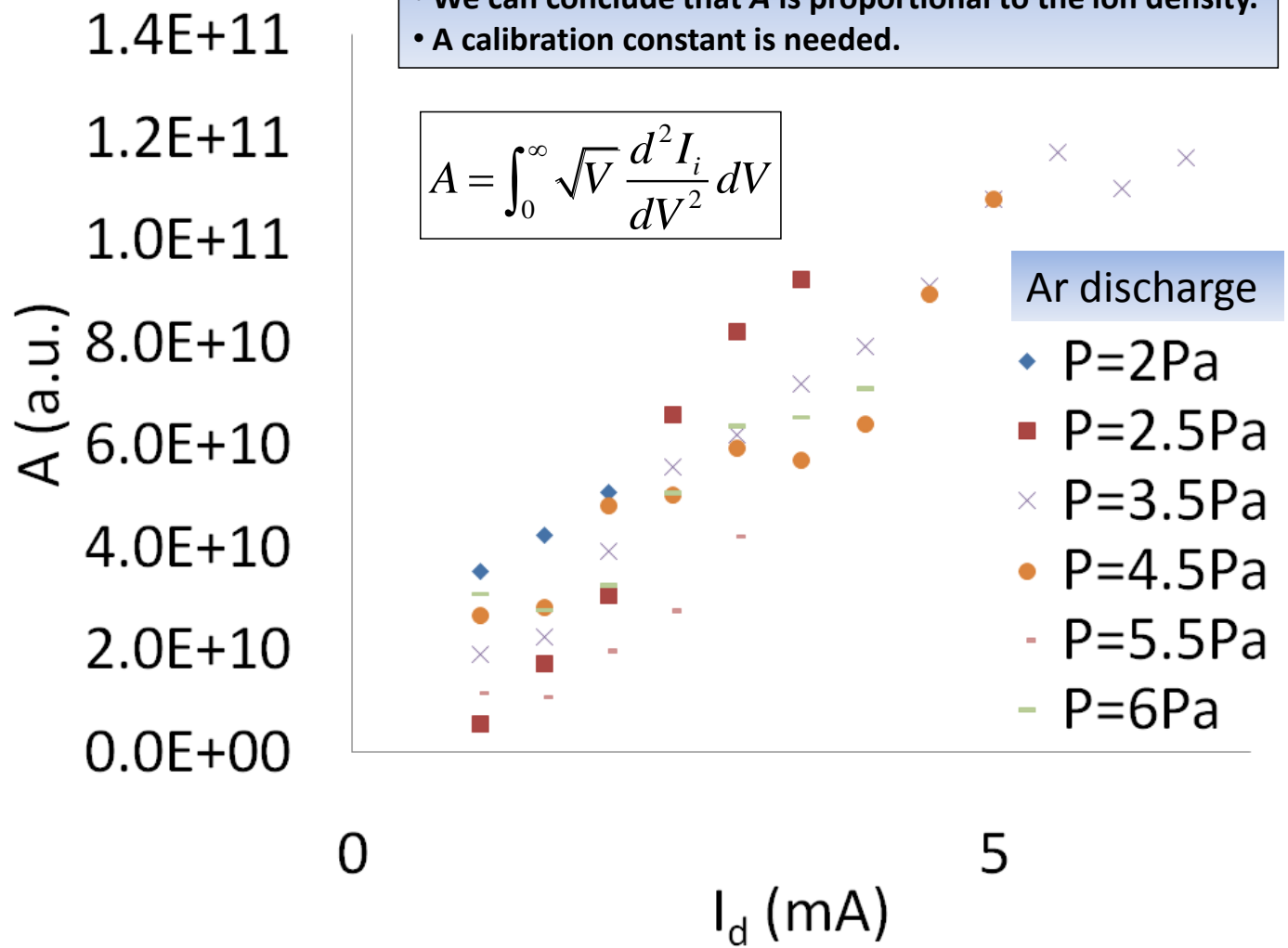


RESULTS

Ar⁺ Ion Energy Probability Distribution Function (IEPDF)

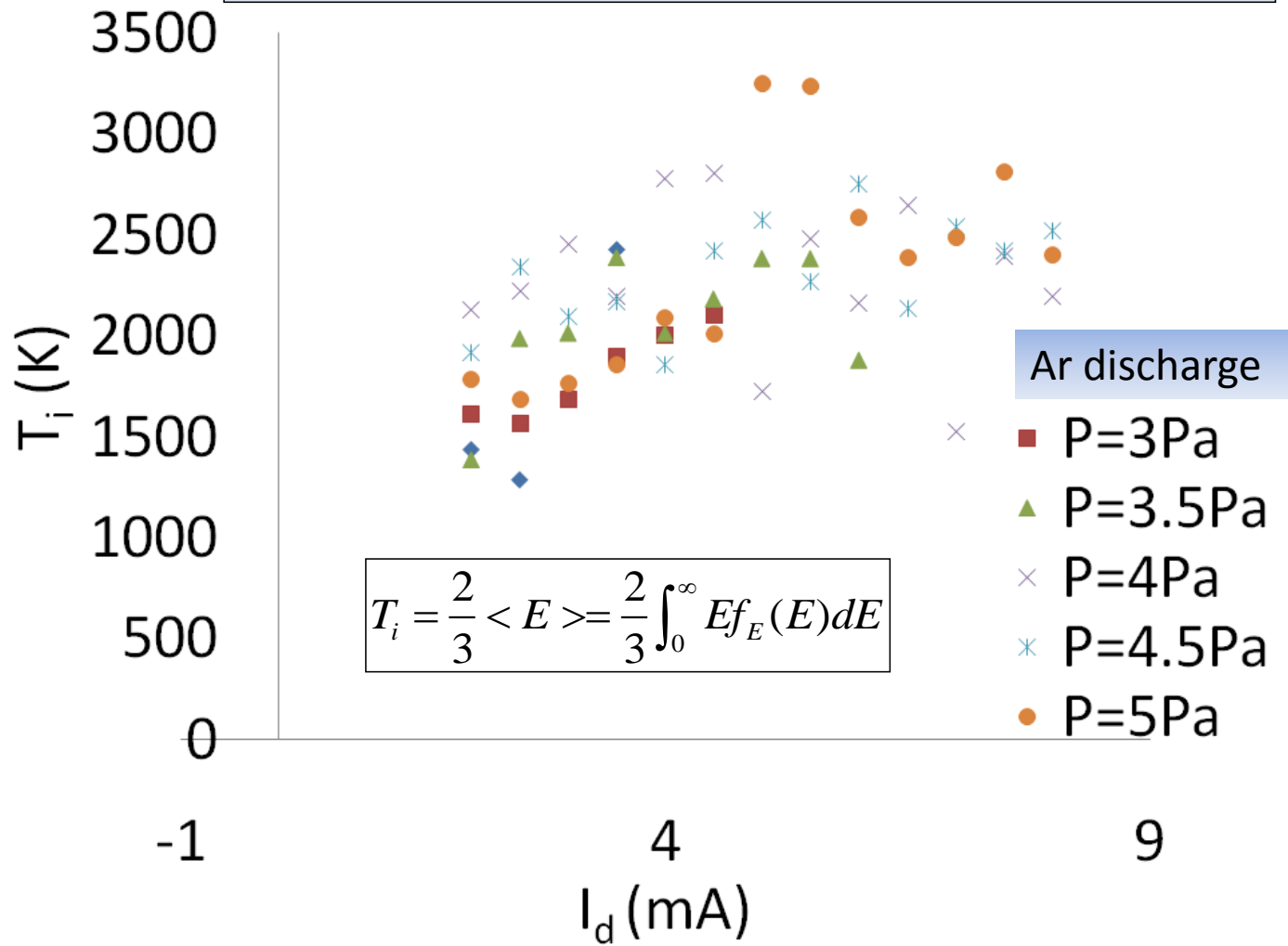


RESULTS



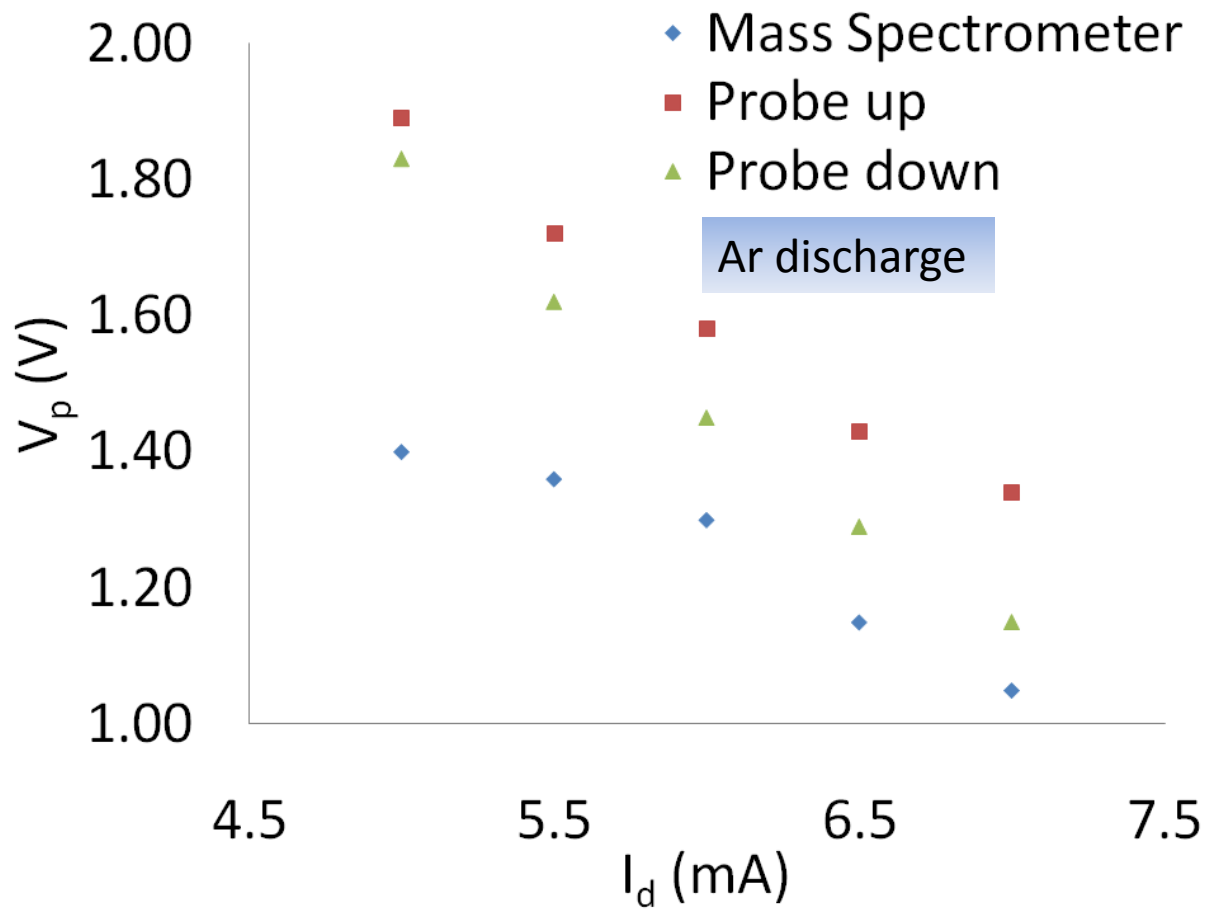
RESULTS

As expected, it presents a low dependence on the discharge dc current.



RESULTS

- The values follow a similar evolution.
- Values obtained for probe down are quite similar to those obtained from the ion I-V.

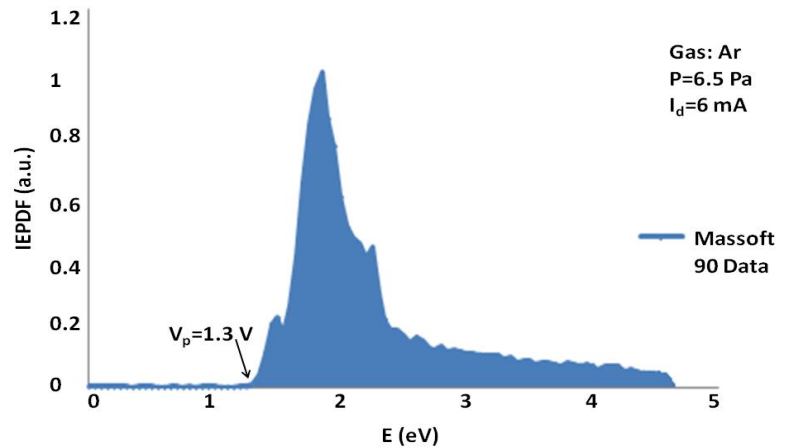
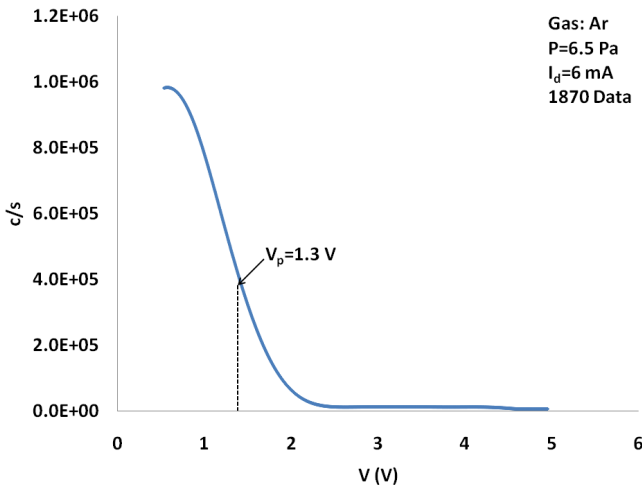


TEST PROCEDURES. In order to ensure the goodness of the proposed method, we have tested it in three different ways:

1)

- The PSM measures the IEPDF of a specific ion specie by using energy filters.
- IEPDF begins at plasma potential (referred to ground potential).
- It coincides with the one obtained from the zero of the second derivative of the I-V characteristic.

