

Laboratório de Física Experimental em Unidades de Investigação, LEFT

Tecnologias de vácuo em máquinas de precisão

Grupo 6B

-Duarte Marques, 96523
-Joana Abreu, 96235
-Juna Santos, 96549
-Miguel Mendes, 95755

4 de janeiro de 2022, 15h00

Sessão 1: Pós-Laboratorial

A primeira sessão laboratorial foi realizada virtualmente, via Zoom. Nesta, têm-se como objetivos a compreensão dos princípios básicos de funcionamento e componentes de um sistema de vácuo. Serão tratados temas como: criação de vácuo, bombas de vácuo, câmaras e válvulas, procurando-se responder a algumas questões, tais como:

- O que é um sistema de vácuo?
- Quais são os principais componentes num sistema de vácuo?
- Como pode a pressão ser lida?
- Por que há necessidade de sistemas de baixa pressão em microtecnologias para deposição de material?
- Como se distinguem os diferentes tipos de bombas de vácuo (mecânicas, turbomoleculares e criogénicas)?

De forma a tratar alguns destes temas, começa-se por responder às questões do Quizz 1, proposto pela investigadora responsável para esta sessão.

Quizz 1

1- Qual a pressão típica nos seguintes sistemas?

- Dentro de uma lâmpada de filamento

70 kPa \approx 0.7 atm \approx 525 Torr

- Num aspirador doméstico

80 kPa \approx 0.8 atm \approx 600 Torr

- Num túnel de um acelerador de partículas

Entre 10^{-10} e 10^{-11} Torr (no *collider*, há zonas em que apenas é necessário 10^{-8} Torr).

- Numa câmara de deposição de grafeno (durante a deposição)

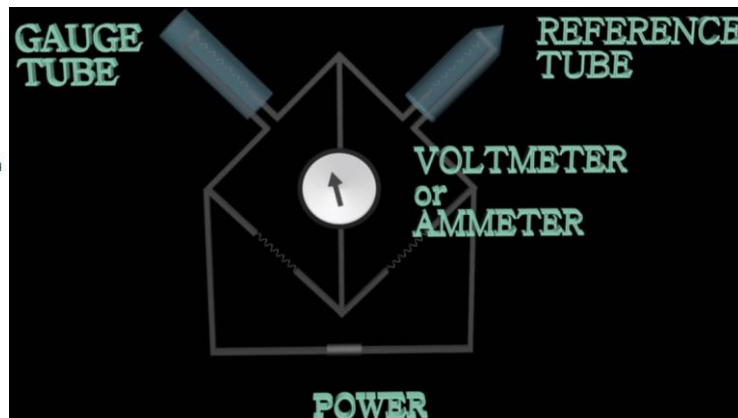
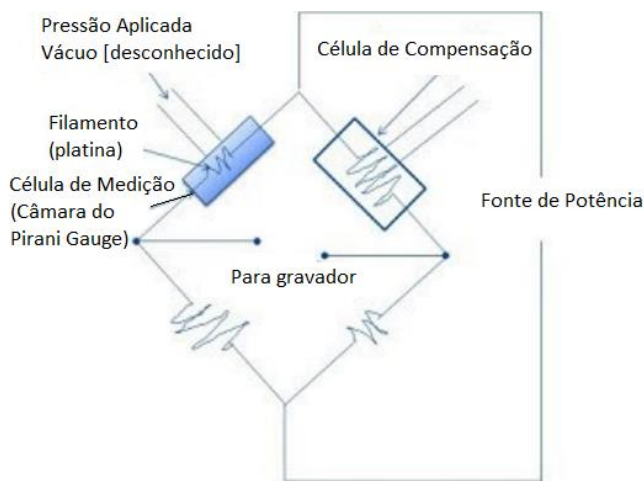
Depende do método; usualmente, não abaixo de 10^{-6} Torr se for *ultra high* CVD (Chemical Vapour Deposition). Para PVD (Physical Vapour Deposition), 10^{-4} ou 10^{-5} Torr.

- Numa câmara de deposição de filmes finos cristalinos (por exemplo, *molecular beam epitaxy* (MBE) durante a deposição)

Entre 10^{-8} e 10^{-12} Torr.

2- Como funcionam os sensores de pressão do tipo Pirani, Penning e de filamento quente (Bayard-Alpert)?

a) Tipo Pirani



O sensor de pressão do **tipo Pirani** é um tipo de sensor de condutividade térmica utilizado para medir pressões entre os 10^{-5} e os 20 Torr, permitindo assim medir a pressão no vácuo.

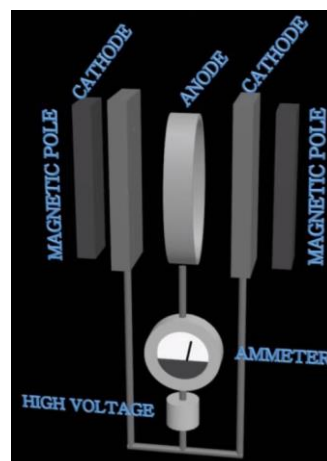
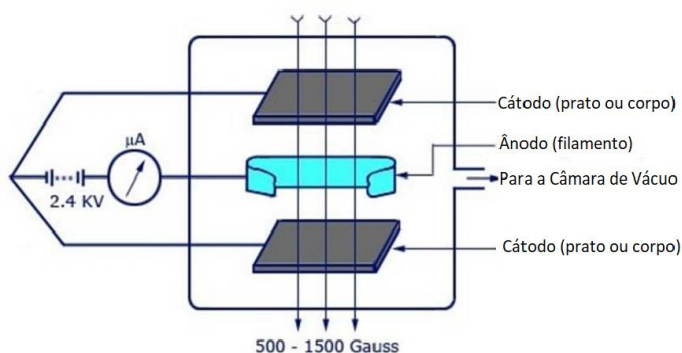
O sensor é constituído por um **filamento metálico** (usualmente platina) suspenso num tubo que está ligado ao sistema cujo vácuo irá ser medido. O fio condutor de platina é aquecido quando corrente elétrica flui nele. Este fio suspenso num gás vai perder calor para o mesmo quando as moléculas colidem com ele e removem calor. À medida que a pressão do gás diminui (pela ação da bomba de vácuo), o número de moléculas presentes diminui e a condutividade do meio envolvente cai e o fio perde calor mais lentamente. A resistência elétrica do fio varia com a temperatura, portanto a medição da **resistência** indica a temperatura do fio.

Em muitos sistemas, o fio é mantido a uma resistência constante R controlando a corrente que o atravessa. A potência fornecida ao fio é RI^2 e a mesma é transferida para o gás. A corrente elétrica requerida para alcançar este balanço é então uma medida do vácuo.

Alternativamente, também é possível usar dois filamentos (de tungsténio, por exemplo), uma fonte de potência e um voltímetro ou amperímetro; um dos filamentos é colocado no tubo exposto ao ambiente cuja pressão se quer medir. O outro filamento é colocado num tubo de referência selado, com gás a pressão constante. Os filamentos são aquecidos passando corrente elétrica nestes. À medida que as moléculas do gás interagem com o filamento, o calor é removido. Quanto maior a pressão, maior o número de interações com as moléculas do gás e mais calor é retirado do filamento. A resistência elétrica do filamento depende da sua temperatura, pelo que a **resistência elétrica depende da pressão na câmara**. A resistência elétrica é calculada com a Lei de Ohm, mantendo constante a pressão e medindo a voltagem ou mantendo constante a tensão e medindo a corrente.

A condutividade térmica e a capacidade calorífica do gás podem afetar a medição, portanto pode ser necessária calibração antes de obter medidas. Os sensores de pressão Pirani são bastante rápidos e permitem medir um intervalo amplo de pressões. Para medição de pressões menores, instrumentos como o sensor Penning são usados.

b) Tipo Penning

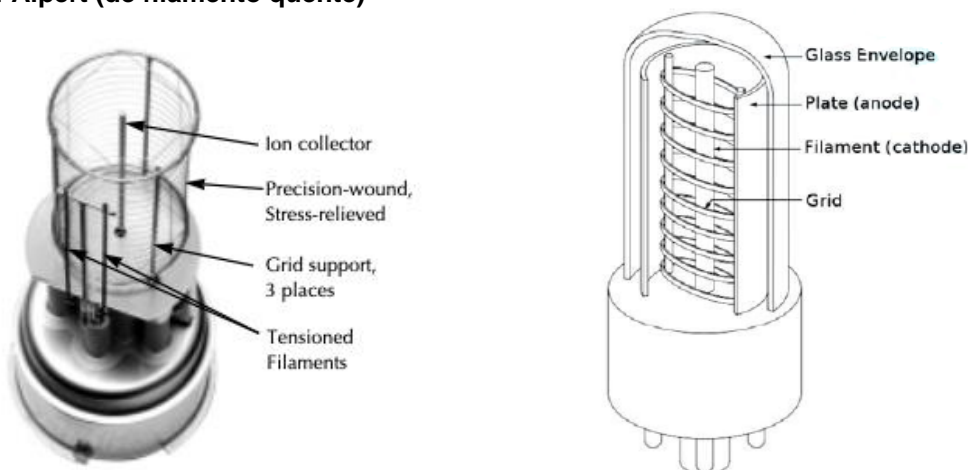


Por outro lado, o sensor de pressão do **tipo Penning** é um tipo de sensor de ionização de **cátodo frio**, também utilizado para medir a pressão no vácuo. Este sensor é utilizado para pressões ainda mais baixas do que as pressões medidas pelo sensor do tipo Pirani, nomeadamente pressões de ordens de grandeza entre os 10^{-7} e os 10^{-2} Torr.

O sensor é constituído por um cilindro exterior à temperatura ambiente que funciona como **cátodo** (na verdade, poderão existir dois cátodos) e por um filamento de tungsténio montado no centro do tubo que constitui o **ânodo**, assim como uma fonte de tensão, um amperímetro e pólos magnéticos. O sensor funciona através da aplicação de uma diferença de potencial de cerca de 2 a 3 KV entre o cátodo e o ânodo, que resulta numa descarga do gás, ou seja, na formação de iões. Estes iões irão ser acelerados para o cátodo. Ao interagir com o cátodo, são emitidos eletrões que, por sua vez, são acelerados para o ânodo.

No sensor, existe também um **campo magnético** perpendicular aos planos dos elétrodos com indução magnética da ordem dos 800 gauss, introduzido por um íman. Este campo faz com que a trajetória dos eletrões que se deslocam para o ânodo seja em hélice, o que a torna muito mais comprida, o que, por sua vez, potencia (torna mais provável) a ocorrência de ionização do gás por impacto eletrónico (mesmo a baixa pressão), aumentando a corrente de ionização. Os novos eletrões produzidos realizam exatamente o mesmo processo, ocorrendo um aumento muito rápido da ionização. Eventualmente, os eletrões são capturados pelo ânodo, sendo o equilíbrio alcançado quando o número de eletrões produzido por ionização num segundo é igual à soma entre a corrente iónica positiva para o cátodo e a corrente eletrónica para o ânodo. O amperímetro é utilizado para medir a corrente de iões, que é convertida num valor de pressão. A corrente é calibrada de forma a permitir obter uma medida da pressão do gás e, portanto, da câmara a que está conectado.

c) Tipo Bayard-Alpert (de filamento quente)



O sensor de pressão do **tipo Bayard-Alpert** ioniza as moléculas do gás presente no volume do medidor. Os iões são recolhidos por um fio coletor de iões. A corrente no fio é medida e é determinado o número de moléculas presentes; a partir do número de moléculas, consegue-se saber qual é o valor da pressão.

Funcionamento detalhado: O sensor é constituído por um filamento quente (**cátodo**) que emite eletrões em direção a uma rede (**ânodo**). É feita a ionização das moléculas do gás através de um fluxo constante de eletrões. Os eletrões resultantes são emitidos do cátodo a uma taxa constante e são acelerados até um espaço invólucro por uma rede constituída por fios - o ânodo. Neste espaço, os eletrões colidem com as moléculas de gás que se encontram em vácuo e produzem iões positivos; estes, por sua vez, são coletados pelo coletor de iões que está localizado no eixo de uma rede cilíndrica. Este coletor está ligado à terra. A taxa com que os eletrões são formados é diretamente proporcional à densidade de moléculas (pressão) no medidor (para pressões abaixo de 10^{-3} Torr). A força da corrente dos iões é medida num eletrómetro que está calibrado em unidades de pressão. Como a indicação da pressão é linear, o sensor de pressão Bayard-Alpert é o sensor mais preciso para pressões inferiores a 10^{-3} Torr.

3- Como funcionam as bombas de vácuo rotativas, turbomoleculares e criogénicas?

a) Rotativas

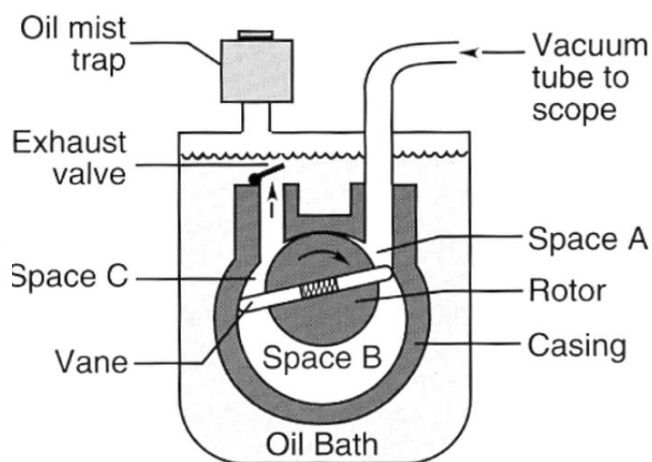
Diferentes tipos de bombas de vácuo têm diferentes ordens de grandeza nas quais são eficazes. Para ir da pressão atmosférica até ao *ultra-high vacuum* (UHV) (da coluna de alguns microscópios, por exemplo), diferentes tipos de bombas são utilizadas umas a seguir às outras. Uma das bombas que mais é utilizada é a **bomba mecânica**. Há diferentes tipos de bombas mecânicas, sendo que cada uma serve o seu propósito. Trata-se de uma **bomba de deslocamento positivo** ("positive displacement pump"), uma vez que empurra o ar para fora da câmara. Estas bombas não sugam o ar; em vez disso, empurram volumes de ar para fora da câmara de vácuo.

Um tipo de bomba mecânica é a bomba de palheta **rotativa** (“rotary vane pump”). Este sistema seria acoplado ao tubo de *input* e os gases a serem evacuados passariam por ele. Dentro desta bomba rotativa, há um rotor que roda e, ligado a este, uma palheta (“vane”) com uma mola no meio. À medida que muda de posição, os braços expandem ou contraem o necessário de acordo com as paredes do tubo. Consequentemente, à medida que um braço avança, empurra qualquer gás na câmara para a válvula de exaustão e desta através de um *oil mist trap* e são expelidos para a sala.

O rotor empurra um pequeno volume de gás para um tubo de saída em cada rotação, mas uma típica bomba roda a mais de 1000 rpm. Menos ar é deixado na câmara nas proximidades da bomba, criando uma região de baixa pressão na câmara. Esta região de baixa pressão na câmara próxima da bomba leva a que o ar no resto da câmara se desloque em direção à região de baixa pressão. Este movimento denomina-se **difusão**.

À medida que o ar é removido do sistema, a pressão na câmara baixa e a diferença entre zona de baixa e alta pressão torna-se menor. Quando isto acontece, a bomba torna-se cada vez menos eficaz a empurrar o ar. Depois de a pressão atingir alguns Torr (*rough vacuum*), a capacidade da bomba mecânica reduzir a pressão torna-se cada vez mais menor.

Após a pressão na câmara ser reduzida para algumas dezenas de mTorr, uma bomba de alto vácuo é usada, de forma a se atingir um vácuo suficientemente bom para deposições de filmes finos de *high-yield*, por exemplo. As bombas mecânicas criam vibrações, pelo que se ouvem facilmente na sala, sendo importante não obter imagens de alta resolução enquanto a bomba mecânica está a trabalhar. Por outro lado, as bombas mecânicas requerem alguma **manutenção**: o óleo precisa de ser trocado de vez em quando.



Indução + Exaustão (bomba rotativa)

- Bombas de primeiro estágio;
- *ultimate pressure* $\approx 10^{-4}$ Torr;
- requer uma *purge vapor line*.

b) Turbomoleculares

A bomba mecânica só consegue reduzir a pressão (a partir da pressão atmosférica, por exemplo) até um certo ponto, no qual outra bomba começa a funcionar. A **bomba turbomolecular** é semelhante a uma série de três hélices. À medida que as moléculas do gás descem, penetram entre estas **hélices** e, à medida que estas **giram**, as moléculas continuam a ir para baixo, semelhante ao que acontece na hélice de um avião. À medida que a pressão desce cada vez mais, a rotação torna-se mais rápida. Trata-se de uma **bomba de transferência de momento**, uma vez que as moléculas do ar vão chocando até saírem da câmara. É capaz de atingir pressões muito mais baixas que uma bomba mecânica isolada.

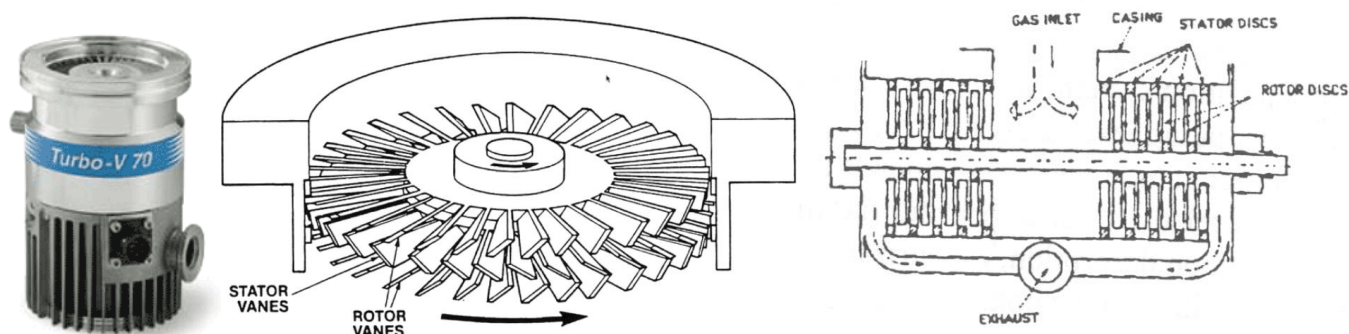
Em **primeiro** lugar, é necessário **bombear o sistema com uma bomba mecânica** (“rough pump”). A bomba turbo é utilizada depois disso. Porém, é importante notar que a bomba turbomolecular não consegue trabalhar sozinha: ela é **apoiada por uma bomba mecânica**. Isto significa que o ar da saída da bomba turbomolecular é removido pela bomba mecânica. Consequentemente, a bomba mecânica é utilizada de duas maneiras diferentes: para reduzir a pressão do sistema de vácuo da pressão atmosférica até cerca de 10 Torr, para que a bomba turbomolecular possa ser ligada, e como apoio à bomba turbomolecular.

O *design* consiste num conjunto de **turbinas** que giram a **altas velocidades**. As moléculas de ar são atingidas pelas lâminas inclinadas da turbina e saltam para fora da câmara. À medida que as moléculas de ar na câmara próximas da bomba diminuem em número, as restantes moléculas de ar na câmara sofrem difusão em direção à bomba turbomolecular,

onde existe menos ar. As moléculas de ar que a bomba turbomolecular coleta acabam por sair da bomba, e posteriormente são bombeadas pela bomba mecânica que apoia a bomba turbo.

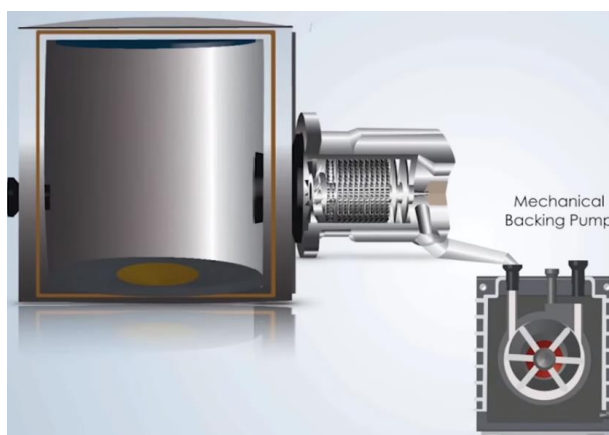
A habilidade de bombear por parte desta bomba está relacionada com a velocidade das turbinas, que normalmente giram a 50 000 rpm ou mais (uma bomba mecânica tipicamente roda a <5 000 rpm). As bombas de alto vácuo conseguem atingir 10^{-6} Torr e ainda mais baixas, mas estão normalmente limitadas por pequenas **fugas** no sistema ou pelo “**outgassing**” do sistema, o que significa que existem moléculas de gases encurraladas no sistema, que tendem a sair das paredes da câmara à medida que a pressão diminui. Uma desgaseificação/queima de gás (“**bake out**”) pode ser feita, na qual a temperatura da câmara é aumentada, de forma a que estas moléculas saiam das paredes com calor. Isto pode ajudar a reduzir o **outgassing**, mas normalmente não é necessário para sistemas de deposição de filmes finos.

Uma bomba turbomolecular consegue rotineiramente evacuar uma grande câmara de vácuo até 10^{-7} Torr (1.3×10^{-5} Pa). Pressões da ordem de 10^{-6} Torr são normalmente suficientes para a deposição da maioria dos filmes finos.

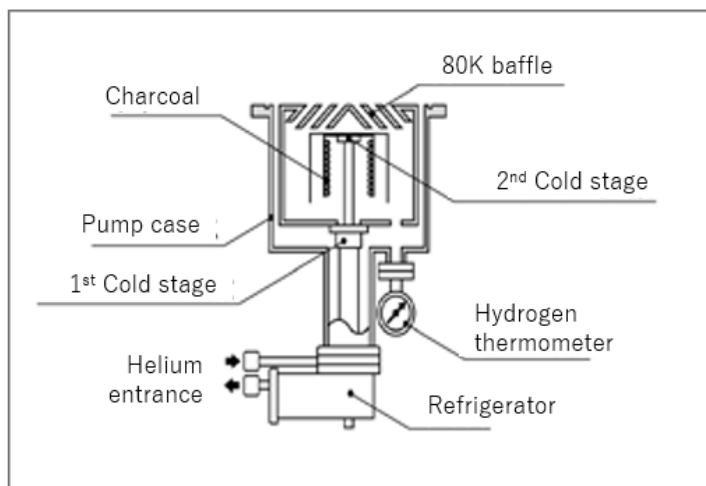


- bombas de segundo estágio;
- *ultimate pressure* $\approx 10^{-10}$ Torr;
- requer uma bomba de apoio.

Transferência de momento dos discos para as moléculas de gás
Separação entre rotor e discos \approx livre percurso médio



c) Criogénicas



Uma típica **bomba criogénica** consiste num refrigerador criogénico a produzir refrigeração em dois estágios de temperatura. Cada estágio, por sua vez, arrefece uma extensa superfície nas quais os gases serão congelados.

O **primeiro estágio (1ststage)** do refrigerador opera usualmente num range de 50 a 75 K e é utilizado para arrefecer o painel exterior e a abertura da bomba criogénica. O **segundo estágio (2ndstage, o “cold stage”)** opera normalmente entre 10 e 20 K e é utilizado para arrefecer os painéis interiores. Gases como o nitrogénio, oxigénio e argon irão ser **congelados nesses painéis**.

Por último, outros gases que ainda não tiverem sido congelados num dos painéis serão absorvidos em **carvão** (num processo designado de “**cryosorption**”), localizado na parede interior do painel de segundo estágio (“**charcoal**”).

Temas adicionais

Livre percurso médio (λ)

O livre percurso médio (“**mean free path**”) é a distância média que uma partícula consegue percorrer entre duas colisões sucessivas com outras partículas. Para colisões entre partículas idênticas, a seguinte fórmula aplica-se:

$$\lambda = \frac{kT}{\sqrt{2}\pi \cdot p \cdot d_m^2}$$

Nesta fórmula, d_m é o diâmetro molecular e m a massa. A partir da fórmula, facilmente se depreende que o livre percurso médio apresenta uma relação de proporcionalidade direta com a temperatura e é inversamente proporcional à pressão e ao diâmetro molecular.

As variantes desta equação discutidas em literatura académica, que examinam questões como as colisões entre diferentes partículas de gases, colisões de partículas de gases com iões ou eletrões e efeitos da temperatura, são aqui desconsideradas.

A tabela apresentada abaixo mostra valores de $\lambda \cdot p$ para um conjunto de gases a 0 °C. Utilizando estes valores, o livre percurso médio de uma molécula de nitrogénio a várias pressões é estimado. À pressão atmosférica, uma molécula de nitrogénio percorre uma distância de 59 nm entre duas colisões, enquanto que no UHV, a pressões inferiores a 10^{-8} hPa, percorre uma distância de alguns quilómetros.

Gas	Chemical Symbol	$\lambda \cdot p$ [m hPa]	$\lambda \cdot p$ [m Pa]
Hydrogen	H ₂	$11.5 \cdot 10^{-5}$	$11.5 \cdot 10^{-3}$
Nitrogen	N ₂	$5.9 \cdot 10^{-5}$	$5.9 \cdot 10^{-3}$
Oxygen	O ₂	$6.5 \cdot 10^{-5}$	$6.5 \cdot 10^{-3}$
Helium	He	$17.5 \cdot 10^{-5}$	$17.5 \cdot 10^{-3}$
Neon	Ne	$12.7 \cdot 10^{-5}$	$12.7 \cdot 10^{-3}$
Argon	Ar	$6.4 \cdot 10^{-5}$	$6.4 \cdot 10^{-3}$
Air		$6.7 \cdot 10^{-5}$	$6.7 \cdot 10^{-3}$
Krypton	Kr	$4.9 \cdot 10^{-5}$	$4.9 \cdot 10^{-3}$
Xenon	Xe	$3.6 \cdot 10^{-5}$	$3.6 \cdot 10^{-3}$
Mercury	Hg	$3.1 \cdot 10^{-5}$	$3.1 \cdot 10^{-3}$
Water vapor	H ₂ O	$6.8 \cdot 10^{-5}$	$6.8 \cdot 10^{-3}$
Carbon monoxide	CO	$6.0 \cdot 10^{-5}$	$6.0 \cdot 10^{-3}$
Carbon dioxide	CO ₂	$4.0 \cdot 10^{-5}$	$4.0 \cdot 10^{-3}$
Hydrogen chloride	HCl	$3.3 \cdot 10^{-5}$	$3.3 \cdot 10^{-3}$
Ammonia	NH ₃	$3.2 \cdot 10^{-5}$	$3.2 \cdot 10^{-3}$
Chlorine	Cl ₂	$2.1 \cdot 10^{-5}$	$2.1 \cdot 10^{-3}$

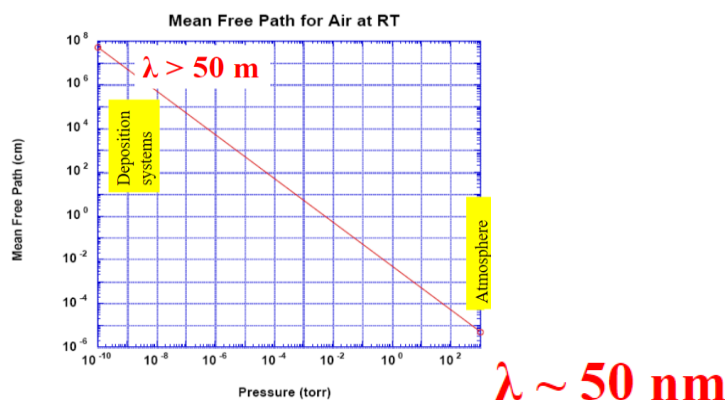
Pressure [Pa]	Pressure [hPa]	Mean free path [m]
$1 \cdot 10^5$	$1 \cdot 10^3$	$5.9 \cdot 10^{-8}$
$1 \cdot 10^4$	$1 \cdot 10^2$	$5.9 \cdot 10^{-7}$
$1 \cdot 10^3$	$1 \cdot 10^1$	$5.9 \cdot 10^{-6}$
$1 \cdot 10^2$	$1 \cdot 10^0$	$5.9 \cdot 10^{-5}$
$1 \cdot 10^1$	$1 \cdot 10^{-1}$	$5.9 \cdot 10^{-4}$
$1 \cdot 10^0$	$1 \cdot 10^{-2}$	$5.9 \cdot 10^{-3}$
$1 \cdot 10^{-1}$	$1 \cdot 10^{-3}$	$5.9 \cdot 10^{-2}$
$1 \cdot 10^{-2}$	$1 \cdot 10^{-4}$	$5.9 \cdot 10^{-1}$
$1 \cdot 10^{-3}$	$1 \cdot 10^{-5}$	$5.9 \cdot 10^0$
$1 \cdot 10^{-4}$	$1 \cdot 10^{-6}$	$5.9 \cdot 10^1$
$1 \cdot 10^{-5}$	$1 \cdot 10^{-7}$	$5.9 \cdot 10^2$
$1 \cdot 10^{-6}$	$1 \cdot 10^{-8}$	$5.9 \cdot 10^3$
$1 \cdot 10^{-7}$	$1 \cdot 10^{-9}$	$5.9 \cdot 10^4$
$1 \cdot 10^{-8}$	$1 \cdot 10^{-10}$	$5.9 \cdot 10^5$
$1 \cdot 10^{-9}$	$1 \cdot 10^{-11}$	$5.9 \cdot 10^6$
$1 \cdot 10^{-10}$	$1 \cdot 10^{-12}$	$5.9 \cdot 10^7$

Livre percurso médio de alguns gases a 273.15 K

Livre percurso médio da molécula de nitrogénio a 273.15 K (0° C)

⚠ 1 hPa = 0.7500616827 Torr ⚠

(a unidade utilizada ao longo desta atividade experimental é o Torr, à exceção de nas tabelas apresentadas acima, daí ter sido colocada esta informação)



Como a pressão do gás de pulverização (“sputtering gas”) afeta a qualidade do filme e a taxa de pulverização

A **pressão** na qual a câmara é mantida é um fator fulcral e terá principalmente dois efeitos. Considere-se, neste caso, o gás como sendo árgon. O ritmo de deposição será sobretudo função do ritmo de pulverização, que é, por sua vez, uma função da quantidade de árgon presente. Todavia, a pressão também afeta o **livre percurso médio**. Com uma pressão do árgon de ≈ 0.1 Torr, o livre percurso médio resultante é $\lambda \approx 0.5$ mm, muito menor do que a distância entre o alvo e a *wafer*, pelo que haverá bastantes colisões do material pulverizado à medida que este vai em direção ao *wafer*.

A pressões do gás mais **elevadas**, os iões podem colidir com os átomos do gás e difundir no substrato ou na parede da câmara e condensar após penetrarem até uma certa distância. A deposição (“sputter deposition”) a maiores pressões do árgon resulta numa significativa **perda na taxa de deposição**, devido ao espalhamento do gás e à retrodifusão dos átomos pulverizados.

O livre percurso médio de um átomo é inversamente proporcional à pressão p . Para $\lambda \approx 0.1$ cm, tem-se que $p \approx 50$ mTorr. Desta forma, visto que a típica separação entre alvo e substrato é de bastantes centímetros, os átomos pulverizados têm de passar por dezenas de colisões antes de chegarem ao substrato. Isto reduz a taxa de deposição. Muitas colisões também impedem a ionização e a acumulação de energia de eletrões (reduz-se a densidade de iões e o ritmo de deposição).

Em contraste, para pressões mais **baixas** na câmara (à mesma potência): energia dos iões mais elevada faz o ritmo de pulverização e deposição aumentar, mas diminui o bombardeamento do alvo para deposição, o que acaba por **reduzir o ritmo de deposição**. Haverá menos colisões e poucos iões para bombardear e gerar eletrões secundários, o que limita o *yield*.

Assim, existe uma **pressão ótima para máximo ritmo de deposição**. A pressão não pode ser excessivamente elevada, de modo a não causar a formação de arcos (*arcing*) no plasma (*breakdown* elétrico que produz uma descarga elétrica prolongada). Esta pressão ótima depende das configurações alvo-substrato (a separação entre eles, o tamanho do alvo e do substrato, etc.).

Composição da atmosfera

Constituinte	Fração molar (%)
N ₂	78.084
O ₂	20.946
Ar	0.9340
CO ₂	0.0416
Ne	0.001818
He	0.000524
CH ₄	0.000187
Kr	0.000114

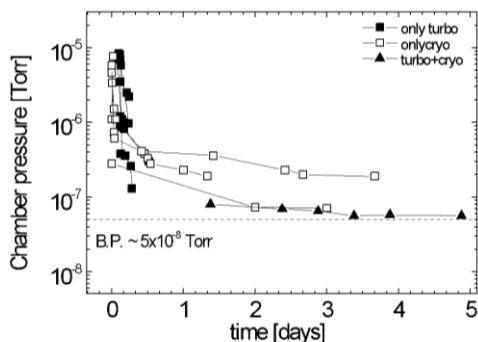
Vapor de água → entre 0% e 3%; depende bastante de vários fatores (como a temperatura, pressão, etc...)

É-nos bastante útil o facto de o ar ser composto maioritariamente por N₂, visto que este gás é pouco reativo, levando a uma diminuição do número de processos químicos que possam ocorrer dentro da câmara de vácuo (na qual se realizarão futuras medições).

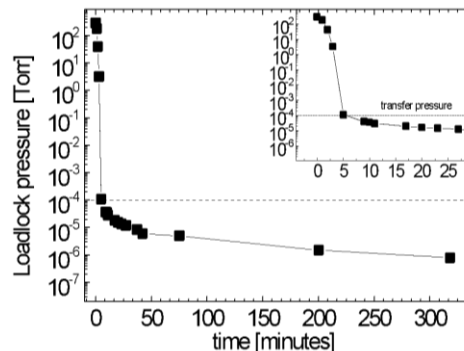
Variação da eficiência com o volume e composição do ar

O impacto do tamanho molecular é algo importante a considerar. **Moléculas mais pequenas conseguem escapar mais facilmente e são mais facilmente absorvidas por certos materiais**. As **bombas** de vácuo são **menos eficientes** a bombear gases com pesos moleculares menores. Um sistema poderá conseguir bombear nitrogénio (o principal componente do ar) até ao vácuo desejado, mas a câmara poderá permanecer com bastante hidrogénio e hélio residuais, por exemplo. Câmaras cobertas de materiais demasiado permeáveis, como o paládio (que é uma “esponja” de hidrogénio) criam problemas de *outgassing*.

Na figura abaixo, é aparente que, ao bombear a câmara (*chamber*), de volume superior à da antecâmara (*loadlock*), o tempo necessário para a pressão estabilizar e atingir uma pressão desejada é bastante superior, como seria de esperar. Os detalhes e valores específicos destas propriedades dependerão dos volumes exatos e dos modelos das bombas utilizadas.