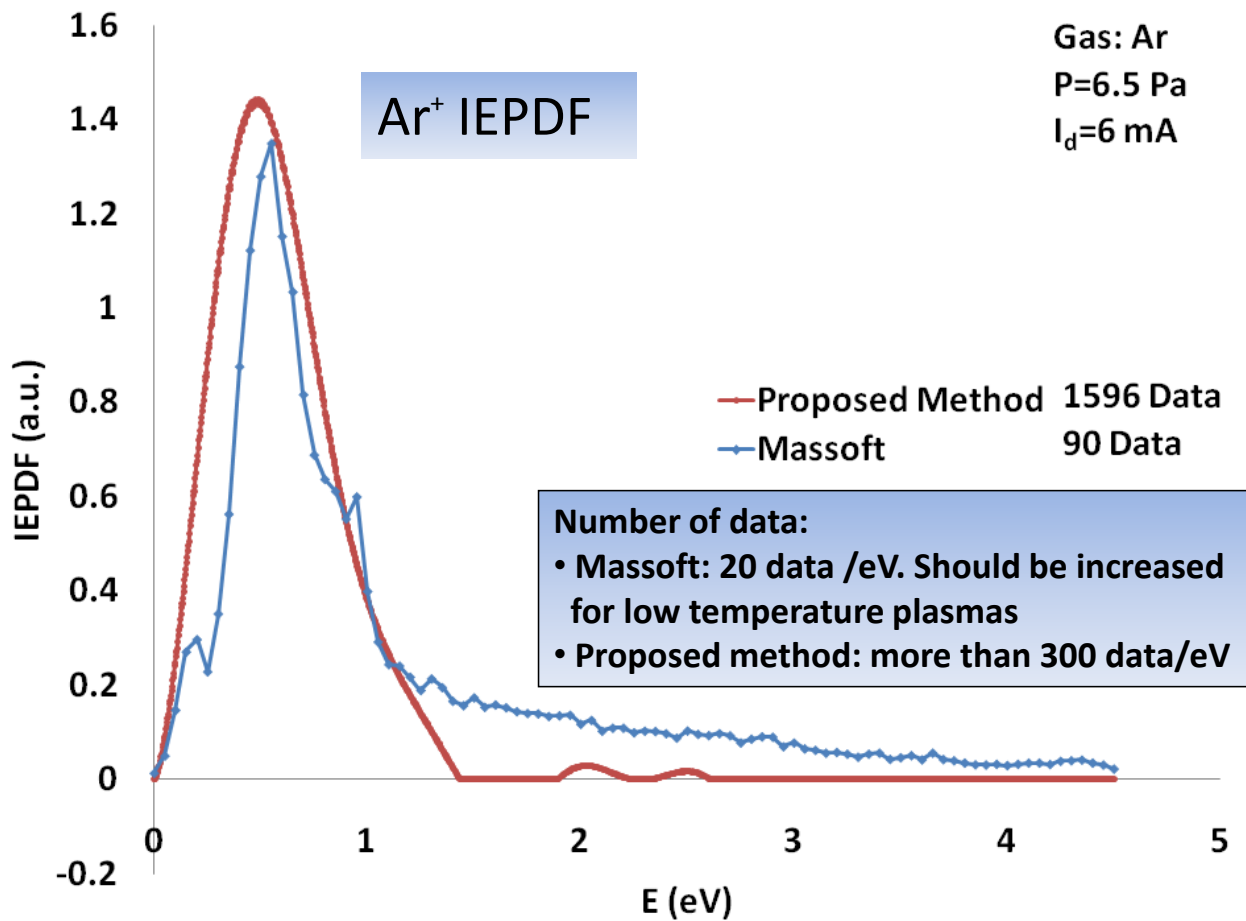
Ar⁺ IEPDF



TEST PROCEDURES

- DEPA is biased to the V_p measured from the I-V characteristic.
- So both IEPDF are referred to V_p and can be compared.
- V_p and T_i are in good agreement.

1)



TEST PROCEDURES

2)

The plasma potential in the neighborhood of the DEPA must be unique for a particular plasma condition.

Table of plasma potential obtained from the zero of the second derivative of the I-V characteristic for several ion species and several discharge conditions.

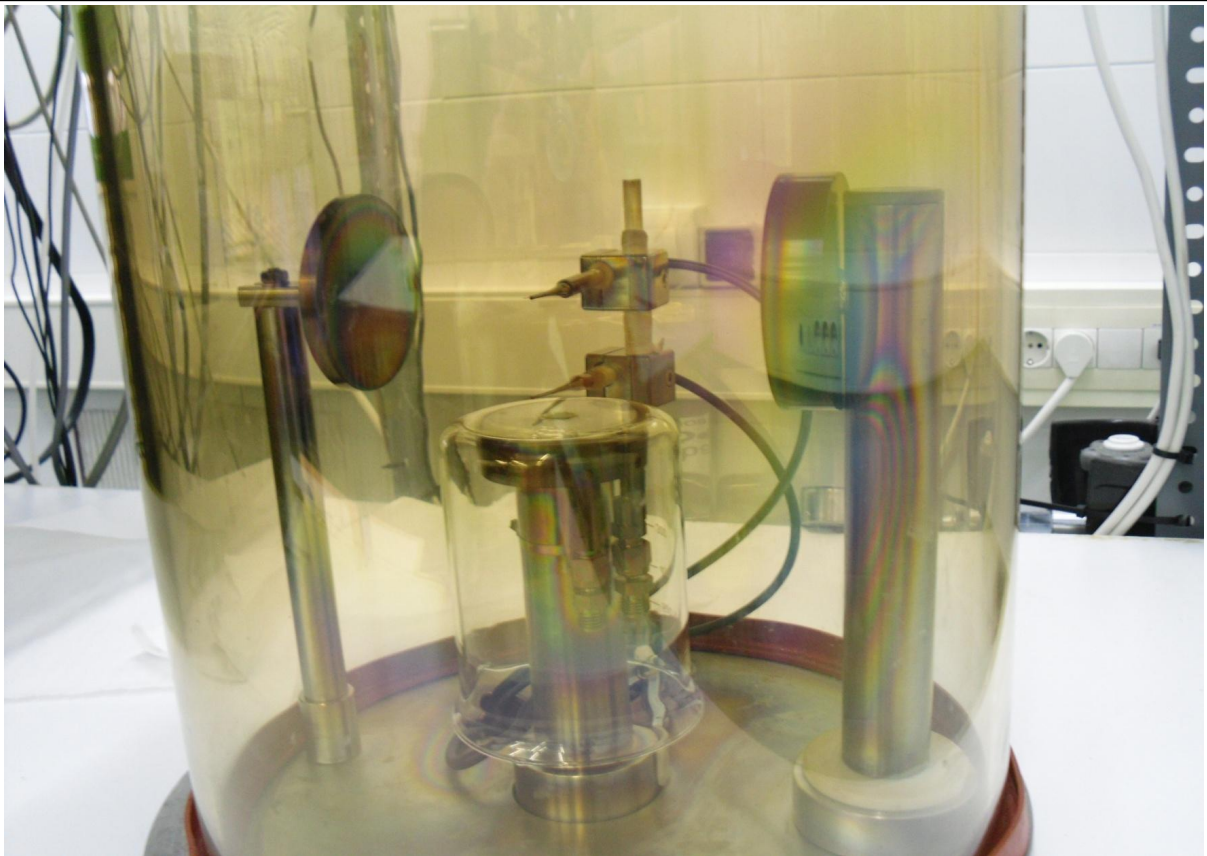
P (Pa)	I _d (mA)	V _p (Ar ⁺)(V)	V _p (O ⁺)(V)	V _p (H ₃ O ⁺)(V)
4.5	5	0.97	1.02	1.15
5.5	5	1.3	1.27	1.13
4.5	7	0.92	0.93	0.8
5.5	7	0.99	1.04	1.08

The differences in V_p for these ions, under the same plasma conditions, are negligible since the estimated error for V_p is 0.1 V

TEST PROCEDURES

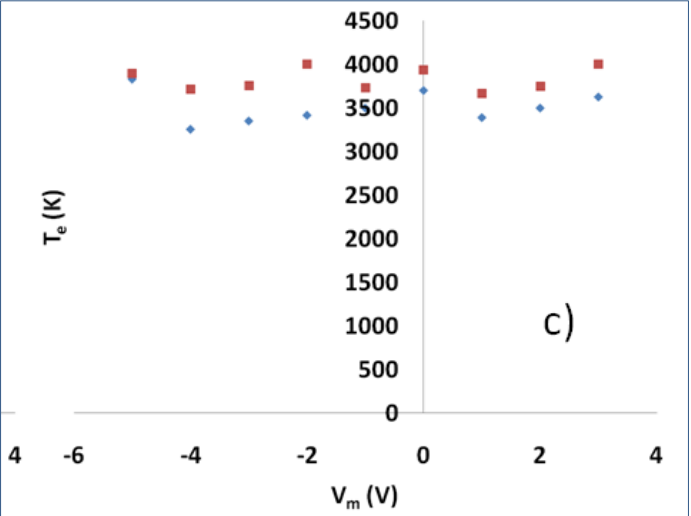
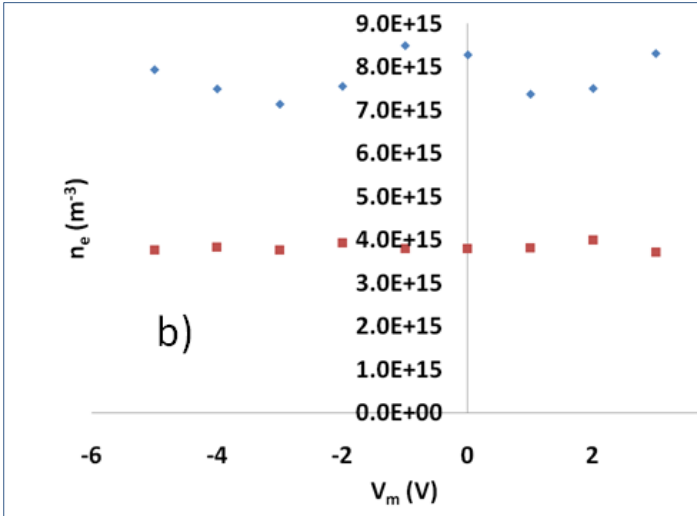
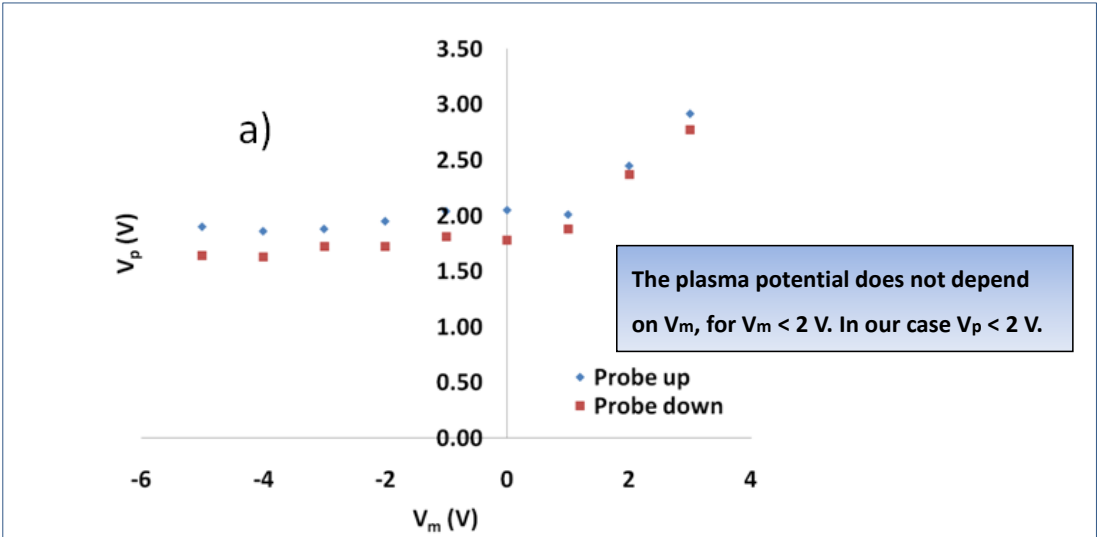
3)

- As commented, we have surrounded the DEPA with a Pyrex glass in order to diminish the influence of the DEPA in the plasma.
- We have tested the influence of the DEPA biasing potential, V_m , in the plasma.



TEST PROCEDURES

Ar discharge



V_m does not influence in the values obtained for T_e and n_e , even for values of $V_m > 2$ V.

CONCLUSIONS

- We have proposed a method to measure a function related to the I - V probe characteristic of several ion species in an Ar plasma.
- From that function, the plasma potential, the corresponding Ion Energy Probability Distribution Function and the ion temperature have been obtained.
- The IEPDF measured by this method are more accurate than those obtained from classical mass spectrometry methods.
- Besides, we have tested the goodness of the proposed method by three different ways:
 - 1) The plasma potential and the IEPDF obtained from the proposed method and from classical mass spectrometry methods are quite similar.
 - 2) The plasma potential in the neighborhoods of the DEPA does not depend on the ion measured.
 - 3) The plasma conditions are not affected by the DEPA in the range of values which are used in our measurements.