Process chamber



Loadlock chamber

Por que bombas turbomoleculares não servem para pressões altas (baixa eficiência por causa do “atrito”)

Sabemos que as bombas turbomoleculares têm de ser operadas a pressões baixas, sendo estas apoiadas por outras bombas (normalmente, bombas rotativas). Não se deve, por exemplo, operar uma bomba turbomolecular à pressão atmosférica. **Colisões moleculares** têm uma significância maior para pressões maiores. O fluxo molecular é portanto mantido até a alguns mbar. A bomba turbomolecular trabalha apenas se essas **moléculas** atingidas pelas lâminas rotatórias **atingirem as lâminas** estáticas **antes de colidirem com outras moléculas pelo caminho**. Para atingir isso, a distância entre as lâminas rotativas e as lâminas estacionárias tem de ser próximo ou menor que o **livre percurso médio**. Logo, o livre percurso médio não pode ser demasiado grande, para que a pressão não seja demasiado grande também,

As bombas turbomoleculares funcionam como um aparelho de transferência de momento. Estão feitas para pressões nas quais o **livre percurso médio de uma molécula de gás é maior do que o espaçamento entre as lâminas**, de forma a “dirigir” as moléculas numa particular direção. Não são lâminas de uma ventoinha, embora pareçam sê-lo. Tentar bombear pressões mais altas exigirá mais torque do que o motor e os rolamentos permitem fazer, levando a falhas no motor e a uma luz (usualmente vermelha) no painel frontal do aparelho. A bomba turbomolecular não bombeará eficazmente (ou de todo) sem uma bomba de apoio.

Numa câmara muito grande, será melhor utilizar duas bombas ou uma bomba maior?

Colocar duas bombas turbomoleculares **em paralelo** pode permitir obter um **maior caudal** (“throughput”). Porém, poderá ser bastante importante utilizar uma bomba turbomolecular com um maior diâmetro (“throat diameter”). Se duas bombas de vácuo iguais estiverem conectadas em paralelo, aumentará o volume de escoamento, mas a pressão de sucção terá pouca ou nenhuma mudança com um dimensionamento ótimo do tubo.

Deverá ser considerada uma **bomba maior** quando o **tempo** necessário para atingir um certo vácuo é o aspeto crítico. Se o tempo não é importante, uma bomba mais pequena irá bombear a câmara até ao vácuo tal como uma bomba maior, mas demora mais tempo. Se não for relevante se se atinge o vácuo em 1 minuto ou em 10 minutos, uma bomba menor é melhor, visto que é mais barato comprá-la e utilizá-la.

Mesmo tendo isto em conta, é fulcral ter em conta que diferentes bombas têm diferentes **volumes ideais** de funcionamento. Para uma câmara maior, poder-se-á ter de usar uma bomba maior, tal como acontece no laboratório: a câmara, de volume bastante superior à antecâmara, possui associada uma bomba de vácuo também maior.

5 de janeiro de 2022, 15h00

Sessão 2: Pós-Laboratorial

Nesta sessão de laboratório, o objetivo tido em conta inicialmente (i.e., aquando da planificação desta atividade experimental) era de trabalhar com a máquina Nordiko 2000. Contudo, esta sofreu uma avaria, o que impossibilitou a sua utilização. Desta forma, nesta atividade experimental, recorreu-se à máquina **Nordiko 3000**, disponível na sala limpa do INESC-MN.

Assim, procura-se que os elementos do grupo se familiarizem com a máquina Nordiko 3000. Pretende-se compreender os mecanismos necessários para reduzir e aumentar a pressão no interior da antecâmara da antecâmara do sistema e registar os valores associados a estes processos, obtidos em laboratório. No trabalho experimental, procurar-se-á então:

- representar esquematicamente a máquina Nordiko 3000, em particular a antecâmara, que vai ser alvo do nosso estudo;
- listar e compreender a sequência de passos necessários para bombear a antecâmara da pressão atmosférica até pressões mais baixas (**pumping**), e destas fazer o **venting** para as pressões mais elevadas;
- medir em tempo real a **pressão no interior da antecâmara** e da **frequência de rotação das turbinas da bomba turbomolecular** ao longo do tempo, nos processos de *venting* e *pumping*;
- estimar a pressão mais baixa atingível pelas bombas de vácuo utilizadas.

No final desta sessão, responder-se-á ao *Quizz 2*, através do qual parte destes tópicos serão tratados.

Entrada na sala limpa

Esta sessão laboratorial decorreu na sala limpa de classe 100 (ISO Classe 4). Devido a dois casos de COVID-19 em dois membros do grupo (Joana Abreu e Juna Santos), apenas os restantes dois elementos do grupo se deslocaram ao INESC. Houve intenção de ligar o computador por Zoom, aquando dentro da sala limpa, mas a fraca ligação à Internet não o permitiu.

Antes de entrar na sala limpa, começa-se por passar por uma sala intermédia, na qual se colocaram proteções azuis de plástico nos sapatos e onde se deixaram os casacos. Esta sala tem ligação à sala cinzenta e à divisão para a qual nos deslocamos em seguida, na qual todo o restante vestuário foi colocado. Antes de entrar na sala limpa, colocamos a indumentária adequada à sala, que permite reduzir a disseminação de partículas. Ao vestirmo-nos tivemos atenção para nada tocar no chão.

Começou-se por colocar o macacão, seguido do capuz. Este vestuário havia sido previamente adquirido e será utilizado unicamente por cada um dos elementos do grupo ao longo das diferentes sessões. A máscara cirúrgica já se encontrava em utilização antes da entrada na sala. Em seguida, foram colocadas as botas de proteção e, por fim, as luvas. Foram tiradas fotografias a um dos elementos do grupo utilizando o vestuário apontado, as quais se apresentam abaixo.

Para além disto, houve o cuidado de não levar papéis para a sala limpa, nem materiais que pudessem disseminar muitas partículas, apenas os instrumentos estritamente necessários (computador, esferográficas sem tampa, telemóveis, etc.). O próprio pano para limpeza dos óculos, por exemplo, teve de ser colocado dentro de uma mica.

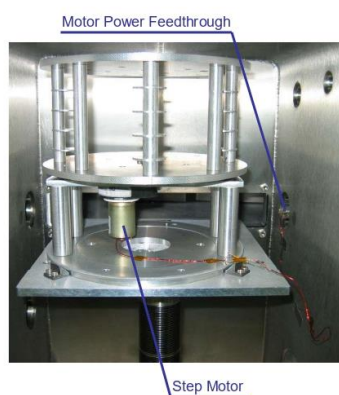


Sistema de vácuuo

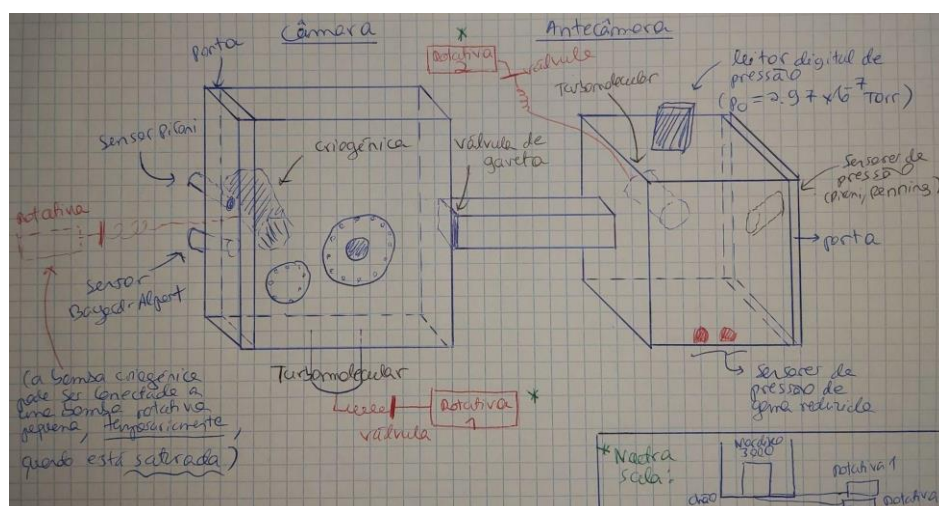
Na primeira figura, apresentada abaixo, está a **sala** onde se encontra a máquina Nordiko 3000 e o ambiente de trabalho para esta sessão. Uma **vista frontal do sistema de vácuuo** é apresentada na figura à direita, na qual é aparente a câmara ("Chamber"), à esquerda, ligada à antecâmara ("Loadlock"), à direita. Nesta sessão laboratorial, far-se-á *venting* e *pumping* apenas da antecâmara. À frente da máquina, encontra-se um **arrefecedor** (na terceira imagem), lá colocado para manter a temperatura da sala estável, sobretudo durante os meses quentes.



Na figura da esquerda está agora representado o **interior da loadlock**, onde são colocados os *wafers* (“bolachas”) para processos de deposição. Ao lado desta, estão imagens da mesma antecâmara, com a respetiva legenda, tendo estas sido retiradas do material de estudo disponibilizado pela investigadora responsável; à direita, apresenta-se uma visualização mais detalhada do componente com as (oito) gavetas nas quais se colocam *wafers*. De forma a tirar uma fotografia do interior da antecâmara, foi necessário proceder, inicialmente, ao *venting* da mesma, de forma a eliminar a grande diferença de pressão existente entre o interior e o exterior. A última imagem apresentada com mais algum detalhe o **exterior da loadlock**, para à qual se obterão as medidas.



Na sala limpa, foi utilizado, para escrever, um papel específico, permitido dentro da mesma. Num deles, foi feito um esquema da máquina Nordiko 3000:



Os comprimentos indicados no esboço foram registados com uma régua graduada disponível no laboratório.

Para fazer o *venting* e *pumping* da antecâmara, encontram-se ligadas à mesma uma bomba mecânica e uma bomba turbomolecular, apresentadas na primeira e segunda imagem, respetivamente. No caso da *chamber*, a ela encontram-se conectadas uma bomba mecânica, uma bomba turbomolecular e uma bomba criogénica (por esta ordem nas imagens abaixo).

Foi possível retirar as informações técnicas colocadas em cada uma das bombas. Esta informação será útil para as bombas mecânica e turbomolecular da antecâmara, de forma a comparar os resultados experimentais com eventuais gráficos das respetivas *datasheets*. As bombas mecânicas encontravam-se numa sala anexa à sala limpa.

Bomba mecânica da antecâmara:

NV ELNOR SA, B-2990
Wespelaar Belgium, Made in Belgium;
ASYN. MOT. 1;
~: 50Hz;
Type: 350.6;
kW: 0.37;
r.p.m.: 1430;
IP: 21;
V: 220;
A: 4;
Cosφ: 0.70;
Serv: 51;
Nr: 1 1875058, VDE 0530.



Bomba turbomolecular da antecâmara:

PFEIFFER, D-35614 Asslar,
2011/07;
Mod.: TC 400;
M.-No.: PM C01 800 A;
Ser.-No.: 79209526;
Input: 24V/48V ±5%, 15A;
Output: 0-48V, 12A, 0-1000Hz.



Bomba mecânica da câmara:

PFEIFFER, D-35614
Asslar, Made in Germany,
2006/11;
Mod.: DUO 65;
M.-No.: PK D46 602 A;
Ser.-No.: 21155499;
S(N₂): max. 70m³/h
Oil: P3 4.2L;
n: max. 1800 1/min;
Weight: 70kg.



Bomba turbomolecular da câmara:

SHIMADZU
CORPORATION, Made in Japan;
Turbo molecular pump
Model TMP- V2304LM;
No. RVA009;
V ~200-400;
VA 1.2k;
SCCR 200 A;
Date 09-07-02;
Hz 50/60;
Weight 56kg.



Bomba criogénica da câmara:

CTI-CRYOGENICS, Helix
Technology Corporation, Made in USA;
CRYO-TORR 8F;
Part No. 8107807G001;
Serial No. 70J922254;
US Patent: 4,555,907
British Patent: 0185702.



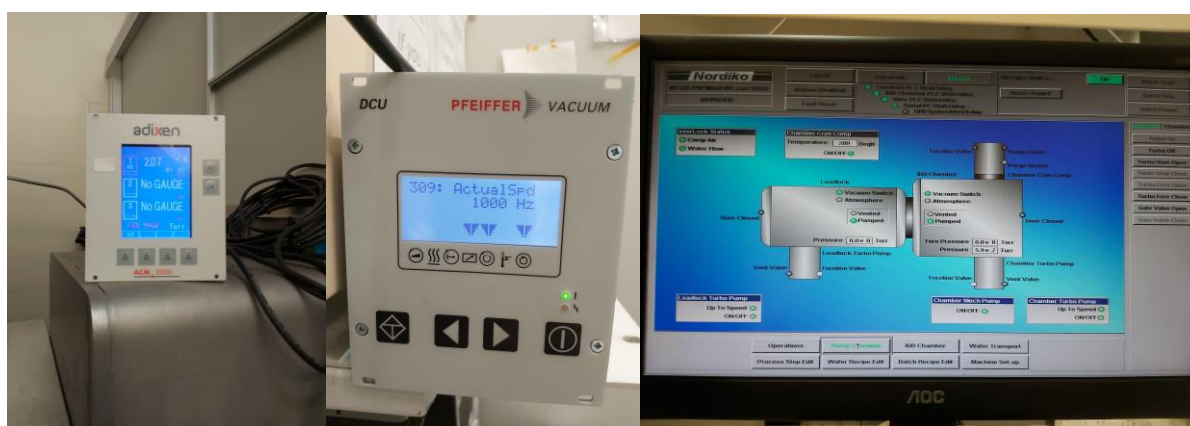
Às traseiras da *chamber*, encontrava-se ligado um sensor de pressão (descrito na sessão anterior) do tipo Pirani, enquanto que na parte lateral se encontrava um sensor do tipo Bayard-Alpert. A pressão medida por estes dois sensores era lida no monitor apresentado na figura abaixo, à direita; pressionando o botão “Chamber”, era possível alternar entre a medida dada pelo sensor Pirani (“A1 Chamber Pirani”) ou pelo sensor Bayard-Alpert (“IMG Chamber IMG”). É útil possuir estes dois sensores porque possuem intervalos de valores passíveis de serem medidos diferentes. É também de apontar a existência, tanto na câmara como na antecâmara, dos sensores vermelhos apresentados na imagem da esquerda (para a antecâmara, embora os da câmara sejam análogos). No entanto, estes registam apenas valores bastante elevados de pressão e, na prática, apenas permitem indicar se alguma ligação entre o sistema de vácuo e o ar exterior se encontra aberta.



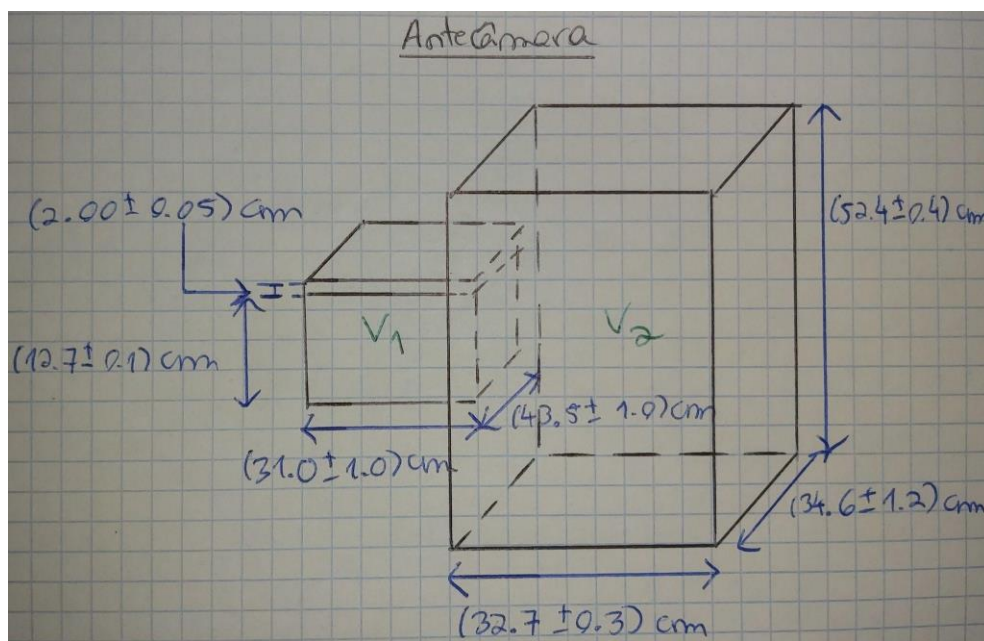
Medidas efetuadas

A **pressão no interior da antecâmara (em Torr)**, por sua vez, era medida com sensores do tipo Penning e Pirani. O valor da pressão era indicado no monitor Adixen, da imagem da esquerda, o qual se encontrava em cima da *loadlock*. Os dois tipos de sensor possuem diferentes gamas de leitura, sendo importante apontar, porém, que o monitor não fazia distinção entre qual o sensor a ser utilizado, funcionando para o *range* completo de valores e indicando apenas um valor em cada instante. Por sua vez, foi também sendo registada a **frequência de rotação da bomba turbomolecular (Hz)**, sendo estes valores indicados no monitor da Pfeiffer da segunda imagem; a frequência máxima de rotação é de 1000Hz.

Em seguida, recorrendo ao *software* instalado no computador fora da sala, procedeu-se ao *venting* da antecâmara, ou seja, fazer a pressão no interior da câmara aumentar até, eventualmente, atingir a pressão ambiente. Posteriormente, foi feito o *pumping* da mesma, no qual se evacuou o ar no interior da *loadlock*. Os procedimentos associados a estes dois processos serão discutidos mais detalhadamente nas respostas ao *Quizz 2*.



De forma a fazer os plots da *pumping speed* em função da pressão (apresentados em seguida), foi necessário medir o volume da antecâmara. Para isso, utilizou-se uma régua graduada disponível na sala limpa, tendo-se obtido as medidas apresentadas no esboço abaixo. As incertezas foram dadas tendo em conta os erros cometidos nas medições, sobretudo devidos ao baixo alcance da régua e à dificuldade de acesso à parte traseira da sala onde se encontrava a máquina. O volume obtido foi $V = (76 \pm 11) \text{ L}$.



Venting: dados da subida de pressão

Os valores indicados nos monitores da Adixen e da Pfeiffer (alguns em papel e outros posteriormente, a partir de vídeos) foram registados ao longo do tempo, estando apresentados na tabela abaixo. As incertezas δp dadas aos valores da pressão no interior da antecâmara (p) foram seleccionadas tendo em conta a rapidez da variação dos valores que se via no monitor; no caso de o valor apresentado num dado instante se manter durante algum tempo, a incerteza corresponde ao menor valor passível de ler na escala em causa. Um raciocínio semelhante foi aplicado à incerteza δf para os valores de frequência de rotação.

t (s)	p (Torr)	f (Hz)
0	$(2.99 \pm 0.01) \times 10^{-7}$	1000
45	$(3.05 \pm 0.01) \times 10^{-7}$	963 ± 1
52	$(3.06 \pm 0.01) \times 10^{-7}$	950 ± 1
65	$(3.08 \pm 0.01) \times 10^{-7}$	940 ± 1
82	$(3.11 \pm 0.01) \times 10^{-7}$	924 ± 1
110	$(3.16 \pm 0.01) \times 10^{-7}$	900 ± 1
120	$(3.18 \pm 0.01) \times 10^{-7}$	892 ± 1
130	$(3.21 \pm 0.01) \times 10^{-7}$	880 ± 1
180	$(3.32 \pm 0.01) \times 10^{-7}$	834 ± 1
210	$(3.40 \pm 0.01) \times 10^{-7}$	806 ± 1
240	$(3.48 \pm 0.01) \times 10^{-7}$	777 ± 1
270	$(3.59 \pm 0.01) \times 10^{-7}$	744 ± 2
300	$(3.70 \pm 0.01) \times 10^{-7}$	714 ± 2
330	$(3.83 \pm 0.02) \times 10^{-7}$	680 ± 3

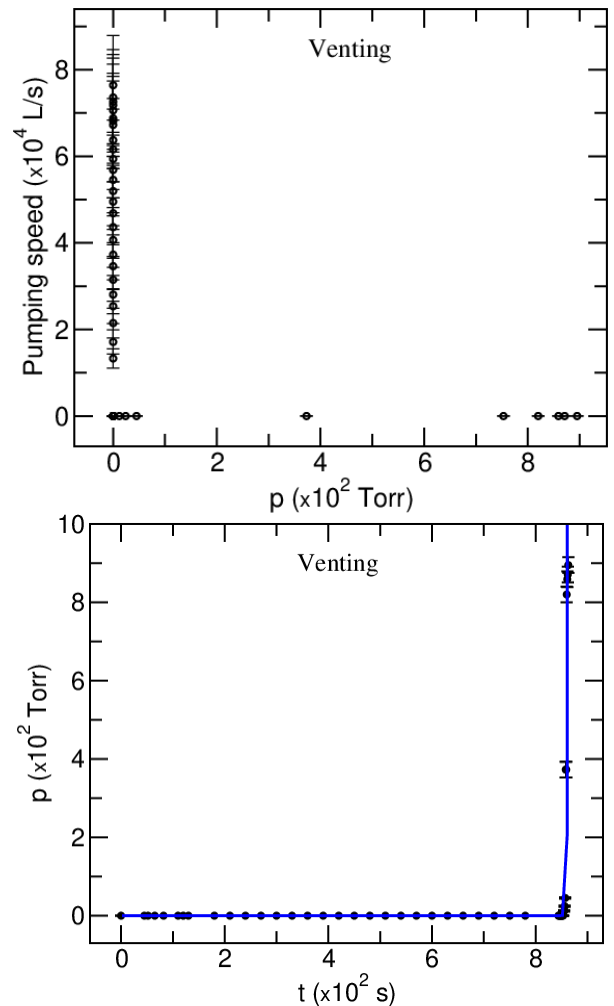
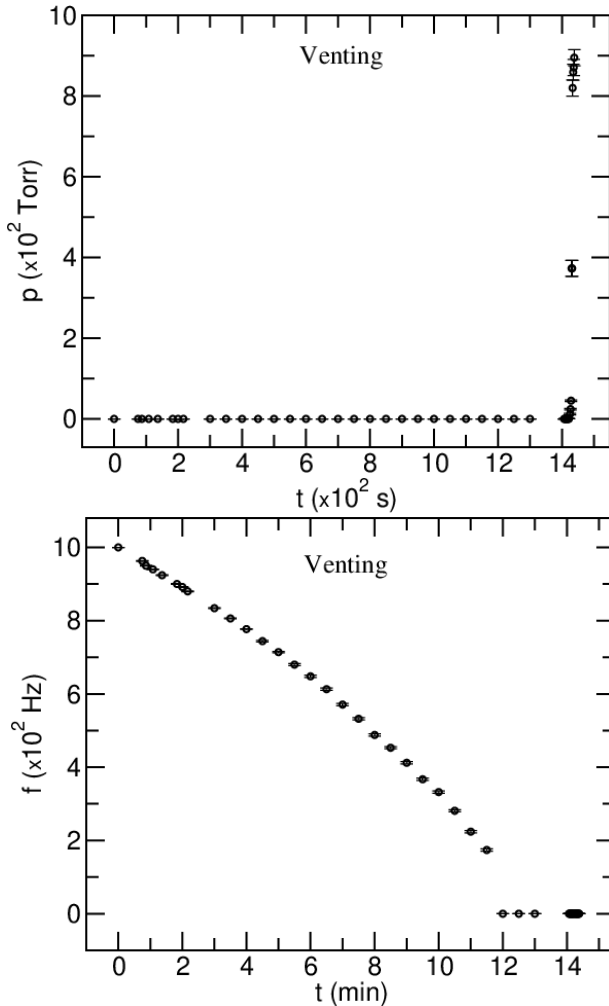
360	$(3.97 \pm 0.02) \times 10^{-7}$	648 ± 3
390	$(4.13 \pm 0.02) \times 10^{-7}$	613 ± 3
420	$(4.37 \pm 0.03) \times 10^{-7}$	571 ± 3
450	$(4.62 \pm 0.03) \times 10^{-7}$	532 ± 3
480	$(4.93 \pm 0.03) \times 10^{-7}$	488 ± 3
510	$(5.25 \pm 0.03) \times 10^{-7}$	453 ± 3
540	$(5.72 \pm 0.03) \times 10^{-7}$	412 ± 3
570	$(6.42 \pm 0.03) \times 10^{-7}$	367 ± 3
600	$(7.01 \pm 0.03) \times 10^{-7}$	332 ± 3
630	$(9.30 \pm 0.03) \times 10^{-7}$	281 ± 3
660	$(18.0 \pm 0.03) \times 10^{-7}$	224 ± 3
690	$(12.0 \pm 0.03) \times 10^{-6}$	174 ± 3
720	$(7.90 \pm 0.03) \times 10^{-5}$	0
750	$(1.29 \pm 0.03) \times 10^{-4}$	0
780	$(3.00 \pm 0.04) \times 10^{-4}$	0
844	$(6.92 \pm 0.04) \times 10^{-2}$	0
845	$(1.06 \pm 0.20) \times 10^{-1}$	0
846	$(1.32 \pm 0.20) \times 10^{-1}$	0
847	$(1.57 \pm 0.20) \times 10^{-1}$	0
848	$(1.93 \pm 0.20) \times 10^{-1}$	0
849	$(2.09 \pm 0.20) \times 10^{-1}$	0
850	$(2.44 \pm 0.20) \times 10^{-1}$	0
851	$(2.67 \pm 0.20) \times 10^{-1}$	0
852	$(2.80 \pm 0.20) \times 10^{-1}$	0
853	$(3.09 \pm 0.20) \times 10^{-1}$	0
855	$(1.20 \pm 0.20) \times 10^1$	0
856	$(2.42 \pm 0.20) \times 10^1$	0
857	$(4.51 \pm 0.20) \times 10^1$	0
858	$(3.73 \pm 0.20) \times 10^2$	0
859	$(7.53 \pm 0.20) \times 10^2$	0
860	$(8.20 \pm 0.20) \times 10^2$	0
861	$(8.59 \pm 0.20) \times 10^2$	0
862	$(8.71 \pm 0.20) \times 10^2$	0

863	$(8.95 \pm 0.20) \times 10^2$	0
864	Or	0

Com estes dados, recorreu-se ao Fitteia, com o qual se obtiveram os gráficos apresentados abaixo. Os gráficos $p(t)$ e $f(t)$ possuem a mesma escala horizontal, de forma a mais facilmente comparar as evoluções dos dois parâmetros entre si. Para o gráfico da pressão em função do tempo, fez-se um ajuste à seguinte equação:

$$p = p_i e^{-t \frac{S}{V}}$$

Na qual p_i é a pressão inicial, V o volume da bomba e S a velocidade de bombeamento eficaz. Uma vez que as bombas mecânica e turbomolecular funcionam em simultâneo, é mais exigente obter um valor específico para V e para S . Desta forma, no ajuste, utilizou-se o parâmetro $a \equiv \frac{S}{V}$, tendo-se obtido $a = (4.818 \pm 0.001) \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$.



Pumping: dados da descida de pressão

No caso do *pumping*, foi aplicado um procedimento análogo. Não existem valores de algumas frequências porque não foram registadas em laboratório e o monitor respetivo não foi filmado. Ao gráfico $p(t)$ foi ajustada a mesma exponencial utilizada no caso do *venting*, tendo-se chegado ao parâmetro $a = (6.738 \pm 0.002) \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$. Os pontos iniciais foram desconsiderados porque não se ajustavam bem à exponencial, pondo em causa o ajuste gráfico. Esses pontos poder-se-ão dever ao facto de a bomba turbomolecular não estar ainda em funcionamento, mas apenas a bomba mecânica, uma vez que a frequência f apresentava ainda valores nulos.

t (s)	p (Torr)	f (Hz)
0	$(8.92 \pm 0.01) \times 10^2$	0
6	$(8.84 \pm 0.01) \times 10^2$	0

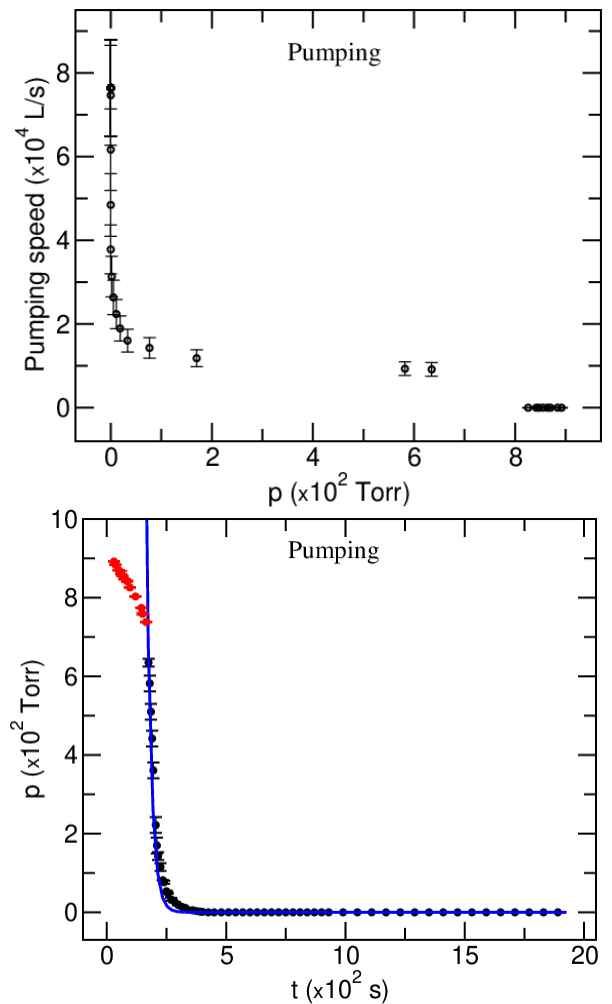
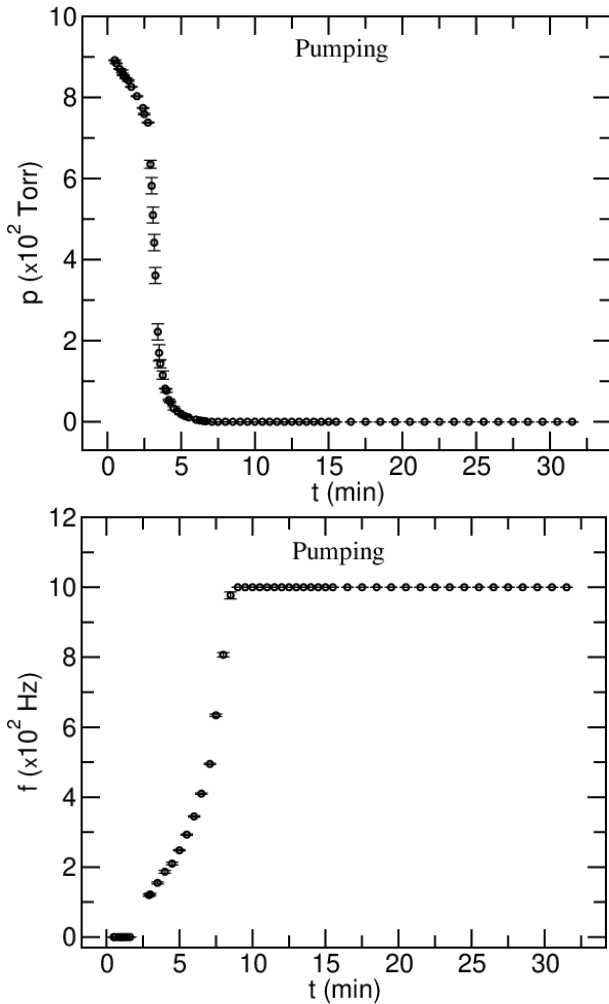
20	$(8.70 \pm 0.01) \times 10^2$	0
30	$(8.64 \pm 0.04) \times 10^2$	0
35	$(8.55 \pm 0.01) \times 10^2$	0
45	$(8.47 \pm 0.01) \times 10^2$	0
55	$(8.42 \pm 0.02) \times 10^2$	0
67	$(8.26 \pm 0.01) \times 10^2$	0
90	$(8.03 \pm 0.01) \times 10^2$	-
115	$(7.74 \pm 0.01) \times 10^2$	-
120	$(7.59 \pm 0.02) \times 10^2$	-
135	$(7.38 \pm 0.01) \times 10^2$	-
145	$(6.35 \pm 0.10) \times 10^2$	120 ± 3
150	$(5.82 \pm 0.20) \times 10^2$	122 ± 3
155	$(5.10 \pm 0.20) \times 10^2$	-
160	$(4.42 \pm 0.20) \times 10^2$	-
165	$(3.61 \pm 0.20) \times 10^2$	-
170	$(2.92 \pm 0.20) \times 10^2$	-
175	$(2.22 \pm 0.20) \times 10^2$	-
180	$(1.70 \pm 0.20) \times 10^2$	155 ± 3
185	$(1.43 \pm 0.10) \times 10^2$	-
195	$(1.15 \pm 0.10) \times 10^2$	-
205	$(8.17 \pm 0.10) \times 10^1$	-
210	$(7.66 \pm 0.40) \times 10^1$	187 ± 4
220	$(5.36 \pm 0.20) \times 10^1$	-
225	$(4.90 \pm 0.20) \times 10^1$	-
240	$(3.31 \pm 0.40) \times 10^1$	210 ± 4
255	$(2.60 \pm 0.10) \times 10^1$	-
270	$(1.85 \pm 0.10) \times 10^1$	248 ± 2
285	$(1.41 \pm 0.10) \times 10^1$	-
300	$(1.10 \pm 0.10) \times 10^1$	293 ± 2
330	5.20 ± 0.20	345 ± 2
345	3.52 ± 0.20	-
360	2.00 ± 0.20	410 ± 2
370	1.30 ± 0.20	-

395	$(9.0 \pm 3.0) \times 10^{-3}$	495 ± 2
420	$(2.30 \pm 0.20) \times 10^{-4}$	634 ± 3
450	$(1.37 \pm 0.01) \times 10^{-4}$	807 ± 6
480	$(1.00 \pm 0.10) \times 10^{-5}$	977 ± 10
510	$(6.30 \pm 0.30) \times 10^{-5}$	1000
540	$(5.27 \pm 0.02) \times 10^{-5}$	1000
570	$(4.44 \pm 0.02) \times 10^{-5}$	1000
600	$(3.81 \pm 0.05) \times 10^{-5}$	1000
630	$(3.46 \pm 0.05) \times 10^{-5}$	1000
660	$(3.08 \pm 0.02) \times 10^{-5}$	1000
690	$(2.77 \pm 0.02) \times 10^{-5}$	1000
720	$(2.50 \pm 0.02) \times 10^{-5}$	1000
750	$(2.25 \pm 0.02) \times 10^{-5}$	1000
780	$(2.12 \pm 0.02) \times 10^{-5}$	1000
810	$(1.98 \pm 0.01) \times 10^{-5}$	1000
840	$(1.82 \pm 0.01) \times 10^{-5}$	1000
870	$(1.67 \pm 0.01) \times 10^{-5}$	1000
900	$(1.51 \pm 0.01) \times 10^{-5}$	1000
960	$(1.35 \pm 0.01) \times 10^{-5}$	1000
1020	$(1.23 \pm 0.01) \times 10^{-5}$	1000
1080	$(1.14 \pm 0.01) \times 10^{-5}$	1000
1140	$(1.05 \pm 0.01) \times 10^{-5}$	1000
1200	$(9.66 \pm 0.20) \times 10^{-6}$	1000
1260	$(8.77 \pm 0.05) \times 10^{-6}$	1000
1320	$(8.20 \pm 0.20) \times 10^{-6}$	1000
1380	$(7.36 \pm 0.01) \times 10^{-6}$	1000
1440	$(6.97 \pm 0.02) \times 10^{-6}$	1000
1500	$(6.59 \pm 0.02) \times 10^{-6}$	1000
1560	$(6.26 \pm 0.02) \times 10^{-6}$	1000
1620	$(5.96 \pm 0.01) \times 10^{-6}$	1000
1680	$(5.70 \pm 0.01) \times 10^{-6}$	1000
1740	$(5.46 \pm 0.01) \times 10^{-6}$	1000
1800	$(5.24 \pm 0.01) \times 10^{-6}$	1000