EXPECTATIONS

- **We will continue applying this method in the diagnosis of plasmas containing electronegative ion species.**
- **We are trying to measure the calibration constant in order to obtain the ion density of each specific ion specie present in the plasma.**

THE END

THE END

THANK YOU VERY MUCH

THANK YOU VERY MUCH

FOR YOUR KIND ATTENTION

FOR YOUR KIND ATTENTION

II Congreso Científico de Investigadores en Formación 2012



DIAGNÓSIS DE PLASMAS POR ESPECIES IÓNICAS

INTRODUCCIÓN

Los sistemas para el análisis de iones basado en espectrometría de masas son muy usados porque nos permiten hacer el estudio de cada especie iónica que hay en el plasma por separado. De hecho, estos instrumentos son capaces de determinar la Función de Distribución de Energía de Iónica usando filtros de energía. No obstante, su precisión habitual en energía es de aproximadamente 0,1 eV. Este valor no es lo suficientemente preciso en plasmas a baja presión y debe ser disminuido. Los métodos que usan las sondas de Langmuir son todavía muy usados para la diagnosis de plasmas, incluso en el caso de plasmas electronegativos y en aquellos en los cuales la temperatura iónica debe ser considerada [1,2]. No obstante, los métodos por sonda de Langmuir no son muy útiles en plasmas multicomponentes ya que la corriente iónica es muy pequeña y por tanto, es difícil de medir. Además es la superposición de la corriente debida a varias especies iónicas presentes en el plasma. Así, todos estos métodos son incapaces de discriminar qué parte de la corriente medida corresponde a cada especie iónica. En cualquier caso, este tipo de mediciones son necesarias para comprender la interacción plasma-superficie en la que se basa el estudio de los materiales a través del plasma [3]. Incluso en el caso de los plasmas monocomponente, tal como el plasma de Argón, siempre hay otros gases presentes como impurezas debido al aire residual o al bombardeo iónico con las paredes o los electrodos de la descarga. Desde este punto de vista, la medida de la característica I-V de una especie iónica específica es de un gran interés tecnológico ya que da información del flujo de ese ion específico a la superficie que quiere ser procesada, como función del potencial al que polarizamos la superficie.

OBJETIVOS

El plasma como medio para estudio y procesamiento de materiales es una tarea compleja porque los plasmas están constituidos de múltiples especies iónicas. Para controlar y mejorar los procesos tecnológicos, es necesario mejorar los procesos de diagnosis de plasmas para la determinación del potencial del plasma. Estos métodos deberían determinar la distribución de campo eléctrico en torno a la superficie a procesar y la función de distribución de energía de cada especie cargada presente en el plasma, y para los electrones, la cual nos permite determinar sus correspondientes densidades y temperaturas.

Proponemos un método de medida de la característica I-V de una sonda plana para cada especie iónica presente en un plasma a baja presión, utilizando como amperímetro un espectrómetro de masas cuya entrada a la sonda puede ser polarizada a un potencial eléctrico arbitrario. De las características I-V obtenidas para cada caso obtenemos la Función de Distribución de Probabilidades de Energía Iónica (IEPDF) para cada especie iónica del plasma. Además, se obtienen temperatura de los iones en estudio, la temperatura y densidad de los electrones, el potencial del plasma y el potencial flotante. Los resultados obtenidos son corroborados por 3 métodos distintos asegurando la bondad de nuestras medidas.

MATERIAL Y MÉTODOS

Usamos un espectrómetro de masas, Hyden Analytical Sampling Plasma Mass Spectrometer (PSM), modelo PSM003, provisto de un Hyden Analytical Driven Electrode Probe Accesory (DEPA). El PSM debe ser sintonizado para que proporcione el número máximo de cuentas por segundo. El DEPA se introduce en el plasma y se polariza. El DEPA está provisto de un orificio de $50\mu\text{m}$ de radio, a través del cual entran las moléculas e iones al PSM. Este radio es menor que la longitud de Debye del plasma, por lo tanto, las irregularidades en el campo eléctrico debidas al orificio son apantalladas por la vaina que rodea el DEPA. Luego el espectrómetro de masas medirá el flujo de una especie iónica que pase a través del orificio, el cual juega el papel de sonda plana.

Asímismo, hemos colocado dos sondas de Langmuir, una en el centro del plasma y la otra encima del DEPA para comparar los resultados obtenidos con el PSM. Las sondas de Langmuir nos permiten medir la característica I-V de la sonda y a partir de ella podemos obtener los parámetros del plasma en los puntos donde están situadas dichas sondas.

Para usar los métodos de diagnosis por sondas de Langmuir, primero suavizamos la característica I-V obtenida. Posteriormente, se calcula la 1ª y 2ª derivadas. De la condición $d^2I/dV^2=0$ obtenemos el potencial del plasma, V_p , y determinamos la IEPDF o la EEDF (Función de distribución de Energía de los Electrones) para iones y electrones respectivamente [4,5]. También obtenemos la temperatura y del Ar^+ por integración de la IEDF así como la temperatura y la densidad electrónica mediante las sondas de Langmuir.

Hacemos cuatro medidas para el caso de una descarga DC de Ar:

1. Medida de la IEPDF del Ar^+ con el espectrómetro de masas y Massoft.
2. Medida de la característica I-V de la especie iónica del Ar^+ usando un instrumento virtual desarrollado en el entorno LabView. Se calcula la IEDF a partir de ella y siendo más precisa que la dada por Massoft (750 puntos en 1.4V, Massoft da sólo 30 puntos en el mismo rango).
3. Medida de la característica I-V electrónica hecha con la misma sonda plana con la que hemos medido la característica I-V iónica del Ar^+ . Calculando la EEDF.
4. Medida de las características electrónicas correspondientes a las dos sondas de Langmuir y que dan resultados de acuerdo a los medidos anteriormente por nuestro novedoso método.

PRINCIPALES APORTACIONES

Hemos medido la característica I-V de la sonda plana (espectrómetro de masas) y la correspondiente IEPDF de varias especies iónicas en un plasma de Ar usando el DEPA. Hemos obtenido resultados con muchas más precisión que los que fueron obtenidos por métodos clásicos de espectrometría de masas. Concluimos además que la IEPDF se aproxima mucho a una función de distribución Maxwelliana.

Por otro lado, nosotros hemos verificado que las condiciones del plasma no se ven afectadas por el potencial al que se somete al DEPA en el rango de valores de potencial que usamos para medir la característica I-V.

Para todo ello hemos realizado tres test:

1. El potencial del plasma debe ser único para unas condiciones particulares del plasma. Y lo hemos comprobado calculándolo a partir de tres iones diferentes: Ar^+ , O^+ , H_3O^+ y dando como resultado un potencial único.
2. La polarización del DEPA no afecta a las medidas realizadas. Hemos hecho una serie de medidas con las sondas de Langmuir variando el potencial del DEPA y hemos concluido que dicha variación no afecta ni a la temperatura y densidad electrónicas ni al potencial del plasma ni al flotante.
3. La IEDF medida con nuestro método y la que mide el propio espectrómetro de masas con Massoft son muy similares y presentan el potencial del plasma en el mismo punto [6].

PRINCIPALES REFERENCIAS

- [1] J. Ballesteros, J. I. Fernández Palop, M. A. Hernández, and R. Morales Crespo, *Appl. Phys. Lett.* 89,101501 (2006).
- [2] J. I. Fernández Palop, J. Ballesteros, V. Colomer and M. A. Hernández, *J. Appl. Phys.* 80, 4282 (1996).
- [3] D. Lee, L. Oksuz and N. Hershkowitz, *Phys. Rev. Lett.* 99,155004 (2007).
- [4] J. Ballesteros, J. I. Fernández Palop, M. A. Hernández, R. Morales Crespo and S. Borrego del Pino, *Review of Scientific Instruments* Volumen 75, Number 1 (2004).
- [5] J. I. Fernández Palop, J. Ballesteros, V. Colomer and M. A. Hernández, *Rev. Sci. Instrum.* 66, 4625 (1995).
- [6] M. V. Lucena-Polonio, J. M. Díaz-Cabrera, J. I. Fernández Palop, R. Morales Crespo, M. A. Hernández and J. Ballesteros, *Plasma Phys. Control. Fusion*, 53, 124024 (2011).



ÍNDICE

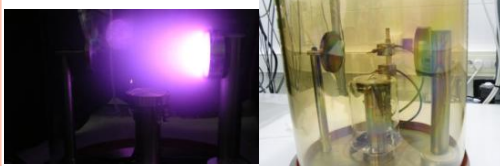
- **Introducción:** La medida de la característica I-V de una especie iónica específica presente en un plasma es de gran interés tecnológico ya que da información del flujo de esos iones a la sonda (la cual hace el papel de sustrato que será procesado) como función del potencial al que se polariza la sonda.
- **Objetivo:** Presentar los resultados obtenidos a través del nuevo método propuesto para medir la característica I-V de una sonda plana de cada especie iónica presente en un plasma de Ar a baja presión, usando como amperímetro un espectrómetro de masas cuya entrada (sonda plana) puede ser polarizada a un potencial eléctrico arbitrario.
- **Dispositivo experimental.**
- **Método de medida.**
- **Resultados.**
- **Tests.**
- **Conclusiones.**

2

INTRODUCCIÓN Hemos elegido una descarga dc porque es muy estable y tenemos un electrodo de referencia.

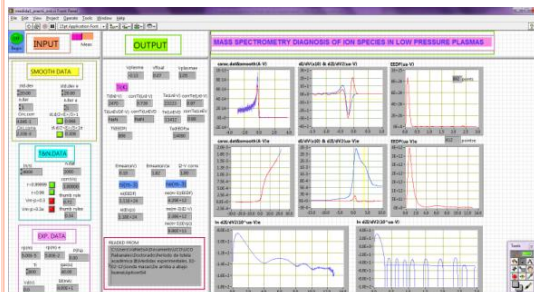
Contamos con:

- Hyden Analytical Sampling Plasma Mass Spectrometer, PSM003 (PSM).
- Hyden Analytical Driven Electrode Probe Accessory (DEPA).
- El espectrómetro de masas muestra que hay otros gases presentes siempre en el plasma como impurezas, y esto es un inconveniente para la diagnosis con sondas de Langmuir.
- Dos sondas de Langmuir: (up) en el centro del plasma; (down) justo encima del DEPA.
- El radio del orificio del DEPA es menor a la longitud de Debye. Por tanto, desde el punto de vista del plasma, las irregularidades en el campo eléctrico debidas al orificio son apantalladas por la vaina.
- Por tanto el orificio del DEPA juega el papel de sonda plana.
- El PSM mide el flujo de una especie iónica específica que pasa a través del orificio del DEPA para cada potencial del DEPA. **Característica I-V.**



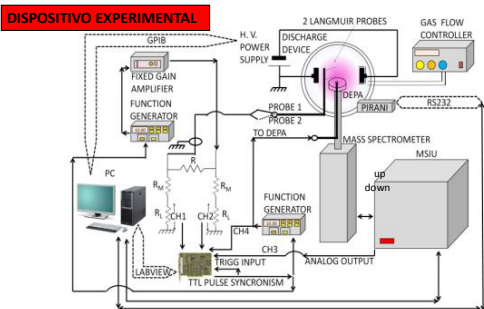
3

INTRODUCTION El proceso de medida está controlado automáticamente a través de un instrumento virtual desarrollado en el entorno LabView.