1860

 $(5.02 \pm 0.02) \times 10^{-6}$

1000



Eficácia em função da pressão

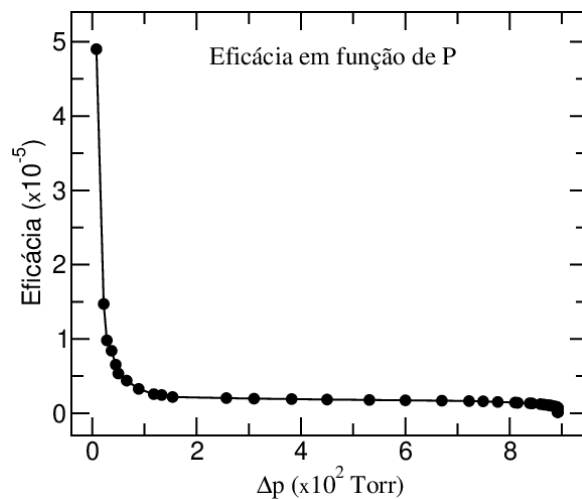
$$\eta(\Delta p_u) = \frac{1}{1 + \frac{t(\Delta p_u) \times Q}{V \times 60 \text{ s/min}}}$$

$\eta(\Delta p_u)$ = Efficiency of the vacuum generator in relation to low pressure

$t(\Delta p_u)$ = Evacuation time [s]

Q = Air consumption [l/min]

V = Volume to be evacuated (standard volume) [l]



Pressões máximas e mínimas

Tendo pesquisado as informações técnicas (apresentadas anteriormente) das bombas de vácuo utilizadas na antecâmara, foi possível obter a informação de que a *ultimate pressure* da bomba turbomolecular é $< 1 \cdot 10^{-7} \text{ hPa} \approx 7.5 \cdot 10^{-8} \text{ Torr}$. Ora, **antes de** iniciar o processo de **venting**, a pressão no interior da câmara era de $p_0 = 2.99 \times 10^{-7} \text{ Torr} \approx (3.99 \pm 0.01) \times 10^{-7} \text{ hPa}$. Verifica-se, portanto, que os valores são bastante próximos e da mesma ordem de grandeza. O facto de p_0 ser superior, porém, ao valor tabelado poder-se-á dever a fugas no sistema ou à possibilidade de ter sido realizada inserção de gás alguns dias antes da realização desta atividade, por exemplo.

Quanto ao processo de **pumping**, a pressão final registada foi de $p_f \approx (5.02 \pm 0.02) \times 10^{-6} \text{ Torr} \approx (6.69 \pm 0.03) \times 10^{-6} \text{ hPa}$, de duas ordens de grandeza superiores ao da *ultimate pressure*, o que indica que demora mais de 35 minutos até à antecâmara atingir a pressão mais baixa. De facto, isto pode durar alguns dias a acontecer.

Como curiosidade, foi também possível obter a informação de que os sensores de pressão vermelhos da marca **Edwards**, ligados à antecâmara, possuem um range de 30 mbar = 22.5019 Torr a 1 bar = 750.6 Torr - permitem registar apenas pressões bastante elevadas, como já havia sido mencionado.

Quizz 2

1- Qual a sequência de passos necessários para fazer o *venting* de uma câmara que está a 10^{-8} Torr ?

Fez-se o *venting* (e, posteriormente, o *pumping*) apenas para a *Loadlock* (LL).

1. Inicialmente, a bomba turbomolecular está ON, a válvula no tubo que liga as bombas turbomolecular e mecânica (rotativa) está OPEN, a bomba mecânica está ON e a Vent Valve está CLOSED. [para entender melhor, ver o esboço feito em aula]
2. Começa-se por colocar a bomba turbomolecular OFF (no *software*, seleccionando a opção correta); a Valve 1 é CLOSED. Agora, pode manter-se a bomba rotativa ON;
3. Abrir a Vent Valve - OPEN Vent Valve.

Nota: A bomba mecânica permanece sempre ligada, mas a respetiva válvula fecha!

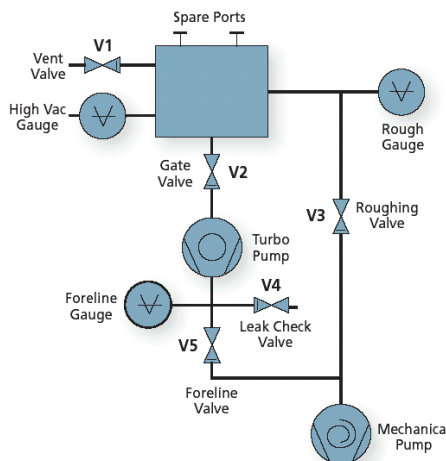
2- Qual a sequência de passos necessários para bombear uma câmara desde a pressão atmosférica até 10^{-8} Torr ?

Para o *pumping*, os passos a seguir foram:

1. Fechar a porta da câmara onde se colocam *wafers*, uma vez que esta tinha sido aberta para se visualizar o seu interior e tirar fotografias ao mesmo;
2. Fechar a Vent Valve - CLOSED Vent Valve;
3. A *valve* respetiva à bomba mecânica abre;
4. Após a câmara ter atingido uma certa pressão, já pode ser ligada a bomba turbomolecular. De notar que isto é feito automaticamente, ao se seleccionar no *software* a opção correta para *pumping*. Este *software* daria indicação de erro caso não se tivesse fechado a Vent Valve!

3- No esquema [abaixo], o que mudaria se a bomba de alto vácuo fosse uma bomba criogénica, em vez de turbomolecular?

Se se tratasse de uma bomba criogénica em vez de turbomolecular, não seria necessária uma bomba mecânica. A bomba mecânica só se liga à bomba criogénica quando esta se encontra saturada e precisa de “manutenção”.



4- Como é feita a medida da pressão enquanto é bombeada desde a pressão atmosférica até 10^{-8} Torr ?

Na *loadlock*, existem dois sensores Edward, que medem apenas pressões de 30 a 1000 mbar; simplificada, apenas nos indicarão se a Vent Valve está aberta ou não. Os principais sensores de pressão instalados são Pirani e Penning. Existe um mostrador digital sobre a *loadlock* que fornece o valor de pressão lida por estes, mostrador este que foi utilizado para obter os valores apresentados nas duas tabelas anteriores. Existem estes dois sensores porque possuem diferentes gamas de pressão passíveis de serem lidas. Assim, a utilização de ambos os sensores garante uma leitura contínua da pressão no interior da câmara. É de notar, porém, que o mostrador digital não especifica qual dos dois sensores está a ler a pressão num dado instante, sendo dado um único valor.

Na *chamber*, existem dois tipos de sensores: um sensor do tipo Pirani e um sensor Bayard-Alpert (isto para além dos dois sensores Edward, iguais aos da *loadlock*). Esta necessidade justifica-se devido ao facto de que o *Pirani Gauge* só

mede pressões até umas certas ordens de grandeza, nalgumas das quais o sensor de Bayard-Alpert é incapaz de ler valores. Assim, a utilização de ambos os sensores garante uma leitura “contínua” da pressão no interior da câmara. Para o *chamber*, existe um mostrador de pressão com um botão no qual se pode alterar entre as medidas lidas no Pirani Gauge (A1 CHAMBER PIRANI) e as medidas do Bayard-Alpert (IMG CHAMBR IMG) num dado instante.

5- Quantas (e quais) bombas de vácuo e válvulas são necessárias para bombear um sistema até 10^{-8} Torr?

Para bombear até uma pressão de 10^{-8} Torr, é necessária a utilização de uma bomba turbomolecular e uma bomba mecânica de suporte ou então uma bomba criogénica (que não precisa de bombas de apoio). Relativamente a válvulas, são necessárias entre o *loadlock* e a câmara principal, entre as bombas turbomolecular e a mecânica, e, no caso da câmara, na entrada da bomba turbomolecular/criogénica. Também é necessária uma válvula de *venting* que, ao contrário das restantes válvulas, se mantém fechada aquando do funcionamento/manutenção da pressão desejada, e que se abre quando se pretende aumentar a pressão para os níveis atmosféricos.

Informações acerca da máquina Nordiko 3000

Recorrendo a um ficheiro pdf disponibilizado pela investigadora responsável, foi ainda possível recolher bastante informação acerca do sistema Nordiko 3000, incluindo representações esquemáticas do mesmo e dos seus componentes. As informações mais úteis a esta atividade experimental são apresentadas em seguida.

Layout do sistema de raios iónicos Nordiko 3000

O sistema Nordiko 3000 é um sistema de um só módulo que incorpora uma antecâmara separada da câmara principal por uma válvula de gaveta do tipo guilhotina (“guillotine gate valve”), como é mostrado na Figura 1. Entre a antecâmara e a válvula de gaveta está uma região dedicada a tratar das amostras, chamada o “dealer”, que partilha o mesmo ambiente de vácuo com a antecâmara.

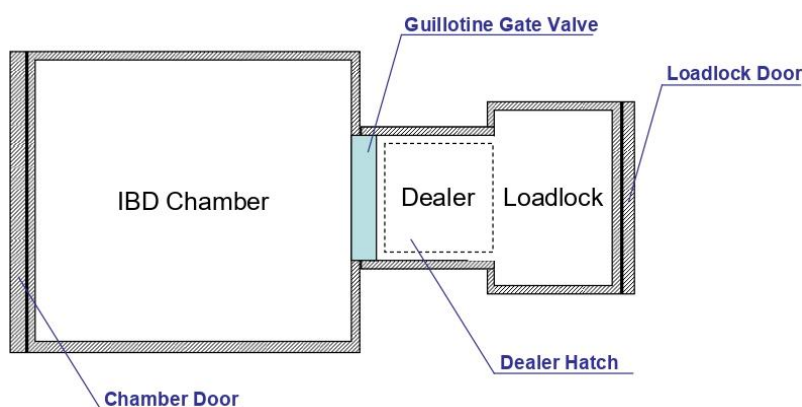


Figura 1: Vista superior esquemática do sistema de feixe iónico Nordiko 3000

Um diagrama esquemático do interior da câmara principal quando vista das traseiras é apresentado na Figura 2. O sistema incorpora dois canhões de raios iónicos, uma superfície do substrato e uma montagem com o alvo numa configuração em “Z”. Essa montagem possui 6 alvos, consegue rodar em torno do seu eixo de forma a alinhar cada alvo com o canhão de deposição apontado para este. Um obturador (“shutter”) a cobrir todos os alvos à exceção daquele que sofre deposição minimiza a contaminação do alvo.

Na direção oposta em relação à superfície dos alvos, uma “mesa” suporta as amostras de 6 polegadas a serem processadas a um dado instante com grampos de fixação. As amostras são colocadas e removidas da mesa com a face para baixo. Um íman permanente na forma de anel, localizado na ponta da mesa, fornece um campo de 40 Oe sobre a mesa, de forma a quebrar a anisotropia. Um obturador cobre a mesa dos substratos protegendo a amostra durante as fases de preparação dos canhões. Em processos temporizados, a abertura do obturador do alvo coincide com o início da contagem. De forma a melhorar a uniformidade da deposição, a mesa é capaz de rodar com uma velocidade de até 30 rpm. Além disso, a mesa pode ainda ser rodada no plano definido pelos dois canhões de raios iónicos, de forma a mudar o ângulo entre o substrato e os raios iónicos. Um ângulo de 0° significa que a mesa se encontra horizontal (posição de *loading/unloading*), enquanto que 90° significa que a mesa é vertical (com a face para o canhão de assistência).

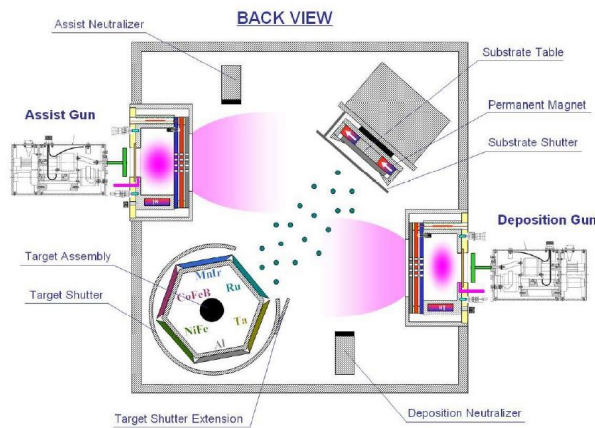


Figura 2: Vista esquemática da câmara principal da Nordiko 3000

Transporte de bolachas

O transporte de bolachas entre a antecâmara e a câmara é feito com um braço robótico, representado na Figura 3. Quando nenhuma bolacha se encontra a ser transportada, o braço robótico é colocado no *dealer*, na *home position*. Para além desta, o braço reconhece outras duas posições: a cassette e a mesa dos substratos, que são utilizadas para introduzir ou retirar as amostras da antecâmara e da câmara principal, respetivamente. A relação entre as posições, definida pelo campo magnético permanente na mesa dos substratos, é representada na Figura 4.

O sistema é capaz de tratar amostras de 6 polegadas, que são introduzidas pela cassette de 8 posições, colocadas acima de um elevador na antecâmara, apresentado anteriormente. Durante a transferência entre a antecâmara e a câmara, o elevador ajusta a altura da cassette de acordo com a altura do braço robótico fixo, de forma a permitir que as bolachas sejam retiradas da cassette ou lá colocadas.

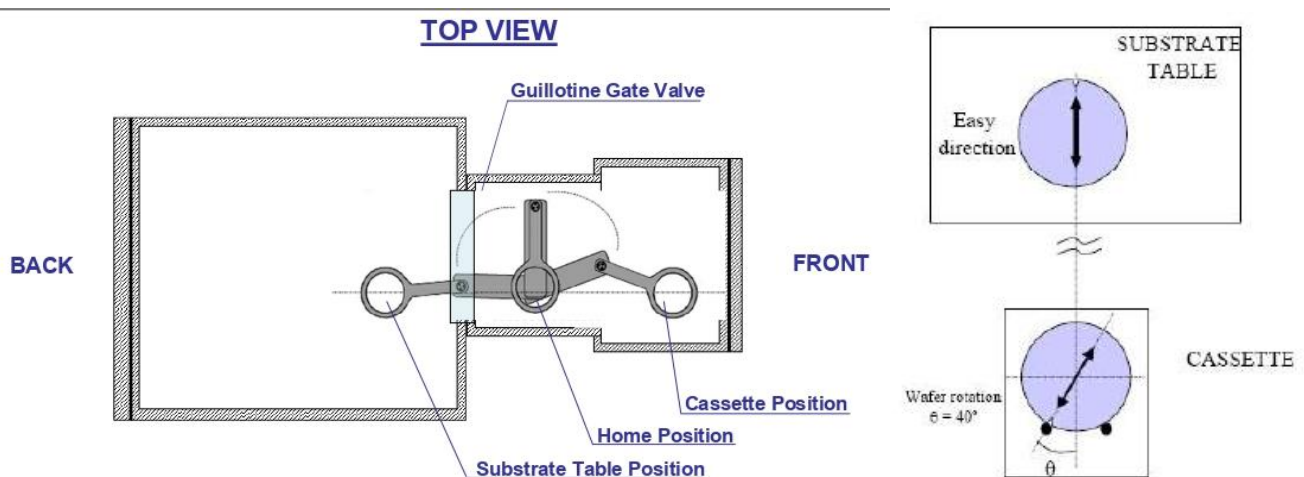


Figura 3: Sistema de transporte de wafers da Nordiko 3000

Figura 4: Relação entre o campo do substrato e a posição das amostras na antecâmara

Sistemas de vácuo

A Figura 5 é uma vista esquemática no sistema Nordiko 3000 com todos os componentes relacionados com o vácuo. O nível de vácuo na câmara principal e na antecâmara são monitorizados da mesma forma. O sensor de pressão do tipo Pirani é utilizado para medir baixas pressões de vácuo e o sensor IMG é utilizado para medir pressões ligeiramente mais elevadas. Para além destes sensores, existem os dois disjuntores de vácuo ("vacuum switches") que comparam a pressão no interior do sistema com um nível de referência definido internamente. Um deles deteta uma pressão superior a 50 mbar = 37.5 Torr. O outro deteta uma pressão inferior a 1 mbar = 750 mTorr. Estes disjuntores de vácuo são utilizados para garantir a segurança durante o funcionamento da máquina. Por exemplo, não é possível abrir a válvula de gaveta entre a antecâmara e a câmara se as duas não se encontrarem no mesmo "estado" (ambas ventiladas ou bombeadas).

Tanto a câmara principal como a antecâmara são bombeadas com bombas turbomoleculares, que são apoiadas por bombas mecânicas rotativas. A câmara é também bombeada com a bomba criogénica, apoiada, em certas circunstâncias, pela mesma bomba mecânica conectada à bomba turbomolecular da antecâmara. De forma a evitar a contaminação da bomba criogénica, a bomba mecânica é *oil free*. Bombear a câmara principal com a bomba criogénica é aconselhável. Existe uma válvula de gaveta chamada *Cryo HV Valve*, que pode ser fechada, isolando-se assim a bomba criogénica da câmara principal. Com esta válvula aberta, a pressão de base do sistema é de 3.8×10^{-8} Torr.