Panel frontal del instrumento virtual

4

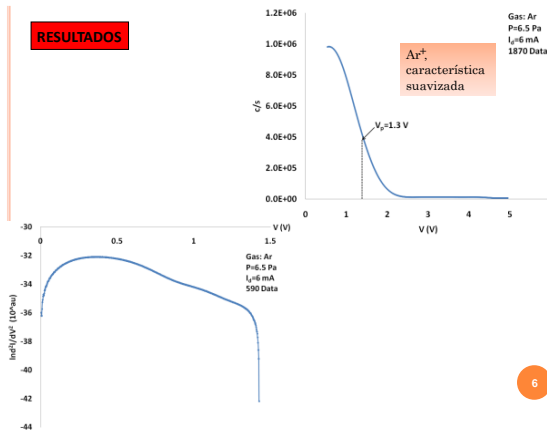


MÉTODO DE MEDIDA

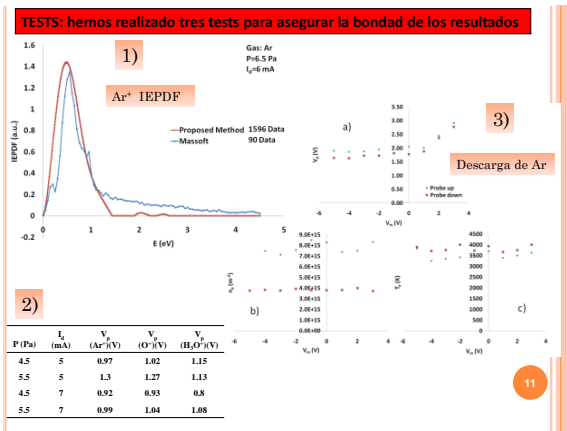
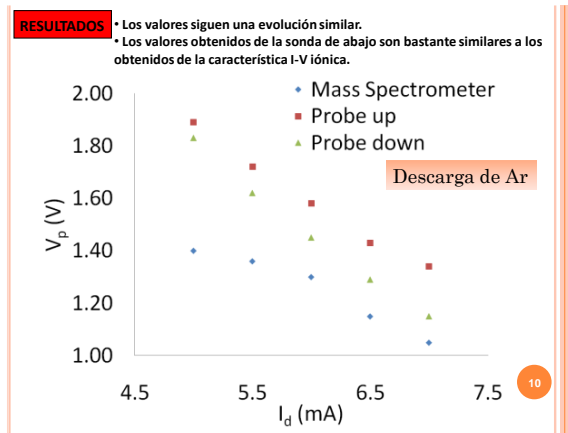
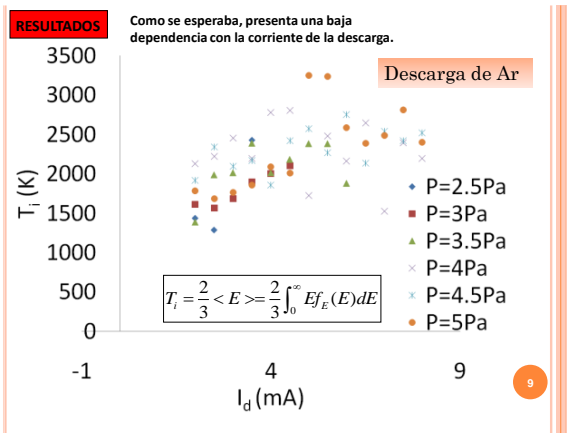
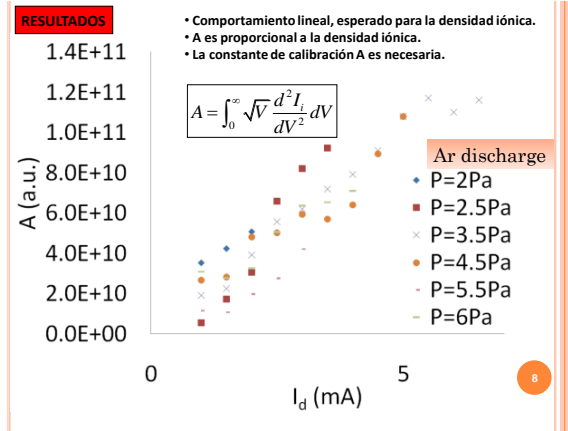
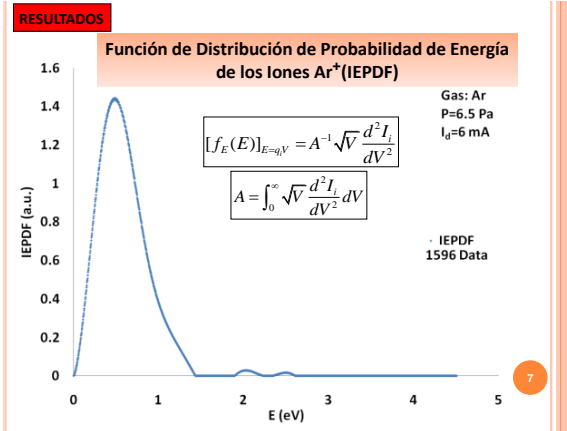
- Primer paso: sintonizar el PSM. Mientras se sintoniza el PSM está a potencial flotante.
- Un generador de funciones polariza el DEPA. En standby, proporciona un potencial negativo que limpia la sonda.
- El instrumento virtual ordena al convertidor analógico-digital que envíe un pulso al trigger del generador de funciones y dos pulsos simultáneos a dos canales del ADC.

5

RESULTADOS



6



CONCLUSIONES

- Proponemos un método de medida de la característica I-V de una sonda plana de varias especies iónicas en un plasma de Ar.
- De esa función obtenemos el potencial del plasma, la Función de Distribución de Probabilidad de Energía Iónica (IEPDF) y la temperatura iónica del ion correspondiente.
- La IEPDF medida con este método es más precisa que las obtenidas por métodos espectroscópicos clásicos.
- Además, hemos testeado el método de tres formas diferentes:
 - El potencial del plasma y la IEPDF obtenidos con el método propuesto y la obtenida a partir del método clásico de espectroscopía son bastante similares.
 - El potencial del plasma en los alrededores del DEPA no depende del ion medido.
 - Las condiciones del plasma no son afectadas por el DEPA en el rango de valores que usamos para nuestras medidas.

FIN

**MUCHAS GRACIAS POR SU
ATENCIÓN**

13

XXIII Reunión Nacional de Espectroscopía y VII Congreso Ibérico 2012



DIAGNOSIS DE ESPECIES IÓNICAS POSITIVAS EN PLASMAS A BAJA PRESIÓN

M. V. Lucena-Polonio¹, J. M. Díaz-Cabrera, A. Tejero-del-Caz, J. I. Fernández Palop, R. Morales Crespo, M. A. Hernández and J. Ballesteros

¹Departamento de Física, Universidad de Córdoba; f02lupom@uco.

Introducción

Los sistemas para el análisis de iones basado en espectrometría de masas son muy usados porque nos permiten hacer el estudio de cada especie iónica que hay en el plasma por separado. De hecho, estos instrumentos son capaces de determinar la Función de Distribución de Energía de Iónica usando filtros de energía. Aunque la diagnosis por sondas de Langmuir está muy extendida [1,6] no es útil para plasmas multicomponentes puesto que la corriente iónica medida es la superposición de las correspondientes a cada especie. Es por ello que el uso de un espectrómetro de masas se presenta aquí como técnica de diagnosis de plasmas por especies iónicas positivas.

Dispositivo experimental y método

Proponemos un método de medida de la característica I-V de una sonda plana para cada especie iónica positiva presente en un plasma a baja presión, utilizando como amperímetro un espectrómetro de masas cuya entrada a la sonda puede ser polarizada a un potencial eléctrico arbitrario. De las características I-V obtenidas para cada caso obtenemos la Función de Distribución de Probabilidades de Energía Iónica (IEPDF) para cada especie iónica del plasma. Además, se obtienen temperatura de los iones en estudio, la temperatura y densidad de los electrones y el potencial del plasma. Todo el proceso está controlado a través de un instrumento virtual realizado en el entorno de Labview para tal propósito.

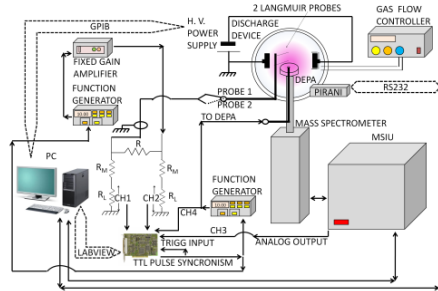


Figura 1. Dispositivo experimental

Podemos ver un esquema del dispositivo experimental en la Figura 1. Para nuestro propósito usamos un espectrómetro de masas, Hyden Analytical Sampling Plasma Mass Spectrometer (PSM), modelo PSM003, provisto de un Hyden Analytical Driven Electrode Probe Accessory (DEPA). El DEPA está provisto de un orificio de 50 μ m de radio, a través del cual entran las moléculas e iones al PSM. Este radio es menor que la longitud de Debye del plasma, por lo tanto, las irregularidades en el campo eléctrico debidas al orificio son apantalladas por la vaina que rodea el DEPA. Luego el espectrómetro de masas medirá el flujo de una especie iónica, en nuestro caso positiva, que pase a través del orificio, el cual juega el papel

de sonda plana, [7]. Asimismo, hemos colocado dos sondas de Langmuir, una en el centro del plasma y la otra encima del DEPA para comparar los resultados obtenidos con el PSM.

Usando los métodos de diagnóstico por sondas de Langmuir, suavizamos la característica I-V. Posteriormente, se calculan la 1ª y 2ª derivadas. De la condición $d^2I/dV^2=0$ obtenemos el potencial del plasma, V_p , y determinamos la IEPDF o la EEDF (Función de Distribución de Energía de los Electrones) [1-4,6-7]. También obtenemos la temperatura del Ar^+ y del He^+ por integración de la IEPDF así como la temperatura y la densidad electrónica usando las sondas de Langmuir.

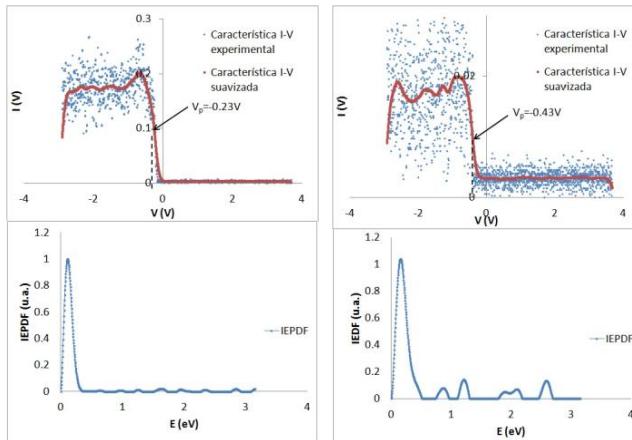


Figura 2. Característica I-V e IEPDF en un plasma de Ar. Figura 3. Característica I-V e IEPDF en un plasma de He.

Las figuras 2 y 3 muestran los resultados obtenidos para dos plasmas, en la Figura 2 podemos verlos para un plasma de Ar^+ mientras que la Figura 3 muestra los resultados para uno de He^+ . En ambos casos se ilustra la saturación iónica, como predice la teoría. Para obtener la IEPDF se ha hecho una normalización ya que no obtenemos la densidad absoluta de iones que nos llegan al PSM porque ello depende de la

sintonización previa que para cada especie ha de hacerse en el PSM para que el número de cuentas por segundo que entran hacia el detector del masas sea óptimo.

Referencias

1. Fernández Palop J. I., Ballesteros J., Colomer V. and Hernández M. A., Rev. Sci. Instrum. **66**, 4625 (1995).
2. Ballesteros J., Fernández Palop J. I., Hernández M. A., and Morales Crespo R., Appl. Phys. Lett. **89**,101501 (2006).
3. Fernández Palop J. I., Ballesteros J., Colomer V. and Hernández M. A., J. Appl. Phys. **80**, 4282 (1996).
4. Ballesteros J., Fernández Palop J. I., Hernández M. A., Morales Crespo R. and Borrego del Pino S., Review of Scientific Instruments **75**, Number 1 (2004).
5. Lee D., Oksuz L. and Hershkowitz N., Phys. Rev. Lett. **99**,155004 (2007).
6. Díaz-Cabrera J. M., Lucena-Polonio M. V., Fernández Palop J. I., Morales Crespo R., Hernández M. A. and Ballesteros J., J. Appl. Phys. **111**, 063303 (2012).
7. Lucena-Polonio M. V., Díaz-Cabrera J. M., Fernández Palop J. I., Morales Crespo R., Hernández M. A. and Ballesteros J., Plasma Phys. Control. Fusion, **53**, 124024 (2011).

DIAGNOSIS DE LAS ESPECIES IÓNICAS POSITIVAS DE PLASMAS A BAJA PRESIÓN

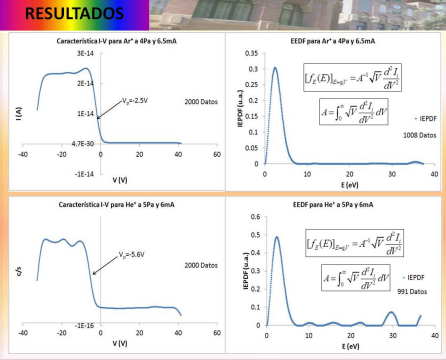
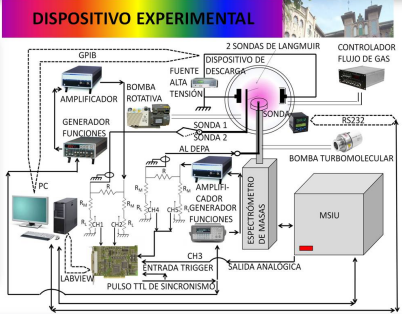
J. M. Díaz-Cabrera, M. V. Lucena-Polonio, A. Tejero-del-Caz, J. I. Fernández Palop, R. Morales Crespo, M. A. Hernández, and J. Ballesteros
Departamento de Física, Campus de Rabanales, Universidad de Córdoba, Córdoba

OBJETIVOS

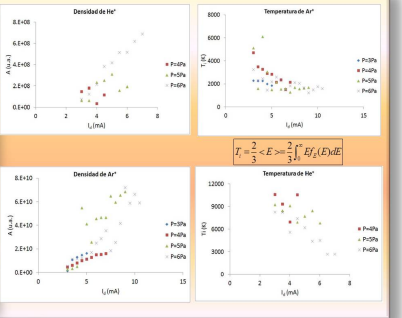
- Este trabajo propone un método de medida de la característica I-V de una sonda plana para cada especie iónica presente en un plasma a baja presión usando un espectrómetro de masas como amperímetro y cuya sonda de entrada puede ser polarizada a un potencial arbitrario.
- De ella se obtiene la Función de Distribución de Probabilidad de Energía de los Iones (IEPDF), que en concreto serían iones Ar⁺ y He⁺ para un plasma de Ar y He, respectivamente.
- Se obtienen como resultado además del potencial del plasma, la densidad y temperatura de dichos iones.

INTRODUCCIÓN

- El procesamiento de materiales con plasma es una tarea muy compleja porque requiere plasmas compuestos de diversas especies iónicas [1] y [2].
- Por ello es de interés el estudio de métodos de diagnóstico desarrollados para plasmas con impurezas o con residuos debidos al sputtering de las paredes o electrodos de la descarga o a gases residuales.
- La medida de la característica I-V de una especie iónica es de gran interés ya que se corresponde con el flujo de esos iones a la sonda del espectrómetro de masas (que hace el papel de superficie a ser procesada) como función del potencial de la misma. [3]

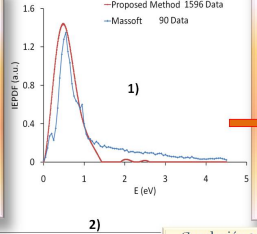


- El PSM (Plasma Mass Spectrometer) mide la IEPDF de una especie iónica específica, en este caso de Ar⁺ y He⁺, usando filtros de energía.
- Esta IEPDF comienza en el potencial del plasma.
- El potencial del plasma coincide con el cero de la segunda derivada de la característica I-V.



CONCLUSIONES

- Hemos obtenido la característica I-V de dos iones, Ar⁺ y He⁺, en dos plasmas distintos de Ar y He, respectivamente, y sus correspondientes IEPDF que resultan ser una Maxwelliana [6].
- Las características I-V presentan la zona de saturación iónica que predice la teoría.
- Las densidades de ambos iones (relativas a la sintonización del PSM) presentan una dependencia lineal con la intensidad interelectrónica mientras que la temperatura no tiene apenas dependencia como era de esperar.
- Los resultados obtenidos para los iones en estudio han sido comparados con los obtenidos a través de otros métodos clásicos de diagnóstico.
- Además se han realizado dos tests de corroboración del método:
 - El potencial del plasma y la IEPDF obtenidos a partir del método propuesto y a partir de métodos clásicos de espectroscopia de masas son bastante similares.
 - El potencial del plasma en los alrededores del DEPA no depende del ion medido.



Conclusión 1:

- El DEPA (Hyden Analytical Driven Electrode Probe Accessory) se polariza al V_p medido de la característica I-V.
- Por tanto ambas IEPDF están referidas al V_p y pueden compararse.
- La coincidencia en los resultados obtenidos para V_p y T_i avala el acierto de los mismo.
- Número de datos:
 - Massoft: 20 datos/eV. Debe ser aumentado para plasmas a baja presión.
 - Método propuesto: más de 300 datos/eV.

REFERENCIAS

- [1] Lee D, Oksuz L and Hershkovitz N 2007 Phys. Rev. Lett. 99 155004
- [2] E Stoffels, W W Stoffels and K Tachibana, 1998 Rev. Sci. Instrum. 69 (1)
- [3] Fernández Palop J I, Ballesteros J, Colomer V and Hernández M A 1996 J. Appl. Phys. 79, 2832-2840
- [4] T Gudimovskii 1990 Plasma Sources Sci. Technol. 8, 59-64
- [5] Godyak V A and Sternberg N 1990 Phys. Rev. A 42 2299-312
- [6] Lucena-Polonio M V, Díaz-Cabrera J M, Fernández Palop J I, Morales Crespo R, Hernández M A and Ballesteros J, Plasma Phys. Control. Fusion, 53, 124024 (2011)

P (Pa)	I ₀ (mA)	V _p (Ar ⁺) (V)	V _p (O ⁺) (V)	V _p (H ₃ O ⁺) (V)
4.5	5	0.97	1.02	1.15
5.5	5	1.3	1.27	1.13
4.5	7	0.92	0.93	0.8
5.5	7	0.99	1.04	1.08

Conclusión 2:

- El potencial del plasma en los alrededores del DEPA debe ser único para unas condiciones particulares del plasma.
- Las diferencias en el V_p para esos iones, bajo las mismas condiciones del plasma, son despreciables teniendo en cuenta que el error estimado de esta medida es de 0.5V.

DIAGNOSIS DE LAS ESPECIES IÓNICAS NEGATIVAS EN PLASMAS A BAJA PRESIÓN

J. M. Díaz-Cabrera, M. V. Lucena-Polonio¹, A. Tejero-del-Caz, J. I. Fernández Palop, R. Morales Crespo, M. A. Hernández and J. Ballesteros

¹Departamento de Física, Universidad de Córdoba; f02lupom@uco.

Introducción

Los sistemas para el análisis de iones basado en espectrometría de masas son muy usados porque nos permiten hacer el estudio de cada especie iónica que hay en el plasma por separado. De hecho, estos instrumentos son capaces de determinar la Función de Distribución de Energía de Iónica usando filtros de energía. Por otra parte, aunque la diagnosis por sondas de Langmuir está muy extendida [1-6] no es útil para plasmas multicomponentes en los que la densidad iónica es muy pequeña. Es por ello que el uso de un espectrómetro de masas se presenta aquí como técnica de diagnosis de plasmas.

Dispositivo experimental y método de medida

Proponemos un método de medida de la característica I-V de una sonda plana para cada especie iónica negativa presente en un plasma a baja presión, utilizando como amperímetro un espectrómetro de masas cuya entrada a la sonda puede ser polarizada a un potencial eléctrico arbitrario. De las características I-V obtenidas para cada caso obtenemos la Función de Distribución de Energía Iónica (IEDF) de cada especie iónica negativa del plasma. Además, se obtienen temperatura de los iones en estudio, la temperatura y densidad de los electrones, el potencial del plasma y el potencial flotante. Todo el proceso está controlado a través de un instrumento virtual realizado con Labview para tal propósito.

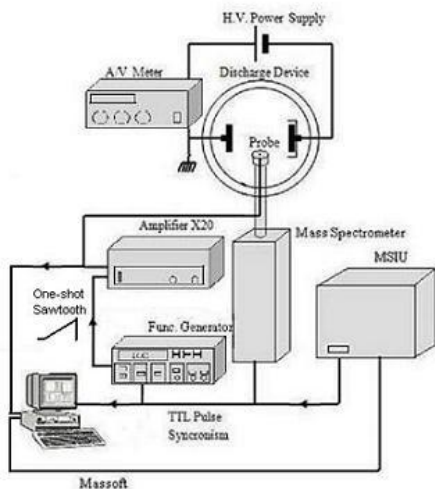


Figura 1. Dispositivo experimental

El espectrómetro de masas usado es el Hyden Analytical Sampling Plasma Mass Spectrometer (PSM), modelo PSM003, provisto de un Hyden Analytical Driven Electrode Probe Accessory (DEPA). El DEPA se introduce en el plasma y se polariza. El DEPA está provisto de un orificio de 50 μ m de radio, a través del cual entran las moléculas e iones al PSM. Este radio es menor que la longitud de Debye del plasma, por lo tanto, las irregularidades en el campo eléctrico debidas al orificio son apantalladas por la vaina que rodea el DEPA. Luego el espectrómetro de masas medirá el flujo de una especie iónica, en nuestro caso negativa, que pase a través del orificio, el cual juega el papel de sonda plana, [7]. Asimismo, hemos colocado dos sondas de

Langmuir, una en el centro del plasma y la otra encima

del DEPA para comparar los resultados obtenidos con el PSM. De esta manera usamos las sondas de Langmuir como test de nuevo método usado para la diagnosis del plasma. Podemos ver un esquema del dispositivo experimental en la Figura 1.

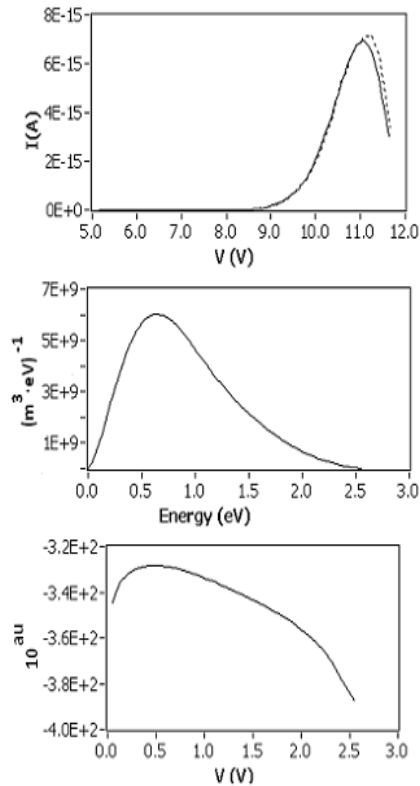


Figura 2. Característica I-V para iones O^- , IEDF y $\ln d^2I/dV^2$.

Para usar los métodos de diagnosis por sondas de Langmuir, primero suavizamos la característica I-V obtenida. Posteriormente, se calculan la 1ª y 2ª derivadas. De la condición $d^2I/dV^2=0$ obtenemos el potencial del plasma, V_p , y determinamos la IEDF o la EEDF (Función de Distribución de Energía de los Electrones) para iones y electrones respectivamente [1-4,6]. También obtenemos la temperatura de la especie negativa sintonizada con el espectrómetro, O^- en este caso, por integración de la IEDF así como la temperatura y la densidad electrónica mediante las sondas de Langmuir.

A la izquierda se muestran los resultados obtenidos para un plasma de CO_2 , y como se puede observar la característica I-V para iones negativos es de la misma forma que las medidas con sondas de Langmuir para los electrones, con excepción del potencia flotante que no tendría sentido en este caso puesto que medimos una sola especie cargada. La función de distribución, gráfica central de la Figura 2, al igual que cuando se miden iones positivos, los iones negativos presentan un comportamiento que sigue una función de distribución maxwelliana que se evidencia en la tercera gráfica de la misma.

Referencias

1. Fernández Palop J. I., Ballesteros J., Colomer V. and Hernández M. A., Rev. Sci. Instrum. **66**, 4625 (1995).
2. Ballesteros J., Fernández Palop J. I., Hernández M. A., and Morales Crespo R., Appl. Phys. Lett. **89**,101501 (2006).
3. Fernández Palop J. I., Ballesteros J., Colomer V. and Hernández M. A., J. Appl. Phys. **80**, 4282 (1996).
4. Ballesteros J., Fernández Palop J. I., Hernández M. A., Morales Crespo R. and Borrego del Pino S., Review of Scientific Instruments **75**, Number 1 (2004).
5. Lee D., Oksuz L. and Hershkowitz N., Phys. Rev. Lett. **99**,155004 (2007).
6. Díaz-Cabrera J. M., Lucena-Polonio M. V., Fernández Palop J. I., Morales Crespo R., Hernández M. A. and Ballesteros J., J. Appl. Phys, **111**, 063303 (2012).
7. Lucena-Polonio M. V., Díaz-Cabrera J. M., Fernández Palop J. I., Morales Crespo R., Hernández M. A. and Ballesteros J., Plasma Phys. Control. Fusion, **53**, 124024 (2011).

DIAGNOSIS DE LAS ESPECIES IÓNICAS NEGATIVAS DE PLASMAS A BAJA PRESIÓN

M. V. Lucena-Polonio, J. M. Díaz-Cabrera, A. Tejero-del-Caz, J. I. Fernández-Palop, R. Morales Crespo, M. A. Hernández, and J. Ballesteros
 Departamento de Física, Campus de Rabanales, Universidad de Córdoba, Córdoba

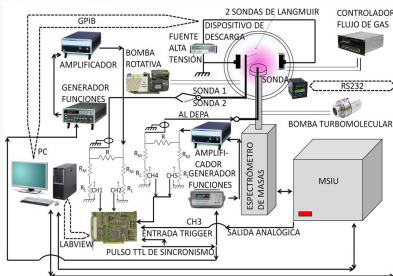
OBJETIVOS

- Este trabajo propone un método de medida de la característica I-V de una sonda plana para cada especie iónica presente en un plasma a baja presión, usando un espectrómetro de masas como amperímetro y cuya sonda de entrada puede ser polarizada a un potencial arbitrario.
- De ella se obtiene la Función de Distribución de Energía de los Iones (IEDF), que en concreto serán iones N_2^- y O_2^- para un plasma de N_2 y O_2 , respectivamente.
- Se obtienen como resultado además del potencial del plasma, la densidad y la temperatura de dichos iones.

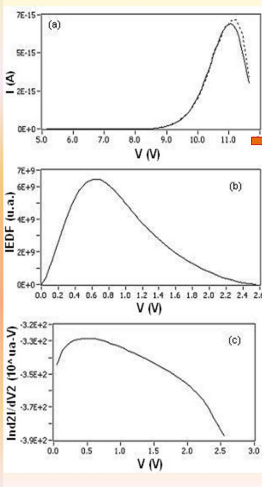
INTRODUCCIÓN

- El procesamiento de materiales con plasma es una tarea muy compleja porque requiere plasmas compuestos de diversas especies iónicas [1] y [2].
- Por ello es de interés el estudio de métodos de diagnóstico desarrollados para plasmas con impurezas o con residuos debidos al sputtering de las paredes o electrodos de la descarga o a gases residuales.
- La medida de la característica I-V de una especie iónica es de gran interés ya que se corresponde con el flujo de esos iones a la sonda del espectrómetro de masas (que hace el papel de superficie a ser procesada) como función del potencial de la misma. [3]

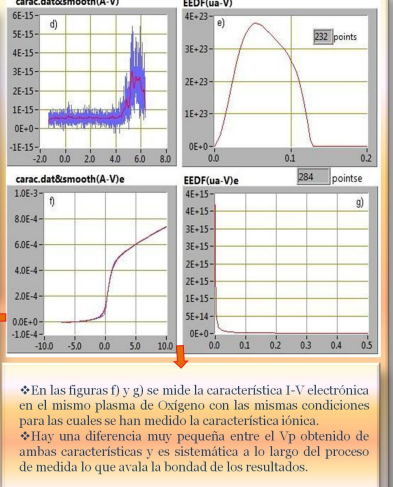
DISPOSITIVO EXPERIMENTAL



RESULTADOS



- En un resultado previo realizado para iones negativos, en concreto, para N_2^- , obtuvimos los resultados que se muestran en las figuras a) b) y c).
- La característica I-V correspondiente a dichos iones tiene la misma forma que la de los electrones, lógico si pensamos ambos son negativos y por tanto se comportarán del mismo modo frente a una variación del potencial del DEPA (Hyden Analytical Driven Electrode Probe Accessory).
- Así mismo, se ha representado en la figura e) el logaritmo de la derivada segunda de la característica para hacer notar que se trata de una distribución Maxwelliana de iones negativos, ya que en gran parte de su forma sigue un comportamiento lineal.
- En un estudio posterior llevamos a cabo el desarrollo del proceso pero en un plasma de Oxígeno, estudiando la característica I-V para los iones O_2^- . Los resultados obtenidos los tenemos en las figuras d), e), f) y g).
- En las figuras d) y e) podemos ver la característica I-V y la función de distribución para los iones O_2^- . En rojo aparece la suavizada y en azul la experimental.