O sistema é ventilado com nitrogénio. Quando se ventila a câmara, o nitrogénio entra diretamente na bomba turbomolecular. No caso da antecâmara, para além da linha de ventilação de N₂, existe uma válvula manual conectada à antecâmara, que permite ventilar rapidamente com a atmosfera.

Um conjunto de válvulas controladas por ar comprimido nas linhas de apoio entre as bombas mecânicas e as restantes bombas, assim como nas linhas de ventilação, permitem que muitas das operações relacionadas com o vácuo sejam feitas automaticamente.

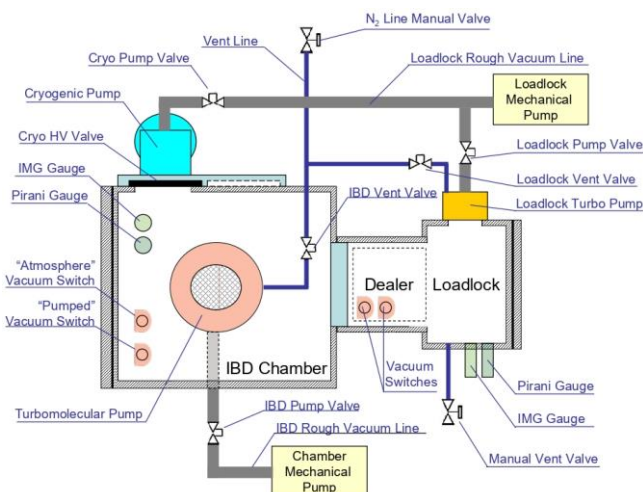


Figura 5: Vista esquemática do sistema Nordiko 3000 que mostra os componentes relacionados com o vácuo

Linhas de gás

Para além da linha de ventilação, existem quatro entradas de gás na câmara principal da Nordiko 3000: uma entrada de gás por cada canhão de iões e por cada neutralizador. Antes de entrar na câmara, cada uma destas linhas de gás é precedida de uma válvula ativada por ar comprimido, que controladamente deixa o ar entrar. Apesar de existirem apenas quatro entradas de gás na máquina, muito mais que 4 gases são utilizados, havendo diferentes linhas de gás que convergem numa entrada. A Figura 6 mostra as linhas de gás conectadas ao canhão de assistência e ao canhão de deposição, enquanto que a Figura 7 mostra as linhas de gás conectadas ao canhão neutralizador de assistência e ao canhão neutralizador de deposição. É de apontar, porém, que o software apenas permite que sejam utilizadas 4 linhas de gás. Porém, é possível mudar qual o gás que está a ser libertado numa dada entrada.

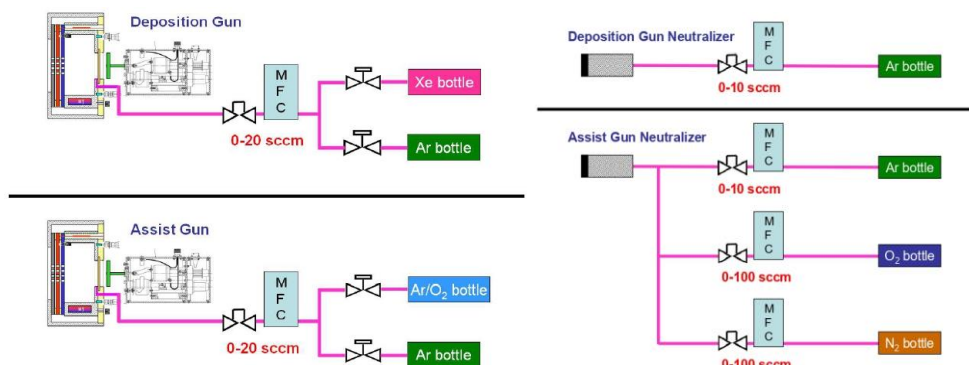


Figura 6: Linhas de gás conectadas ao canhão de assistência ("Assist Gun") e ao canhão de deposição ("Deposition Gun")

Figura 7: Linhas de gás conectadas ao canhão neutralizador de assistência ("Assist Gun Neutralizer") e ao canhão neutralizador de deposição ("Deposition Gun Neutralizer")

Sessão 3: Pós-Laboratorial

Nesta sessão, pretende-se discutir e manusear diferentes componentes necessários para a construção de um sistema de vácuo, nomeadamente através de *hands on* com grelhas de tungsténio, sensores de pressão do tipo Penning, flanges, entre outros componentes. Serão também discutidos alguns materiais que se podem utilizar para a produção destes componentes (compatíveis com sistemas de vácuo) e o procedimento de injeção de gás (neste caso, xénon) na câmara da máquina Nordiko 3000.

Parte I: componentes do sistema de vácuo Nordiko 3000

Na presente sessão laboratorial, tendo entrado na sala limpa de classe 100 (ISO classe 4), tal como na sessão 2, foram observadas as **grelhas de tungsténio** com liga metálica apresentadas na Figura 1. Neste sistema de grelhas, aplicam-se tensões diferentes a cada uma das duas placas. O **plasma** é **confinado** através de um campo eletromagnético gerado por estas duas tensões. Entre as duas grelhas, coloca-se uma camada isoladora de **cerâmica, quartzo ou alumínio**, por exemplo, por estes serem materiais bons dielétricos. Os furos nas grelhas servem para colimar o feixe e controlar a trajetória dos iões. Uma parte dos furos é ocultada com uma liga metálica que conduz os iões, tornando o feixe mais preciso. A distância entre as duas grelhas é desprezável quando comparada ao raio das mesmas, sendo inferior a um milímetro.



Figura 1: Grelhas de tungsténio com liga metálica em diferentes perspetivas. Numa das faces, são aparentes vestígios de uma anterior deposição de material, tendo parte deste permanecido preso à grelha (numa camada muito fina, facilmente removível com uma pinça, como foi testado em laboratório).

Na Figura 2, apresenta-se um cabo elétrico que é conectado às grelhas, sendo a segunda imagem a cabeça deste cabo elétrico. Recorrendo a material isolante numa das pontas da cabeça, permite-se transmitir **apenas a uma das grelhas uma dada voltagem**, através da outra ponta da cabeça, metálica, que entrará em contacto com essa grelha. De forma a transmitir uma diferente voltagem à outra grelha, é utilizado outro cabo elétrico (análogo), mas estando o metal em contacto com essa outra grelha. Os cabos inserem-se nos buracos das grelhas metálicas. Também é aparente nas imagens abaixo o *o-ring* negro de borracha. O fio metálico é feito de **cobre**.



Figura 2 - À esquerda, simulação da posição das grelhas no sistema de vácuo. À direita e ao centro, cabo elétrico que é conectado às grelhas.

Na Figura 3, apresenta-se o **elevador** da *loadlock* nas posições inferior e superior, respetivamente. Este elevador é subido ou descido de forma a selecionar a *wafer* (entre as 8 possíveis de estarem presentes no aparelho) na qual irá ser depositado material. Na Google Drive do grupo, está presente o vídeo *Elevador_em_Movimento.mp4*, que mostra a posterior descida do mesmo até uma posição inferior. O sistema eletrónico usado para controlar o elevador da antecâmara também foi fotografado e encontra-se na Figura 4.



Figura 3 - Elevador da antecâmara. À direita, encontra-se parte do sistema elétrico utilizado para a subida e descida do elevador.

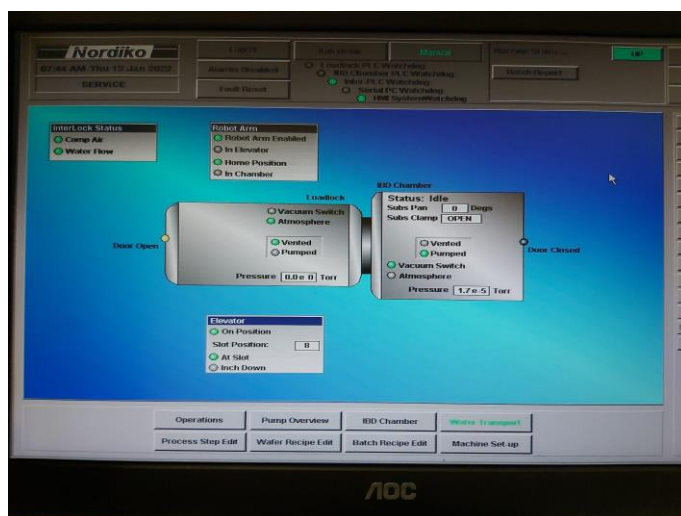


Figura 4 - Software de controlo do elevador da antecâmara.

Existem ligações especiais para **permitir conectar cabos elétricos ao interior da câmara** de vácuo, mantendo-a isolada do exterior aquando da criação de vácuo no seu interior. A ligação da cabeça à câmara encontra-se na imagem central da Figura 5. À esquerda, está essa “cabeça”, com os furos que comunicam com os cabos da figura central. Por fim, está uma fotografia da ligação completa, que permite fazer passar cabos elétricos para o interior da câmara.

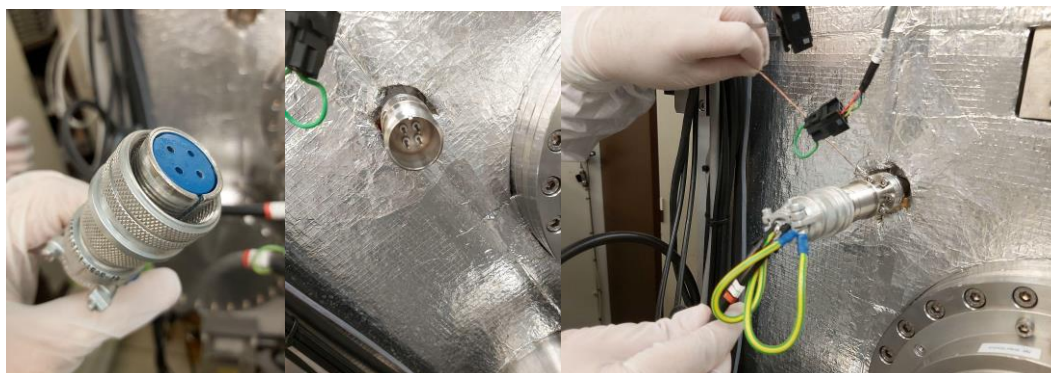


Figura 5 - À esquerda, “cabeça” do sistema de isolamento das ligações com os furos que comunicam com os cabos da figura central. Ao centro: ligação da cabeça à câmara. À direita, a ligação completa.

Outro componente que necessita de ser ligado de forma cuidada ao interior da *chamber* é a bomba que permite injeção de xénon, o qual faz aumentar a pressão de gás no seu interior. À esquerda e ao centro, na Figura 6, estão presentes,

respetivamente, as vistas frontal e superior deste **sistema de injeção de gás**. À direita, encontra-se a zona de entrada de gás diretamente na câmara de vácuo. De forma a monitorizar a entrada de xénon, utiliza-se o leitor de pressão conhecido da sessão anterior. Através dos sensores de pressão, consegue-se ler a grandeza em causa. À esquerda na Figura 7, com o mostrador, está uma torneira semelhante à utilizada na bomba para inserir xénon na câmara da máquina Nordiko 3000.

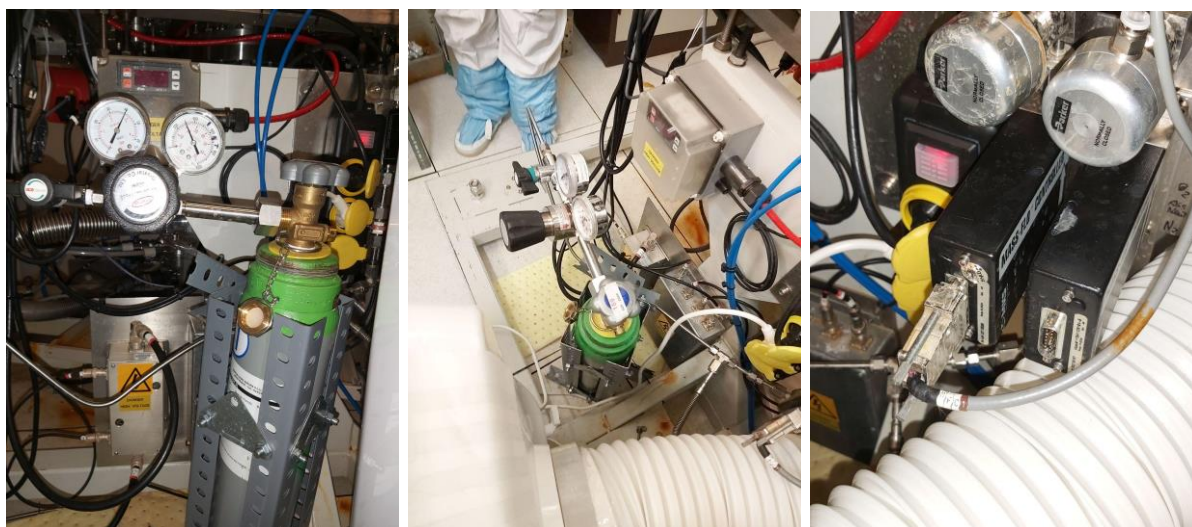


Figura 6 - À esquerda e ao centro, estão presentes, respetivamente, as vistas frontal e superior deste sistema de injeção de gás. À direita, a zona de entrada de gás diretamente na câmara de vácuo.



Figura 7 - À esquerda, torneira semelhante à utilizada na bomba para inserir xénon na câmara da máquina Nordiko 3000. À direita, mostrador que indica a pressão lida pelos sensores de pressão do tipo Pirani e Bayard-Alpert ligados à câmara da máquina Nordiko 3000.

Foi inserida uma certa quantidade de **xénon (Xe)** na *chamber*, selecionando no *software* a opção adequada. Os valores da pressão medidos com o sensor Bayard-Alpert permitiam obter os dados apresentados na tabela apresentada abaixo. A incerteza selecionada corresponde ao menor valor possível de ler na respetiva escala. Neste caso, contrariamente ao que se fez na sessão 2, não será tão justificável aplicar incertezas específicas para cada valor, uma vez que este processo foi muito rápido e todos os valores apresentados na tabela são os únicos valores que se puderam ver, com o vídeo do mostrador em câmara lenta.

É por esta mesma razão que os valores de t (s) possuem uma componente fracionária: muitas vezes, registaram-se vários valores para um mesmo instante de tempo (devido à rapidez do processo), tendo-se separado os valores de igual forma entre si, nesses casos.

t (s)	p (Torr)
0	$(1.7 \pm 0.1) \times 10^{-5}$
1	$(2.8 \pm 0.1) \times 10^{-5}$

1+1/6	$(2.6 \pm 0.1) \times 10^{-5}$
1+2/6	$(6.1 \pm 0.1) \times 10^{-5}$
1.5	$(9.2 \pm 0.1) \times 10^{-5}$
1+4/6	$(1.5 \pm 0.1) \times 10^{-4}$
1+5/6	$(2.0 \pm 0.1) \times 10^{-4}$
2	$(2.2 \pm 0.1) \times 10^{-4}$
2.25	$(2.1 \pm 0.1) \times 10^{-4}$
2.5	$(2.0 \pm 0.1) \times 10^{-4}$
2.75	$(1.9 \pm 0.1) \times 10^{-4}$
3	$(1.8 \pm 0.1) \times 10^{-4}$
3.2	$(1.7 \pm 0.1) \times 10^{-4}$
3.4	$(1.6 \pm 0.1) \times 10^{-4}$
3.6	$(1.5 \pm 0.1) \times 10^{-4}$
3.8	$(1.4 \pm 0.1) \times 10^{-4}$
4	$(1.3 \pm 0.1) \times 10^{-4}$
4.5	$(1.2 \pm 0.1) \times 10^{-4}$
5	$(1.1 \pm 0.1) \times 10^{-4}$

Com os valores apresentados na tabela, foi realizado o gráfico apresentado na Figura 8. Através do Fitteia (que recorre ao método dos mínimos quadrados), foram também realizados os ajustes lineares representados a preto e a azul. O objetivo destes ajustes é de obter valores para as “velocidades” (em Torr/s) de injeção de xénon na câmara e de bombeamento do mesmo. Este comportamento observado no gráfico verifica-se porque a injeção de xénon (pedida no *software*) é efetuada muito rapidamente, mas, não estando o sistema continuamente a ser bombeado (crê-se, pela bomba mecânica), a pressão começa, num certo instante, a diminuir.

Devido ao curto intervalo de tempo em causa, as “velocidades” em causa podem ser dadas pelos declives a das equações de ajuste $p=a \cdot t+b$, cujos valores são apresentados na tabela abaixo. Também se apresentam os valores de χ^2/v , no qual o parâmetro χ^2 é dado pelo Fitteia e v corresponde ao número de graus de liberdade, que é dado por $v=\text{Número de pontos experimentais} - \text{Número de parâmetros do ajuste}$. Para a descida de pressão, tem-se que $\chi^2/v < 1$, pelo que a reta obtida se ajusta bem ao conjunto de dados. Na subida da pressão, $\chi^2/v > 1$, embora o valor seja próximo de 1 e, em termos gráficos, não seja aparente uma grande discrepância face ao conjunto de pontos e ao respetivo ajuste, pelo que se poderá considerar o ajuste como bom.