REFERENCIAS

- [1] Lee D, Oksuz L and Hershkowitz N 2007 *Phys. Rev. Lett.* 99 155004.
- [2] E Stoffels, W W Stoffels and K Tachibana, 1998 *Rev. Sci. Instrum.* 69 (1)
- [3] Fernández Palop J I, Ballesteros J, Colomer V and Hernández M A 1996 *J. Appl. Phys.* 79, 2832-2840.
- [4] J T Gudmundsson 1999 *Plasma Sources Sci. Technol.* 8, 58-64.
- [5] Godyak V A and Sternberg N 1990 *Phys. Rev. A* 42 2299-312.
- [6] Lucena-Polonio M V, Díaz-Cabrera J M, Fernández Palop J I, Morales Crespo R., Hernández M A and Ballesteros J, *Plasma Phys. Control. Fusion*, 53, 124024 (2011).

CONCLUSIONES

- Hemos obtenido las características I-V de los iones O_2^- y N_2^- y sus correspondientes IEDF que resultan ser Maxwellianas. [6]
- Las características I-V presentan la zona de saturación iónica que predice la teoría.
- También se ha obtenido la característica I-V para los electrones en el caso del plasma de Oxígeno a través del mismo método de sonda plana (espectrómetro de masas) derivando unos resultados satisfactorios y de acuerdo a la teoría.
- Los resultados obtenidos para los iones en estudio han sido comparados con los obtenidos a través de otros métodos clásicos de diagnóstico (sonda de Langmuir).

Este trabajo ha sido apoyado por la Consejería de Innovación, Ciencia y Empresa, JUNTA DE ANDALUCÍA, Ref. No P07-TEP-02874 JA-CICE; Conv. 2007; Proyectos de Investigación de Excelencia y por el Ministerio de Ciencia e Innovación. Ref. No FIS2010-19951

III Congreso Científico de Investigadores en Formación 2012



III Congreso Científico de Investigadores en Formación de la Universidad de Córdoba

II Congreso Científico de Investigadores en Formación en Agroalimentación



Diagnosis de especies iónicas postivas y negativas en plasmas a baja presión

Introducción

El procesamiento de plasma de materiales es una tarea muy compleja porque implica plasmas con múltiples especies de iones. Con el fin de controlar y mejorar los procesos tecnológicos, es necesario mejorar los métodos de diagnóstico en plasmas para la determinación del potencial del plasma. El conocimiento acerca de las propiedades de los iones presentes en el plasma puede ser esencial para la mejora de los procesos tecnológicos. De esta manera, los sistemas de análisis de iones basados en espectrometría de masas se utilizan comúnmente, debido a que permiten estudiar cada una de las múltiples especies de iones presentes en el plasma por separado. De hecho, estos instrumentos pueden determinar la IEPDF (Función de Distribución de Probabilidad de Energía Iónica) mediante el uso de filtros de energía.

Los métodos que utilizan sondas de Langmuir todavía están siendo ampliamente utilizados en la diagnosis de plasmas, incluso en el caso de los plasmas electronegativos o en aquellos en los que se debe considerar la temperatura de los iones positivos [1, 2 y 3]. Sin embargo, estos métodos no son tan útiles en plasmas multicomponente, ya que la corriente de iones es muy pequeña y, por tanto, difícil de medir. Además, en este caso de medida con sondas de Langmuir, esta corriente de iones es la superposición de la corriente debido a las varias especies de iones presentes en el plasma. Así, todos estos métodos son incapaces de discriminar qué parte de la corriente medida corresponden a cada especie iónica. Desde este punto de vista, la medida de la característica I_i -V de una especie iónica es de gran interés tecnológico ya que da información sobre el flujo de este ion específico a la superficie a tratar, como una función del potencial de polarización.

Objetivos

Los sistemas para el análisis de iones basado en espectrometría de masas son muy usados porque nos permiten hacer el estudio de cada especie iónica que hay en el plasma por separado. De hecho, estos instrumentos son capaces de determinar la Función de Distribución de Energía de Iónica usando filtros de energía. Aunque la diagnosis por sondas de Langmuir está muy extendida [1,6] no es útil para plasmas multicomponentes

puesto que la corriente iónica medida es la superposición de las correspondientes a cada especie.

Este trabajo propone un método para medir la característica I_i -V de una sonda para cada especie iónica presente en un plasma a baja presión, mediante el uso de un espectrómetro de masas, que funciona como amperímetro, cuya sonda de entrada puede estar polarizada a un potencial eléctrico arbitrario. De las características I_i -V se obtiene la correspondiente IEPDF de cada especie iónica. Además, son obtenidos la temperatura de los iones y el correspondiente potencial del plasma. Se utilizan sondas de Langmuir para obtener las características de I-V para comprobar los resultados obtenidos con el espectrómetro de masas. Existe una buena concordancia entre los potenciales del plasma medidos por los diferentes métodos.

Material y método

Proponemos un método de medida de la característica I_i -V de una sonda plana para cada especie iónica positiva o negativa presente en un plasma a baja presión, utilizando como amperímetro un espectrómetro de masas cuya entrada a la sonda puede ser polarizada a un potencial eléctrico arbitrario. De las características I_i -V obtenidas para cada caso obtenemos la IEPDF para cada especie iónica del plasma. Además, se obtienen temperatura de los iones en estudio, la temperatura y densidad de los electrones y el potencial del plasma. Todo el proceso está controlado a través de un instrumento virtual realizado en el entorno de Labview para tal propósito.

Para nuestro propósito usamos un espectrómetro de masas, Hyden Analytical Sampling Plasma Mass Spectrometer (PSM), modelo PSM003, provisto de un Hyden Analytical Driven Electrode Probe Accesory (DEPA). El DEPA está provisto de un orificio de $50\mu\text{m}$ de radio, a través del cual entran las moléculas e iones al PSM. Este radio es menor que la longitud de Debye del plasma, por lo tanto, las irregularidades en el campo eléctrico debidas al orificio son apantalladas por la vaina que rodea el DEPA. Luego el espectrómetro de masas medirá el flujo de una especie iónica, que pase a través del orificio, el cual juega el papel de sonda plana, [7]. Asimismo, hemos colocado dos sondas de Langmuir, una en el centro

del plasma y la otra encima del DEPA para comparar los resultados obtenidos con el PSM.

Usando los métodos de diagnóstico por sondas de Langmuir, suavizamos la característica I-V. Posteriormente, se calculan la 1ª y 2ª derivadas. De la condición $d^2I/dV^2=0$ obtenemos el potencial del plasma, V_p , y determinamos la IEPDF o la EEDF (Función de Distribución de Energía de los Electrones) [1-4,6-7]. También obtenemos la temperatura del ion que se estudie por integración de la IEPDF así como la temperatura y la densidad electrónica usando las sondas de Langmuir.

Principales aportaciones

Hemos medido la característica I_i-V de la sonda plana (espectrómetro de masas) y la correspondiente IEPDF de varias especies iónicas en un plasma de Ar, He y O₂ usando el DEPA. Hemos obtenido resultados con mucha más precisión que los que fueron obtenidos por métodos clásicos de espectrometría de masas. Concluimos además que las IEPDFs obtenidas para cada uno de los iones estudiados, Ar⁺, He⁺ y O⁺, se aproximan mucho a una función de distribución Maxwelliana.


Por otro lado, se ha verificado que las condiciones del plasma no se ven afectadas por el potencial al que se somete al DEPA en el rango de valores de potencial que usamos para medir la característica I_i-V.

Se ha desarrollado y mejorado un programa en el entorno Labview que controla el proceso de medida y de tratamiento de los datos de forma automatizada.


Referencias

1. Fernández Palop J. I., Ballesteros J., Colomer V. and Hernández M. A., Rev. Sci. Instrum. 66, 4625 (1995).
2. Ballesteros J., Fernández Palop J. I., Hernández M. A., and Morales Crespo R., Appl. Phys. Lett. 89,101501 (2006).
3. Fernández Palop J. I., Ballesteros J., Colomer V. and Hernández M. A., J. Appl. Phys. 80, 4282 (1996).
4. Ballesteros J., Fernández Palop J. I., Hernández M. A., Morales Crespo R. and Borrego del Pino S., Review of Scientific Instruments 75, Number 1 (2004).


5. Lee D., Oksuz L. and Hershkowitz N., Phys. Rev. Lett. 99,155004 (2007).
6. Díaz-Cabrera J. M., Lucena-Polonio M. V., Fernández Palop J. I., Morales Crespo R., Hernández M. A. and Ballesteros J., J. Appl. Phys, 111, 063303 (2012).
7. Lucena-Polonio M. V., Díaz-Cabrera J. M., Fernández Palop J. I., Morales Crespo R., Hernández M. A. and Ballesteros J., Plasma Phys. Control. Fusion, 53, 124024 (2011).




III Congreso Científico de Investigadores en Formación de la Universidad de Córdoba
II Congreso Científico de Investigadores en Formación en Agroalimentación



UNIVERSIDAD DE CORDOBA



eidA3
escuela internacional de doctorado en agroalimentación



CREANDO REDES

DIAGNOSIS DE ESPECIES IÓNICAS POSITIVAS Y NEGATIVAS EN PLASMAS A BAJA PRESIÓN

Autor: María Vanessa Lucena Polonio
Grupo de plasmas electronegativos
Departamento de Física, Universidad de Córdoba

ÍNDICE

- **Introducción:** La medida de la característica I₁-V de una especie iónica específica presente en un plasma es de gran interés tecnológico ya que da información del flujo de esos iones a la sonda (la cual hace el papel de sustrato que será procesado) como función del potencial al que se polariza la sonda.
- **Objetivo:** Presentar los resultados obtenidos a través del nuevo método propuesto para medir la característica I₁-V de una sonda plana de cada especie iónica presente en un plasma de Ar, He y O₂ a baja presión, usando como amperímetro un espectrómetro de masas cuya entrada (sonda plana) puede ser polarizada a un potencial eléctrico arbitrario.
- **Dispositivo experimental.**
- **Método de medida.**
- **Resultados.**
- **Tests.**
- **Conclusiones.**

2

INTRODUCCIÓN Hemos elegido una descarga dc porque es muy estable y tenemos un electrodo de referencia.

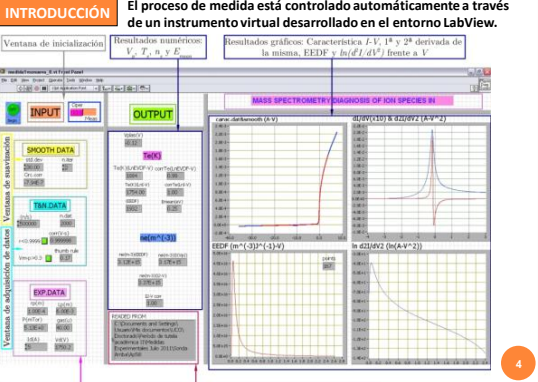
Contamos con:

- Hyden Analytical Sampling Plasma Mass Spectrometer, PSM003 (PSM).
- Hyden Analytical Driven Electrode Probe Accessory (DEPA).
- El espectrómetro de masas muestra que hay otros gases presentes siempre en el plasma como impurezas, y esto es un inconveniente para la diagnosis con sondas de Langmuir.
- Dos sondas de Langmuir: (up) en el centro del plasma; (down) justo encima del DEPA.
- El radio del orificio del DEPA es menor a la longitud de Debye. Por tanto, desde el punto de vista del plasma, las irregularidades en el campo eléctrico debidas al orificio son apantalladas por la vaina.
- Por tanto el orificio del DEPA juega el papel de sonda plana.
- El PSM mide el flujo de una especie iónica específica que pasa a través del orificio del DEPA para cada potencial del DEPA. **Característica I₁-V.**




3

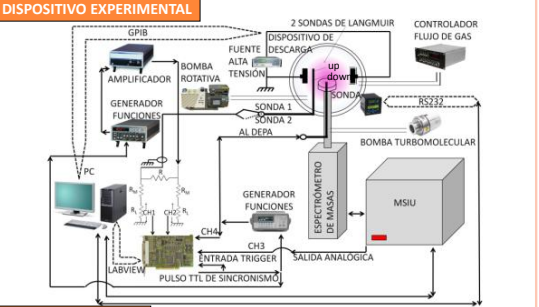
INTRODUCCIÓN El proceso de medida está controlado automáticamente a través de un instrumento virtual desarrollado en el entorno LabView.



Panel frontal del instrumento virtual

4

DISPOSITIVO EXPERIMENTAL

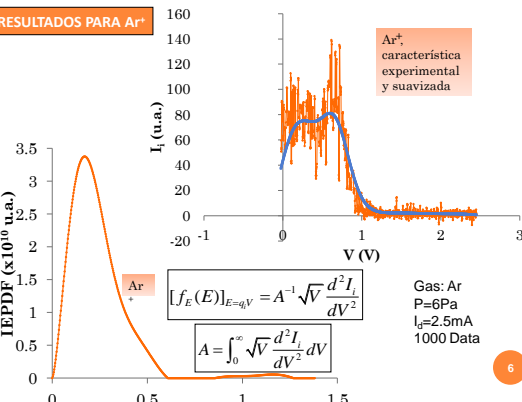


MÉTODO DE MEDIDA

- Primer paso: sintonizar el PSM. Mientras se sintoniza el PSM está a potencial flotante.
- Un generador de funciones polariza el DEPA. En standby, proporciona un potencial negativo que limpia la sonda.
- El instrumento virtual ordena al convertidor analógico-digital que envíe un pulso al trigger del generador de funciones y dos pulsos simultáneos a dos canales del ADC.

5

RESULTADOS PARA Ar⁺



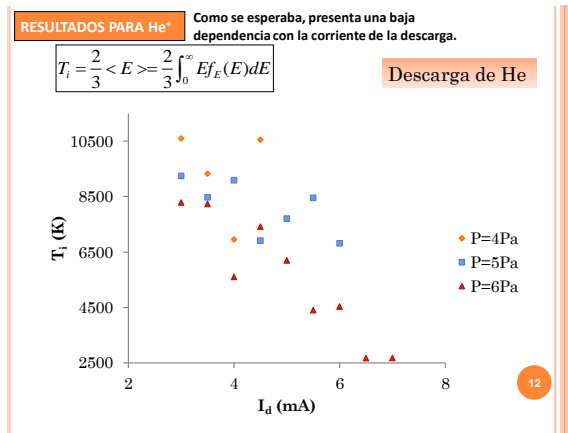
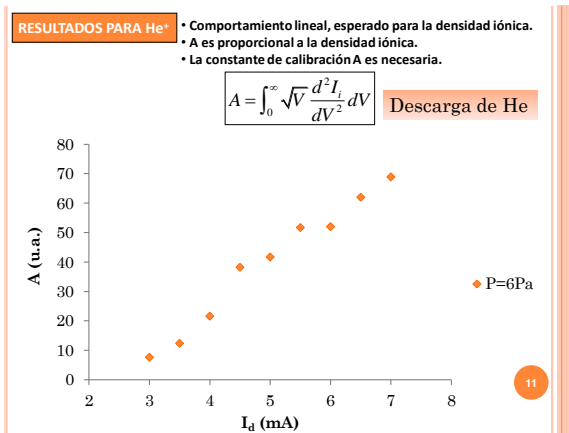
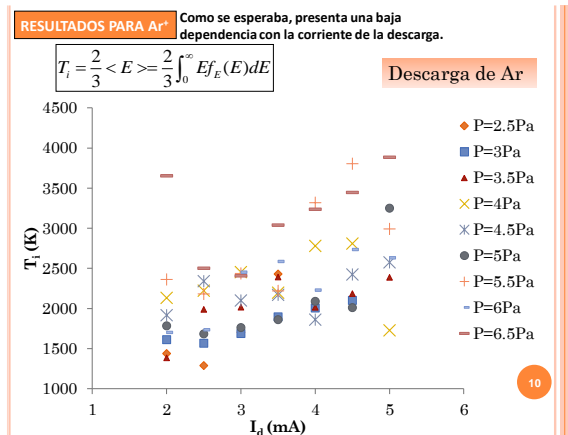
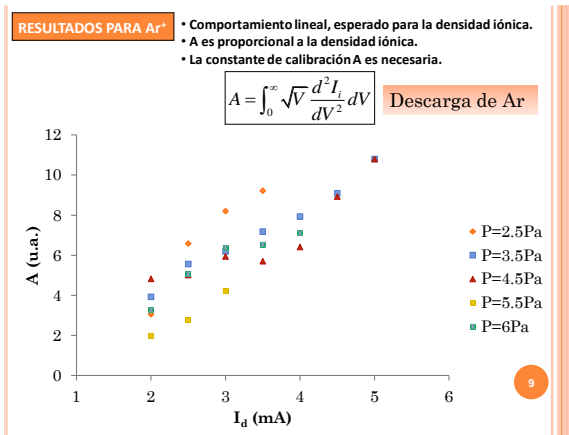
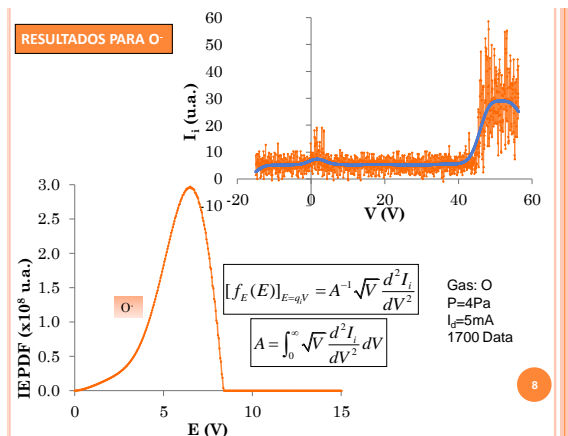
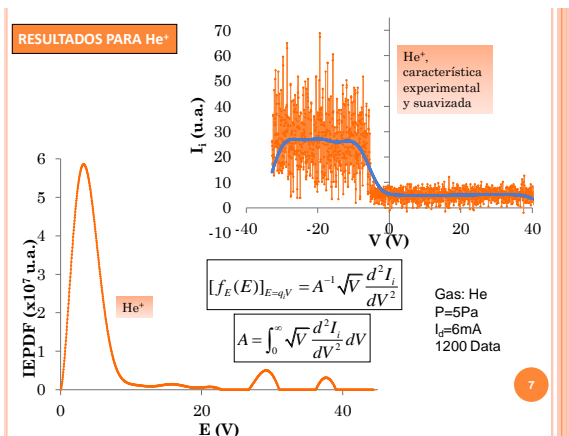
Ar⁺

$$[f_E(E)]_{E=q\phi} = A^{-1} \sqrt{V} \frac{d^2 I_1}{dV^2}$$

$$A = \int_0^\infty \sqrt{V} \frac{d^2 I_1}{dV^2} dV$$

Gas: Ar
P=6Pa
I₀=2.5mA
1000 Data

6



CONCLUSIONES

- Proponemos un método de medida de la característica I-V de una sonda plana de varias especies iónicas.
- De esa función obtenemos el potencial del plasma, la Función de Distribución de Probabilidad de Energía Iónica (IEPDF) y la temperatura iónica del ion correspondiente.
- La IEPDF medida con este método es más precisa que las obtenidas por métodos espectroscópicos clásicos.
- Además, hemos testeado el método de tres formas diferentes:
 - 1) El potencial del plasma y la IEPDF obtenidos con el método propuesto y la obtenida a partir del método clásico de espectroscopía son bastante similares.
 - 2) El potencial del plasma en los alrededores del DEPA no depende del ion medido.
 - 3) Las condiciones del plasma no son afectadas por el DEPA en el rango de valores que usamos para nuestras medidas.

13

FIN**MUCHAS GRACIAS POR SU
ATENCIÓN**

14

ICPIG 2013 Conference, Granada 2013

XXXI ICPIG
GRANADA 2013

INTERNATIONAL
CONFERENCE
ON PHENOMENA
IN IONIZED GASES

Diagnostics of Positive and Negative Ion Species in Low Pressure Plasmas

M. V. Lucena-Polonio, J. M. Díaz-Cabrera, A. Tejero-del-Caz, J. I. Fernández Palop, R.

Morales Crespo, M. A. Hernández, and J. Ballesteros

Departamento de Física, Universidad de Córdoba, Spain

This work proposes a method to measure the I_i - V characteristic of a plane probe for each ion species present in a low-pressure plasma, by using a mass spectrometer as the ammeter whose probe entrance can be biased at an arbitrary electric potential. From the I_i - V characteristics, the corresponding Ion Energy Probability Distribution Function (IEPDF) of each ion species in the plasma is obtained. Moreover, the corresponding ion temperature and the plasma potential are also obtained. Langmuir probes are used to obtain the I - V characteristics to check the results obtained with the mass spectrometer. There is a good agreement between the different measured plasma potentials.

1. Introduction

The plasma processing of materials is a very complex task since it involves plasmas with multiple species of ions. In order to control and improve these technological processes, it is necessary to improve the plasma diagnostics methods for the determination of the plasma properties potential. A knowledge of the properties of the ions present in the plasma may be essential for such improvement of the technological processes. In this way, systems for ion analysis based on mass spectrometry are commonly used since they allow studying each one of the multiple species of ions present in the plasma separately. In fact, these instruments can determine the IEPDF (Ion Energy Probability Distribution Function) by using energy filters. Nevertheless, their usual accuracy in energy is about 0.1 eV. This value is not accurate enough in low temperature plasmas and should be lowered. Langmuir probe methods are still being widely used in plasma diagnostics, even in the case of electronegative plasmas or in those in which the positive ion temperature should be considered [1,2]. Nevertheless, Langmuir probe methods based on the analysis of the ion current are not so useful in multicomponent plasmas since the ion current is very small, and hence, difficult to measure. Furthermore, it is the superposition of the current due to the several ion species present in the plasma. Thus, all these methods are unable to discriminate which part of the measured current corresponds to each ion species. In any case, these kinds of measurements are necessary to understand the plasma-wall interaction in which the plasma processing of materials is based [3]. Even in the

case of monocomponent plasmas, such as Argon plasmas, there are always other gases present as impurities due to the residual air or the sputtering from the walls or electrodes of the discharge. From this point of view, the measurement of the I_i - V characteristic of specific ion species is of great technological interest since it gives information about the flow of these specific ions to the surface to be processed as a function of the biasing potential.

2. Method

Here we present a method to measure the I_i - V characteristic of a plane probe for each ion species present in low pressure Ar and He plasmas, by using as the ammeter a mass spectrometer whose probe entrance can be biased at an arbitrary electric potential. A mass spectrometer, Hyden Analytical Sampling Plasma Mass Spectrometer (PSM), PSM003 model, provided with a Hyden Analytical Driven Electrode Probe Accessory (DEPA), is used. The PSM is tuned to provide a maximum number of counts per second. Once the tuning is done, none of the tuning parameters are modified. The DEPA is immersed in the plasma and biased. It is provided with a 50 μm radius orifice through which molecules and ions enter the PSM. This radius is lower than the Debye length of the plasma, and thus, the irregularities in the electric field due to the orifice are shielded by the sheath surrounding the mass spectrometer DEPA. Therefore, the mass spectrometer will measure the flow of an ion species passing through the orifice, thereby playing the role of a plane probe for each biasing potential. The I_i - V

characteristic of the corresponding ion species can thus be measured.

In order to use the Langmuir probe diagnostics method, we first smooth the ion I_i - V characteristic. Then the first and second derivative of the smoothed characteristic curve are obtained. From the condition $d^2I/dV^2 = 0$, the plasma potential, V_p , is obtained, and finally, the IEPDF is determined by using the classical Druyvensteyn method [1-6]. Nevertheless we use this method carefully and hesitatingly, since it presumes a 3D isotropic velocity distribution function while our DC discharge could present an anisotropic ion flux. Thus, we place the DEPA in the border of the discharge. By integrating the IEPDF, the ion temperature of the specific ion species which is being analyzed is obtained.

3. Experimental setup

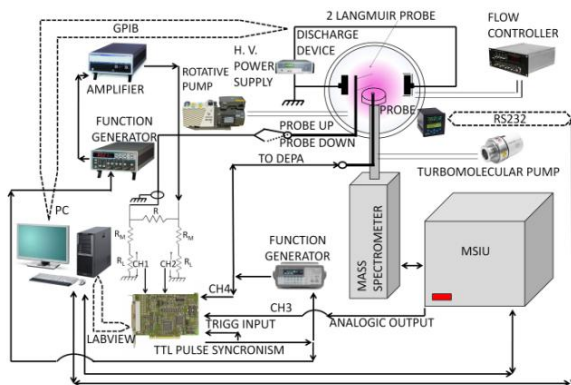


Fig. 1. Experimental setup.

Fig. 1 shows the experimental setup. As it can be seen, we have set two Langmuir probes inside the discharge device. One of them is in the bulk of the plasma (probe up) and the other one is just above of the orifice of the mass spectrometer probe entrance (probe down) in order to compare with the results obtained from the mass spectrometer. The Langmuir probes let us to measure the I - V probe characteristic from which we can obtain the plasma potential, the electron density, the electron temperature and the floating potential, at the points where those Langmuir probes are placed.

4. Results

Three consecutive measurements are made, which we will analyze for the case of an Argon and Helium DC discharge:

1. The Ar^+ and He^+ IEPDF are measured by using the mass spectrometer program,

Massoft, which is shown in Fig. 2 b) for an Argon plasma and 3 b) for a Helium plasma.

2. The Ar^+ ion and He^+ I_i - V characteristics are measured by using a software developed by us, and are shown in Figs. 2 a) and 3 a), respectively. From the characteristic we can obtain the IEPDF. The plasma potential can also be obtained from the Ar^+ and He^+ I_i - V characteristics (see Figs. 2 a) y 3 a)). The density of ions can not be obtained because the current collected by the mass spectrometer depends on the tuning, and therefore, although it is proportional to the ion density, it does not provide the absolute value of such density. However, the Ar^+ and He^+ ion temperatures can be obtained from the IEPDF.