Relativamente aos declives, verifica-se que a velocidade ($|a|$) é superior em 1 ordem de grandeza no caso da subida da pressão. Verificou-se que a velocidade de bombeamento é da ordem de grandeza de 10^{-5} Torr/s. Tendo em conta os efeitos simultâneos da injeção de xénon e bombeamento por parte da bomba de vácuo, pode afirmar-se que o gás foi injetado a uma “velocidade” de $\approx (2.34 \pm 0.26) \times 10^{-4}$ Torr/s (subtraindo ao declive da subida de pressão o módulo do declive para a descida de pressão).

É de apontar que se excluíram os dois últimos pontos, pois estes já fugiam claramente à aproximação linear considerada, colocando, assim, em causa a obtenção de um valor para a velocidade de bombeamento. Os quatro primeiros pontos também não se consideraram porque também estavam claramente inadequados ao ajuste linear (sobretudo os três primeiros).

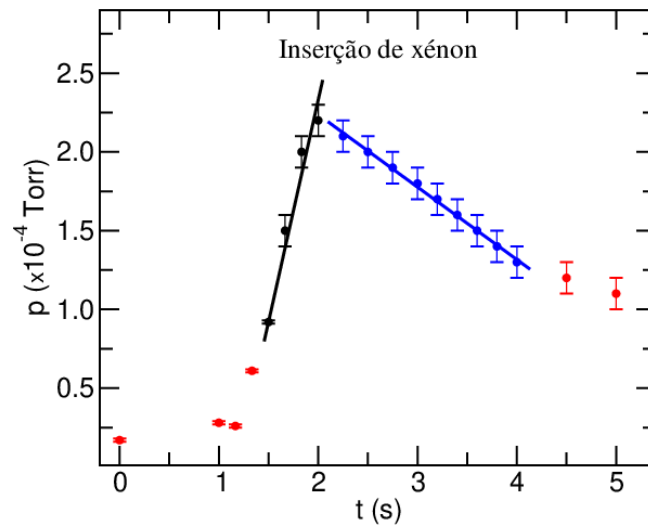


Figura 8 - Gráfico (obtido com o software Fitteia) com os valores da pressão medidos pelo sensor Bayard-Alpert aquando do processo de injeção de xénon na câmara.

Subida da pressão			Descida da pressão		
a (Torr/s)	b (Torr)	χ^2/ν	a (Torr/s)	b (Torr)	χ^2/ν
$(2.8 \pm 0.2) \times 10^{-4}$	$(-3.3 \pm 0.2) \times 10^{-4}$	2.4	$(-4.6 \pm 0.6) \times 10^{-5}$	$(3.2 \pm 0.2) \times 10^{-4}$	0.02

Parte II: montagem de um mini sistema de vácuo

Na figura 9 (à esquerda), mostra-se uma **braçadeira**, que foi utilizada para unir o tubo flexível a uma tampa, na parte superior, e à base inferior. À sua direita, está presente uma **flange**, que foi ligada à câmara de vácuo com **parafusos** e **porcas**, apertadas com uma chave de boca. À direita desta, mostra-se uma flange com abertura regulável. Este tipo de flanges eram utilizados em sistemas de vácuo antigos, na qual a abertura à câmara não era controlada remotamente. Esta flange também foi conectada à câmara de vácuo. Por fim, mostra-se uma outra flange utilizada, estando esta protegida por uma tampa de plástico aquando da sua permanência no armário do laboratório.



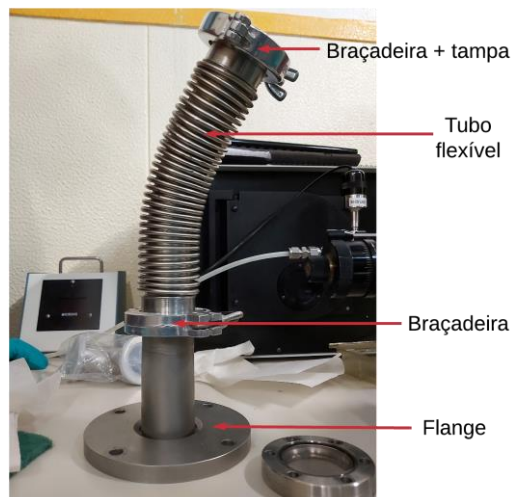


Figura 9 - À esquerda, em cima: braçadeira utilizada no mini sistema de vácuo. Restantes imagens, em cima: flanges. Em baixo, encontra-se uma parte do sistema de vácuo, tendo sido utilizados componentes discutidos até agora e um tubo flexível; este conjunto poder-se-á ligar, posteriormente, a uma das portas da microcâmara discutida mais abaixo.

Nota: a tampa da Figura 9 (em baixo) também se pode chamar “flange cega”

Em seguida, é apresentada a **microcâmara** com **5 portas**. Na vista lateral da câmara de vácuo, nota-se a **fita** envolvente. Esta malha serve para **aquecer** a câmara, permitindo assim a **vaporização** da água. Num sistema de vácuo, quer-se ter a certeza que não existem partículas de água nas paredes interiores. À direita, já fora colocada a flange de abertura móvel (manualmente); uma flange semelhante foi observada numa máquina mais antiga existente no INESC-MN (fabricada/feita pelo próprio instituto e em que muitos dos controlos eram feitos manualmente), em que grande parte dos processos (estudados na máquina Nordiko 3000, por exemplo) eram feitos manualmente e não com um *software*. Um vídeo com a movimentação da porta desta flange está presente na Google Drive do grupo (designado *Porta_da_Flange_AbreFecha.mp4*). Na terceira imagem da Figura 10, apresenta-se o **o-ring** de **cobre** que foi colocado entre a flange e a câmara de vácuo. Antes de ser colocado, o **o-ring** é **limpo com álcool e uma lixa scotch brite**.

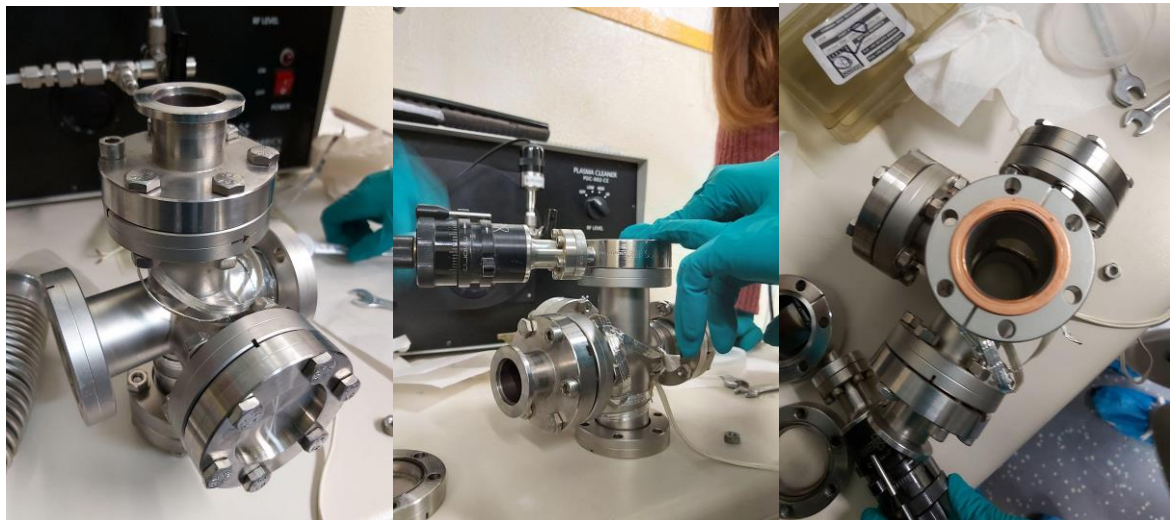


Figura 10 - Microcâmara com 5 portas.

Na Figura 11, à esquerda, apresenta-se uma vista da câmara de vácuo na qual são bem visíveis os **parafusos** utilizados para unir uma flange à câmara de vácuo. Estes eram parafusados com uma **chave de boca**. À direita, na Figura 11, está todo o *setup* relativo à câmara de vácuo. Antes de se montarem os componentes na microcâmara, estes são limpos com papel e álcool de forma cuidadosa.



Figura 11 - À esquerda, microcâmara com 5 portas. À direita, *setup* utilizado na montagem da mini-câmara de vácuo.

Parte III: sensores de pressão do tipo Penning

Nesta sessão, foram também manuseados dois sensores de pressão **Penning**, sendo que um destes se encontrava em piores condições. As vistas lateral e superior deste encontram-se apresentadas na Figura 12. Na vista lateral, é aparente a **chave Allen** utilizada para apertar alguns dos parafusos na montagem do sistema de vácuo; este é preso ao ímã que se encontra na parte inferior do *gauge*. Na imagem da direita da Figura 12, são mostrados os seus diferentes componentes. Estes são apresentados, de baixo para cima, pela ordem na qual se colocam no interior do componente à esquerda. Por esta mesma ordem, são:

- tampa;
- anel de aperto;
- anel metálico;
- isolante;
- anel metálico.

O anel de aperto manuseia-se apertando as duas pontas livres, de forma a se poder colocar ou retirar da *gauge*. O fio elétrico não estava presente nesta *gauge*, a qual se encontrava em piores condições e mais suja (pode ter acontecido que o fio se tenha queimado).



Figura 12 - À esquerda e ao centro, a *Penning gauge*. À direita, diferentes componentes da *Penning gauge*.

O outro sensor de pressão Penning manuseado encontrava-se em melhores condições e está na fotografia da esquerda da Figura 13, possuindo uma estrutura análoga à do outro sensor. Porém, neste caso, existia um **replacement kit**. Este componente é vendido separadamente e facilita a sua substituição, no caso de mau funcionamento. Uma fotografia com os dois sensores lado a lado é apresentada à direita. Este e o outro sensor foram desmontados, de forma a visualizar os seus componentes, tendo depois sido montados no processo inverso.



Figura 13 - À esquerda, *Penning gauge* e componentes. À direita, os dois sensores lado a lado.

3 de fevereiro de 2022, 15h00

Sessão 4: Pós-Laboratorial

Nesta sessão laboratorial, foi utilizado um “**Residual Gas Analyzer**” acoplado à máquina **Nordiko 7000**. Para isso, esteve-se na sala cinzenta (*Grey Area*), de classe 1000 (ISO classe 6), onde apenas foi necessário colocar proteções nos sapatos.

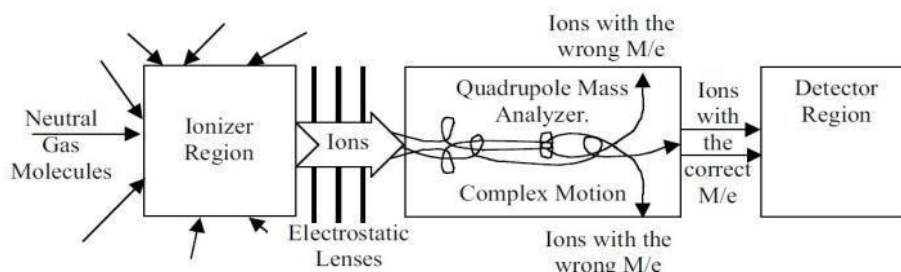
Procurava-se que os elementos do grupo se familiarizassem com métodos utilizados para a **monitorização da qualidade do vácuo**, através de:

- Medir a atmosfera no interior de um sistema de vácuo utilizando um **analisador de gás residual para espectroscopia de massa**;
- monitorizar a pressão parcial das moléculas durante ciclos de bombeamento;
- *identificação de possíveis causas de fugas, que levam a um aumento da pressão de base;
- *fazer um teste de fuga usando hélio e um detetor de fugas.

Infelizmente, a máquina Nordiko 2000, na qual se iriam estudar fugas, continua não operacional. Procurou-se fazer testes de fuga simples na máquina Nordiko 7000, recorrendo a uma botija de hélio, mas foi-nos informado de que a máquina Nordiko 7000 não possuía quaisquer fugas, o que impediria qualquer tipo de monitorização. Esperou-se, inclusive, pelo fim da semana, na esperança de se ter a máquina Nordiko 2000 finalmente funcional, mas tal não aconteceu. Assim, os pontos indicados com * acabaram por não ser perfeitos no laboratório.

Funcionamento do *Residual Gas Analyzer*

Um **Analisador de Gás Residual** - *Residual Gas Analyzer* (RGA) - é um espectrómetro que mede a composição química de um gás presente num ambiente de baixa pressão. O RGA ioniza os componentes do gás de forma a criar diferentes iões, deteta-os e determina os **rácios massa-carga**. Este processo funciona melhor no vácuo, onde a qualidade é mais fácil de monitorizar e as impurezas e inconsistências mais fáceis de detetar, devido às baixas pressões. *Setups* como estes podem ser encontrados no interior de *ion beam accelerators* e *electron/ion scanning microscopes*.



Importância do RGA:

- (1) Permite analisar diferentes *gas phase reactions*;
- (2) Permite monitorizar mudanças em ambientes de gases;
- (3) Verificar se existem fugas no vácuo;
- (4) Verificar os sensores de fluxo de massa, entre outros.

Estes tipos de informações poderão ser difíceis de determinar por outros métodos, mas conseguem ser facilmente encontrados usando um RGA acoplado a um ambiente de baixa pressão ou uma câmara.

Princípios de operação do RGA

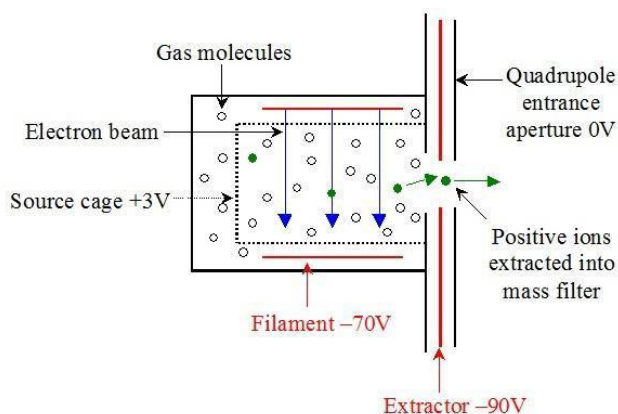
Existem 5 principais componentes num RGA:

- (1) Ionizador;
- (2) Lentes eletrostáticas;
- (3) Analisador de Massa e Filtro;
- (4) Detetor de Iões;
- (5) Espetrómetro de Massa.

1. Ionizador

No ionizador, os átomos ou moléculas neutro(a)s do gás são convertidos em iões positivos. O ionizador consiste nos seguintes componentes:

- (a) Dois filamentos para produzir eletrões;
- (b) Uma grelha (*source grid*), que é um conjunto de fios eletrostáticos para que se obtenha um potencial eletrostático constante dentro da região de ionização;
- (c) Coberturas isoladoras.



Há também um **escudo de Faraday** à volta de toda a montagem para impedir o potencial eletrostático externo de afetar o ionizador. Dois fios, geralmente de dióxido de tório revestido de Iridio a -70V, emitem eletrões por “emissão termiônica”, quando passa corrente, de energia 70eV e corrente de alguns miliamperes. Estes eletrões são acelerados em direção à malha de fios devido à diferença de potencial aplicada entre os filamentos e a malha. Os eletrões acelerados colidem com os átomos/moléculas neutro(a)s do gás e ionizam-no(a)s. Quando um eletrão colide com um átomo ou molécula M, pode não haver ionização (colisão elástica) ou haver ionização (colisão inelástica), algo como $e^- + M \Rightarrow 2e^- + M^+$.

Esta reação de ionização requer quantidades significativas de energia (o “potencial de ionização” da molécula M) e a energia tem de ser fornecida pelo eletrão. Outros tipos de reações de ionização também podem ocorrer: por exemplo, um processo chamado “ionização dissociativa”. A equação química para esta reação seria semelhante a $e^- + MX \Rightarrow 2e^- + M + X$ (ou) $2e^- + M + X^+$. Claramente, as coisas podem tornar-se complexas. De facto, uma colisão de um eletrão com uma molécula de nitrogénio (N_2) pode ter mais de uma dezena de resultados. Com um RGA, apenas se medem dois: a formação de N_2^+ e de N^+ .

Um conceito denominado “**secção transversal**” (“cross-section”) descreve a probabilidade de um eletrão colidir ou reagir com um átomo ou molécula. A forma mais simples da ideia é a seguinte: um eletrão tem de colidir com uma molécula para iniciar a reação. Visto que os eletrões se movem pelo menos 100x mais rapidamente que moléculas, normalmente podem tratar-se essas moléculas como se estivessem paradas. Se a molécula tiver um raio grande (e, portanto, uma grande secção transversal), a probabilidade de um eletrão colidir é relativamente grande. Estas secções transversais são normalmente medidas como função da energia de ionização do eletrão. A “cross-section” para formar CF_3^+ é muito maior do que para outros iões como CF^+ ou C^+ ; consequentemente, espera-se que o ionizador produza, a partir do CF_4 , bastante mais CF_3^+ do que CF^+ ou C^+ e, por isso, que o sinal do CF_3^+ seja maior.

Os RGAs costumam apresentar em tabelas quais os iões que são produzidos a partir de diferentes gases, assim como tabelas que descrevem o número de iões produzidos a partir de uma dada molécula, comparativamente a um número igual de moléculas de nitrogénio. Por exemplo, o argón produz 1.2 vezes mais iões que o nitrogénio, enquanto que o hélio

apenas 0.14. Consequentemente, será de esperar sinais mais baixos do hélio do que árgon e nitrogénio (a uma dada pressão).

2. Conjunto de Lentes Eletrostáticas (“Electrostatic Lens Assembly”)

A partir de uma série de “lentes” eletrostáticas, focam-se e aceleram-se iões positivos num feixe de 10-20eV de energia. A malha de fios do ionizador encontra-se normalmente a 10-20V acima do *ground* pela fonte de potência do ionizador. Assim, garante-se que todos os iões produzidos têm uma energia potencial significativa de 10-20eV. A região do filtrador de massa é usualmente mantida a 0V. Assim, os iões positivos produzidos são acelerados para a região do filtro de massa em *ground* e atravessam-na numa velocidade razoavelmente bem definida.