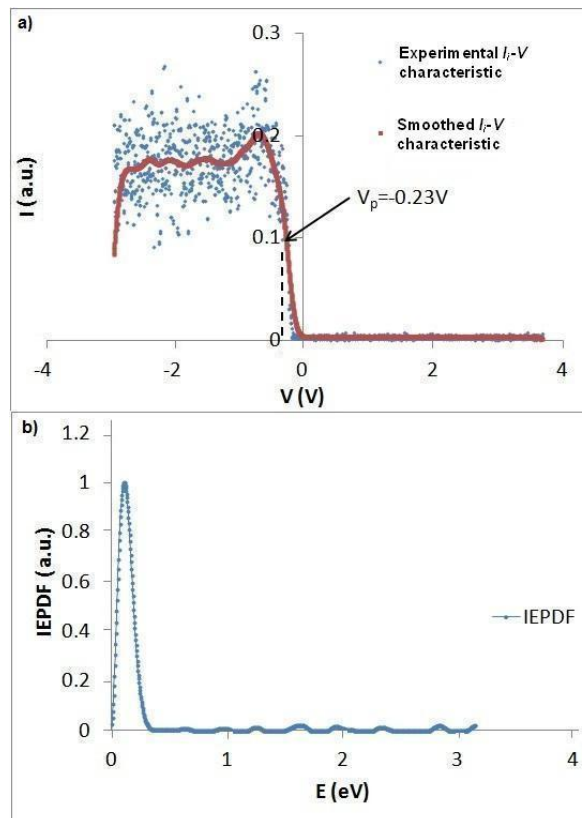


Fig. 2. a) Ar^+ I_i - V characteristic in a Ar DC discharge plasma, referred to the ground. b) Ar^+ IEPDF measured by using the proposed method.

3. Finally, we measure the I - V characteristics with the two Langmuir probes. During these measurements, the DEPA is biased at the floating potential in order to reduce the influence of the DEPA in the plasma. The results of one of them (probe down) agree with the results provided by the mass

spectrometer, since this probe is placed just above the mass spectrometer probe entrance.

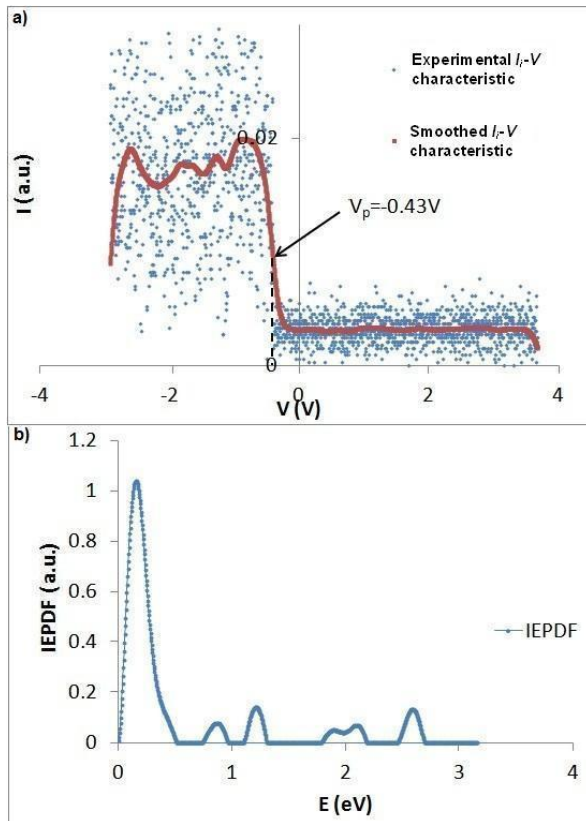


Fig. 3. a) He^+ I - V characteristic in a He DC discharge plasma, referred to the ground. b) He^+ IEPDF measured by using the proposed method.

A similar study was carried out to analyse negative ions, in particular, O^- in a CO_2 plasma. Fig. 4 shows the results obtained. As it can be seen, the negative ion O^- I - V characteristic has the classic shape of an I - V Langmuir probe characteristic. The difference is in the absence of a floating potential for the O^- I - V characteristic, since a singly-charged species is being measured.

In conclusions, this measuring method is very acceptable to measure the negative ion current, since the negative ion current is masked by the electron current when other methods are used.

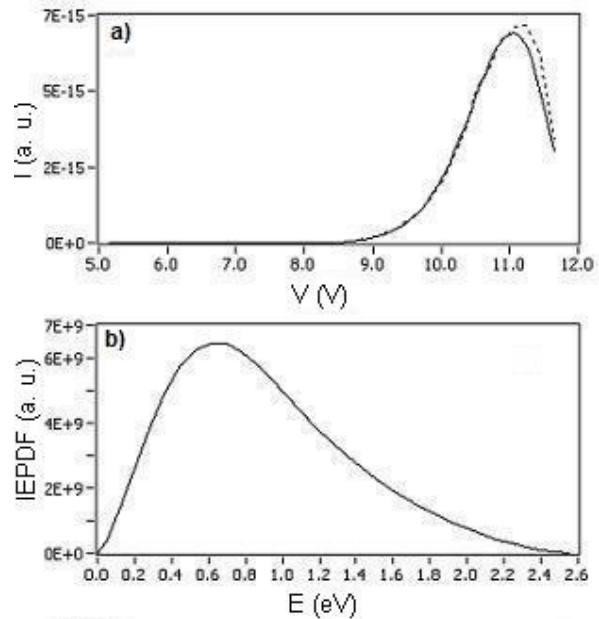


Fig. 4. a) O^- I - V characteristic DC discharge plasma, referred to the ground. b) O^- IEPDF measured by using the proposed method.

5. References

- [1] J. Ballesteros, J. I. Fernández Palop, M. A. Hernández, and R. Morales Crespo, *Appl. Phys. Lett.* **89**,101501 (2006).
- [2] J. I. Fernández Palop, J. Ballesteros, V. Colomer and M. A. Hernández, *J. Appl. Phys.* **80**, 4282 (1996).
- [3] D. Lee, L. Oksuz and N. Hershkowitz, *Phys. Rev. Lett.* **99**,155004 (2007).
- [4] J. Ballesteros, J. I. Fernández Palop, M. A. Hernández, R. Morales Crespo and S. Borrego del Pino, *Review of Scientific Instruments Volumen 75*, Number 1 (2004).
- [5] M. V. Lucena-Polonio, J. M. Díaz-Cabrera, J. I. Fernández Palop, R. Morales Crespo, M. A. Hernández and J. Ballesteros, *Plasma Phys. Control. Fusion*, **53**, 124024 (2011).
- [6] Díaz-Cabrera J. M., Lucena-Polonio M. V., Fernández Palop J. I., Morales Crespo R., Hernández M. A. and Ballesteros J., *J. Appl. Phys.*, **111**, 063303 (2012).

DIAGNOSTICS OF POSITIVE AND NEGATIVE ION SPECIES IN LOW PRESSURE PLASMAS



M. V. Lucena-Polonio, J. M. Díaz-Cabrera, A. Tejero-del-Caz, J. I. Fernández Palop, R. Morales Crespo, M. A. Hernández, and J. Ballesteros
 Department of Physics, Campus de Rabanales, University of Córdoba,
 Córdoba, Spain



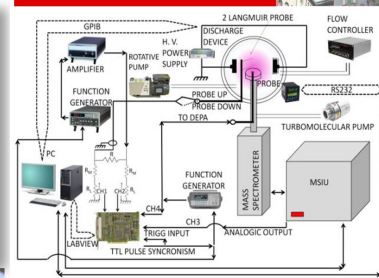
OBJECTIVES

- ✦ This work proposes a method to measure the ion current (I_d) to voltage (V) characteristic of a plane probe for each ion species present in a low-pressure plasma by using a mass spectrometer as an ammeter whose probe entrance can be biased at an arbitrary electric potential.
- ✦ From the I_d - V characteristics, the corresponding **Ion Energy Probability Distribution Function (IEPDF)** of each one of the ion species composing the plasma is determined.
- ✦ The plasma potential and ion temperatures are also obtained.

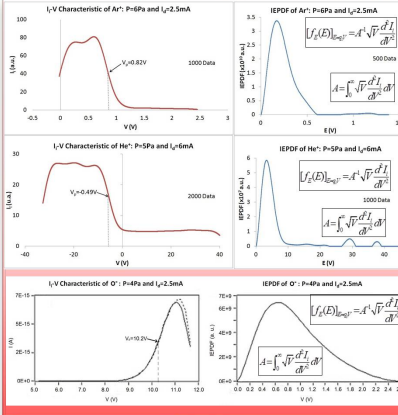
INTRODUCTION

- ✦ The plasma processing of materials is a very complex task because it involves plasmas with multiple species of ions [1] and [2].
- ✦ Diagnostic methods of plasmas composed of several ion species must be developed to control the process.
- ✦ The measurement of the I_d - V characteristic of a single ion species is of great interest because, on the one hand, it provides the flow of these ions to the mass spectrometer probe (which plays the role of the surface to be processed in a coating device) as a function of the biasing potential [3], and, on the other hand, it provides information about each specific ion species by using classical Langmuir probe methods.

EXPERIMENTAL SETUP



RESULTS

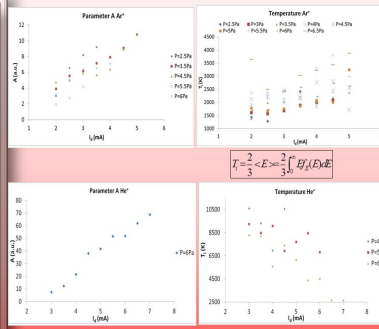


✦ The PSM (Plasma Mass Spectrometer) measures the IEPDF of specific ion species by using energy filters.

✦ This IEPDF begins in the plasma potential, V_p .

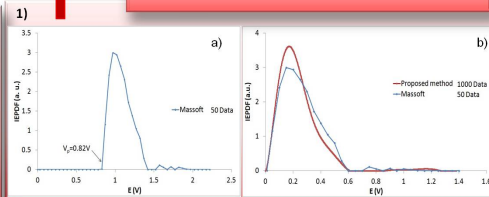
✦ The plasma potential coincides with the one obtained from the zero of the second derivative of the I_d - V characteristic. [1-6].

✦ The IEPDF measured by the PSM coincides with the one obtained from the I_d - V characteristic.



CONCLUSIONS

- ✦ I_d - V characteristics of several ion species in Ar, He and CO₂ plasmas and the corresponding IEPDF were obtained.
- ✦ I_d - V characteristics present ion saturation as predicted by the theory.
- ✦ In order to normalize the IEPDF, the second derivative of the I_d - V characteristic is divided by a parameter, A , which shows a linear dependence with the discharge current, I_d , so A is proportional to the ion density of the corresponding species.
- ✦ The ion energy resolution in the IEPDF obtained from the I_d - V characteristic is 15 times better than the one provided by the PSM energy filters.
- ✦ Besides, we have tested the goodness of the proposed method by two different ways:
 - 1) The plasma potential and the IEPDF obtained from the proposed method and from classical mass spectrometry methods are quite similar.
 - 2) The plasma potential in the neighborhoods of the DEPA does not depend on the ion measured.



REFERENCES

[1] Lee D, Oksuz L and Hershkovitz N 2007 Phys. Rev. Lett. 99 155004.
 [2] E Stoffels, W W Stoffels and K Tschubass, 1998 Rev. Sci. Instrum. 69 (1)
 [3] Fernández Palop J I, Ballesteros J, Colomer V and Hernández M A 1996 J. Appl. Phys. 79, 2832-2840.
 [4] J T Gudmundsson 1999 Plasma Sources Sci. Technol. 8, 58-64.
 [5] Godyak V A and Sternberg N 1990 Phys. Rev. A 42 2290-312.
 [6] Lucena-Polonio M V, Díaz-Cabrera J M, Fernández Palop J I, Morales Crespo R., Hernández M A and Ballesteros J, Plasma Phys. Control. Fusion, 55, 32 1024 (2013).

P (Pa)	I_d (mA)	V_p (Ar ⁺)(V)	V_p (O ⁺)(V)	V_p (H ₃ O ⁺)(V)
4.5	5	0.97	1.02	1.15
5.5	5	1.3	1.27	1.13
4.5	7	0.92	0.93	0.8
5.5	7	0.99	1.04	1.08

Test 2)
 ✦ The plasma potential in the surroundings of the DEPA must be unique for a particular plasma conditions.
 ✦ The differences in V_p for these ions, under the same plasma conditions, are negligible since the estimated error for V_p is about 0.1 V.

This work has been supported by the Consejería de Innovación, Ciencia y Empresa, JUNTA DE ANDALUCÍA, Ref. No P07-TEP-02874 JACICE; Conv. 2007, Proyectos de Investigación de Excelencia and by the Spanish Ministerio de Ciencia e Innovación. Ref. No FIS2010-30061

UNIVERSIDAD DE CÓRDOBA

Departamento de Física

**ESTUDIO Y MEDIDA
DE LAS CARACTERÍSTICAS
IÓNICAS DE PLASMAS
MEDIANTE
ESPECTROMETRÍA DE
MASAS**

DERECHOS DE PUBLICACIÓN

Cualquier transferencia de derechos de publicación de cualquier parte literal o resumida de la presente memoria se deberá hacer con el permiso explícito del *Grupo de Investigación y Desarrollo Tecnológico*, del Plan Andaluz de Investigación, Desarrollo e Innovación (PAIDI) TEP 230 (*Plasmas Electronegativos*) de la Universidad de Córdoba.