Cada lente é um simples **disco com um buraco no centro** (estrutura de um *donut*). Quando um potencial (negativo, relativamente à região de ionização) é aplicado na estrutura do tipo *donut*, campos elétricos são criados e estes aceleram os iões através destes e empurram-nos para o buraco no centro da estrutura. Os potenciais negativos introduzidos nas sucessivas lentes produzem um gradiente de potencial e, portanto, definem a eficiência e a qualidade do feixe com o qual os iões são acelerados para o filtro de massas. A lente mais próxima da malha de fios do ionizador é normalmente chamada de “extractor lens”. Alguns RGAs possuem apenas esta lente. Outros têm mais de uma lente para focar o feixe de iões e dirigi-lo para o filtro de massas.

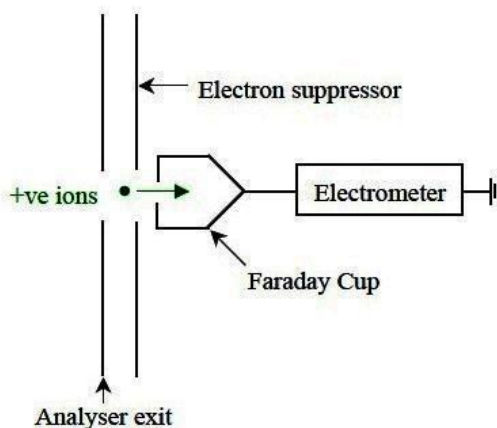
3. Filtração de massas (quadrupolo)

Os iões positivos acelerados e focados são depois separados tendo em conta as respetivas massas, por aplicação de campos elétricos e/ou magnéticos no Analisador de Massas. Esta unidade funciona como um **filtro**. Facilmente deixa passar iões com um **rácio massa-carga (M/e)** selecionado pelo utilizador e todos os outros iões são defletidos para as paredes, onde se neutralizam e se tornam indetetáveis.

Os filtros de massa quadrupolo consistem em 4 pinos eletricamente polarizados (polos). Nenhum campo magnético é necessário para filtrar os iões de diferentes massas nesta estrutura. Estes pinos cuidadosamente posicionados, quando polarizados com ambas tensões DC e RF (radiofrequências), produzem campos elétricos de configuração hiperbólica no centro, que confinam pequenos intervalos de M/e na região central. Todos os outros iões de diferentes M/e são acelerados para os pinos onde são neutralizados e se tornam indetetáveis.

4. Sistema de deteção de iões

O sistema de deteção de iões deteta e calcula o rácio massa-carga dos iões filtrados como uma corrente de iões com um copo de Faraday ou um segundo multiplicador de iões (também conhecido como “canaltrão” / “channeltron”). Escolhendo um específico rácio massa-carga e fazendo medições do sinal obtido, pode-se imediatamente descobrir o **número de moléculas** presente na região ionizadora do RGA. Passando por todo um conjunto de rácios M/e, pode descobrir-se todo um conjunto de moléculas presentes e depreender quais os compostos químicos no gás.



- (a) O **copo de Faraday** é um pedaço de metal polarizado com um potencial negativo apropriado ($\approx -50V$) para que os iões positivos sejam atraídos em direção a ele e sejam neutralizados. A corrente que flui através do copo de Faraday é medida usando um eletrômetro rápido e esta corrente é o sinal relativo registado pela RGA. Quanto mais intensa a corrente, mais intenso é o sinal e maior o número de iões. Uma vez que a corrente é o movimento de cargas através de uma secção transversal por unidade de tempo, e visto que uma molécula multiplamente ionizada transporta maior carga que uma molécula ionizada uma única vez, será de esperar que moléculas multiplamente ionizadas produzam um maior sinal para um dado número de iões. Por exemplo, cada ião Ar^{++} transporta duas vezes a carga do ião Ar^{+} . Consequentemente, o sinal de Ar^{++} será duas vezes superior ao de Ar^{+} , se existir o mesmo número de iões.

- (b) O **multiplicador de eletrões secundário** ou **canaltrão** é um conjunto de tubos de vidro curvados com uma cobertura interior (normalmente de um metal oxidado, como Pb ou Bi) que emite vários eletrões (“emissão de eletrões secundária”) cada vez que é atingido por um ião ou eletrão. A parte final possui um copo de Faraday instalado no tubo que coleta os eletrões produzidos no interior do tubo. A parte da frente está conectada a uma fonte de corrente baixa e está polarizada com uma voltagem muito grande e negativa ($\approx -2\text{kV}$). A parte final é mantida a uma tensão próxima de 0V e conectada a um eletrómetro rápido de novo. Em alguns casos, a parte final pode, em vez disso, ser conectada a um circuito contador de pulsos para que o pulso de corrente de cada ião individual seja contado em vez de a corrente integrada no tempo medida. Mais regularmente, a corrente é simplesmente medida. A vantagem do canaltrão é que amplifica (M) a corrente de cada ião por um fator muito grande. O valor de amplificação, M, pode ser da ordem de 104 a 109, dependendo da construção do multiplicador, da tensão utilizada e da idade do aparelho. Isto permite rastrear gases com sinais bastante melhores. Isto aumenta a sensibilidade do RGA.

5. Espectro RGA ou espectro de massa (“Mass Scan Spectrum”)

O espectro apresenta picos de iões com rácios massa-carga em **unidades de massa atómica (amu)**. Os rácios M/e são característicos dos diferentes elementos. Por exemplo, picos em 14 amu são N^+ , em 20 amu são Ar^{2+} , em 28 amu são N_2^+ , em 40 amu são Ar^+ , etc. O pico em 28 amu corresponde ao nitrogénio molecular, mas outras moléculas podem contribuir para o sinal, como CO^+ , que possui o mesmo rácio M/e que N_2^+ e está dentro da capacidade de deteção de um normal RGA e, consequentemente, é sempre detetado a 28 amu com o nitrogénio. A diferença entre N_2 e CO vem do espectro total: N_2 produz picos de sinal em 28 e 14 amu, enquanto CO em 28 (CO), 16 (O) e 12 (C) amu, assim como picos menores em 29 (C_{13}O e COH) e 13 (C_{13}) amu.

Tipos de RGA:

- (1) RGAs de fonte aberta de iões (“Open Ion Source”): estes conseguem aguentar pressões até 10^{-4}Torr . Se a pressão da câmara for inferior, estes RGAs podem usualmente ser acoplados diretamente à câmara de vácuo. Medem o gás presente sem mudar a sua composição ou alterar o ambiente de vácuo.
- (2) RGAs de fonte fechada de iões (“Close Ion Source”): geralmente, operam entre 10^{-2}Torr e 10^{-11}Torr . Possui um pequeno ionizador, acoplado a um filtro quadrupolo e tem um tubo com duas aberturas: uma para eletrões entrarem e outra para estes saírem. Anéis de alumínio selam o tubo e a maioria do quadrupolo é formado por elétrodos. Assim que o processo se inicia e o contacto com eletrões começa, os iões são formados. Contudo, o resto do analisador de massa está sob alta pressão.

Tabela de possíveis picos a visualizar

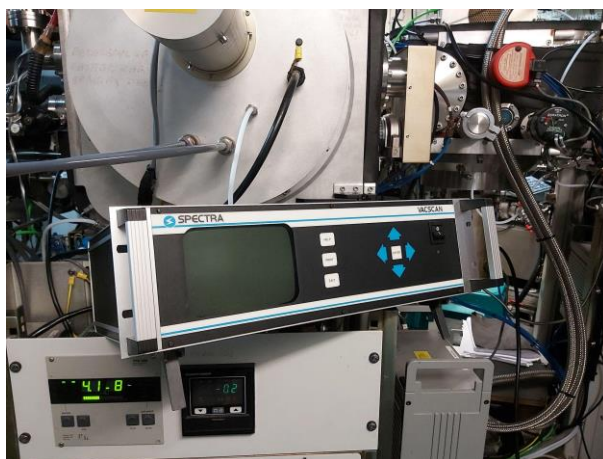
Mass	Species	Explanation
0		Zero Blast, unfiltered fragments
1	H	Cracking of hydrogen
2	H_2	Dominant Species at UHV
4	He	Permeation through polymers or leak detection residue
16	O	Cracking of O_2 or H_2O . Electron Desorption from Surfaces
16	CH_4	Methane produced in system by ion pumps
18	Water	Dominant Species except at UHV
19	F	ionic ghost, see below
20	Ne, Ar ⁺⁺	Inert Gases not pumped well by ion pumps
28	N_2	Air leak if accompanied by 14
28	CO	A major constituent at UHV. Desorption
35	Cl	Process gas or residue or ionic ghosts (see below)
37	Cl isotope	
40	Ar	Inert Gases not pumped well by ion pumps
>40		Generally hydrocarbon contamination
intervals of 14		CH_2 groups cracked off long hydrocarbon chain
16,19,35,37		Residue of O,F,Cl desorbed from surfaces in RGA by electron bombardment. Artifacts.

Trabalho no laboratório

Tendo-se entrado na sala cinzenta (Grey Area), após passar por uma sala intermédia onde se haviam colocado proteções nos sapatos e deixados os casacos e mochilas, passou-se pelo tapete autocolante. Em seguida, dirigimo-nos para a máquina Nordiko 7000, utilizada para depositar camadas finas de ligas AlSiCu e TiW (N) em wafers de 150mm e fabricar camadas de AlN por *reactive sputtering* com espessuras até 5mm. São utilizados os gases Ar, N_2 e O_2 (informação disponível em <https://fenix.tecnico.ulisboa.pt/investigacao/ist-nm/thin-films-deposition-ffc>).

Posteriormente, foi conectado o RGA apresentado na sexta figura abaixo, da marca Spectre, à máquina Nordiko 7000. A conexão entre as duas faz-se colocando o componente apresentado na primeira figura abaixo na entrada apresentada na

segunda figura. A terceira figura mostra o interior desse tubo de conexão ao sistema de vácuo. Ao longo desta sessão, foram introduzidos diferentes gases na câmara, de forma a observar os respetivos picos no ecrã do RGA. Estes gases foram introduzidos pelos aparelhos apresentados na quarta fotografia. A respetiva conexão à câmara é feita com os componentes da figura seguinte, análogos aos utilizados na sessão anterior para introduzir xénon na câmara da Nordiko 3000.



Uma vez conectado ao sistema Nordiko 7000, ligou-se o aparelho RGA no interruptor ON/OFF, tendo-se observado o menu apresentado na imagem abaixo. As medidas respetivas aos diferentes componentes são realizadas uma a uma (isto é, para cada massa atômica/molecular de cada vez). Os componentes medidos estão apresentados na segunda figura.



Neste caso, e para os componentes selecionados, obtiveram-se as seguintes pressões:

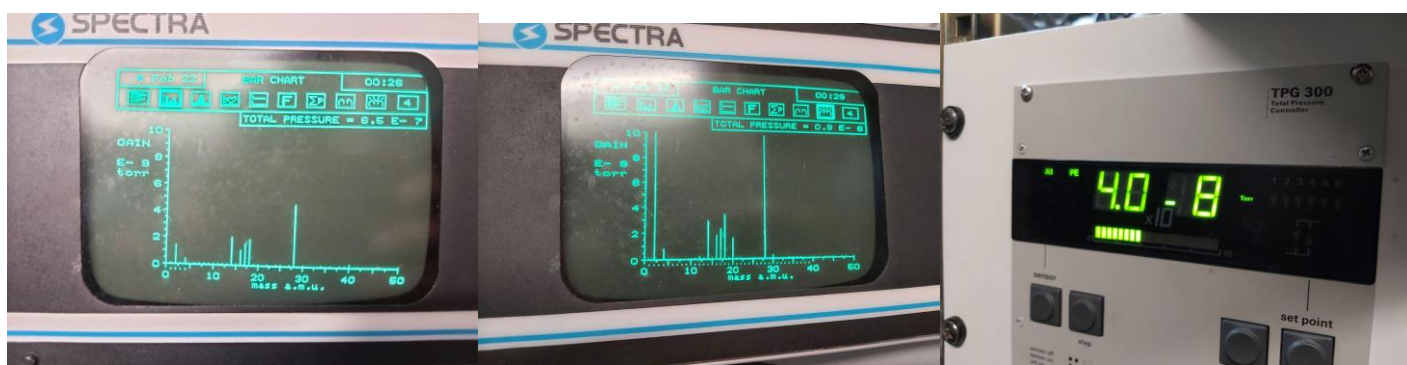
- Nitrogénio (14 amu), $p=2.1E-9$ Torr;
- Árgon (20 amu), $p=0.2E-9$ Torr;
- Hélio (4 amu), $p=0.4E-9$ Torr;
- “Ar”/N₂/CO (28 amu), $p=1.4E-9$ Torr;
- Água (18 amu), $p=2.2E-9$ Torr;
- Oxigénio (32 amu), $p=0.0E-9$ Torr.

Nota: o pico de 17 amu também poderá corresponder a água. Por outro lado, o pico de 27 amu dever-se-á a carbonetos dos óleos das bombas. A água deve-se ao manuseamento de substratos e *wafers* e à atmosfera que entra na câmara, entre outros aspetos. O azoto é molecular, atômico ou iónico. O **hélio** presente dever-se-á sobretudo à **bomba criogénica**.

Também é possível observar os resultados em forma de espectro, selecionando a respetiva opção com as setas do mostrador. Quando se faz isso, as medidas são reiniciadas, tendo-se de esperar de novo até obter dados para todos os valores de massa, os quais variam entre 0 e 50 amu para este RGA. Neste caso, torna-se aparente a sucessiva obtenção de valores para as crescentes massas, como é mostrado no vídeo *RGA_Video1.mp4*, disponível na Drive. Abaixo, apresenta-se (à esquerda) um espectro visualizado.

No interior da sala limpa de classe 100, terá sido realizada uma deposição de material aquando da nossa utilização do RGA. Após isso, viu-se um enorme aumento na pressão do composto de massa **2 amu** e **28 amu**, assim como ligeiros aumentos nos restantes compostos. Além disso, a pressão total (indicada acima no mostrador) passou de $6.5\text{E-}7$ Torr para $0.9\text{E-}6$ Torr. O elemento 28 amu corresponderá a **N₂**, um gás que é utilizado no processo de deposição da Nordiko 7000, como já foi indicado. Como foi indicado na tabela acima, **H₂** possui 2 amu e espécie dominante em UHV, pelo que corresponderá ao pico observado.

De notar que, embora a câmara seja constantemente bombeada (aliás, o valor da pressão no seu interior, registado num leitor de pressão no sistema Nordiko 7000), volta pouco tempo depois ao valor inicial, o valor da pressão total no RGA continua alto durante mais tempo. O mostrador da pressão na câmara é apresentado na terceira figura, correspondente a um momento antes da deposição de material. Esta distinção deve-se a gases que permanecem no aparelho do RGA, sendo que só fará sentido analisar os gases na câmara quando a pressão total se igualar (aproximadamente) à pressão da câmara, quando os gases “presos” já tiverem sido evacuados. Quando a pressão total era de $6.8\text{E-}7$ Torr, a pressão na câmara era de $4.5\text{E-}8$ Torr.



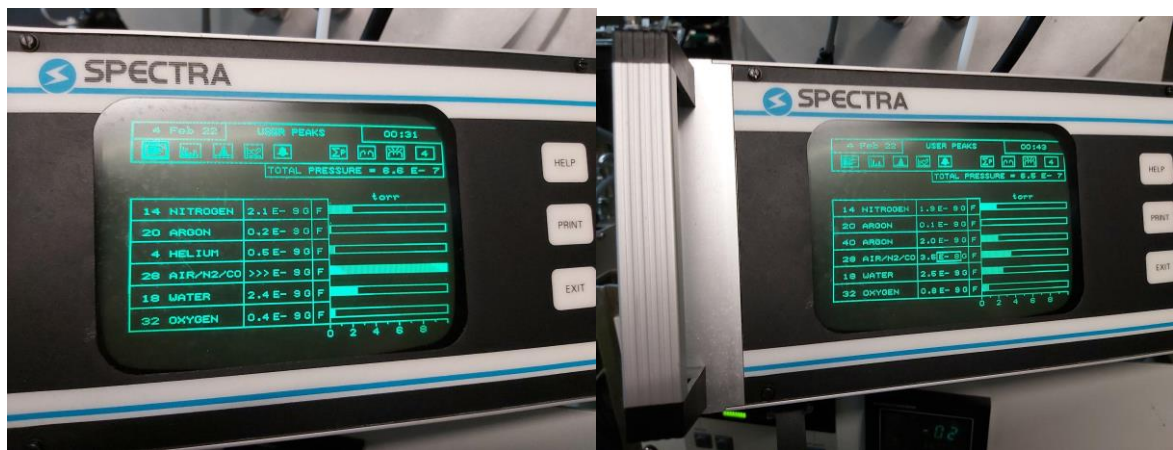
Passado pouco tempo, a pressão na câmara passou para $4.2\text{E-}8$ Torr (e, depois, para $4.1\text{E-}8$ Torr) e a indicada no mostrador do RGA (imagem abaixo, à esquerda) para $6.6\text{E-}7$ Torr. Nessa imagem, os valores registados são:

- Nitrogénio (14 amu), $p=2.1\text{E-}9$ Torr;
- Árgon (20 amu), $p=0.2\text{E-}9$ Torr;
- Hélio (4 amu), $p=0.5\text{E-}9$ Torr;
- “Ar”/N₂/CO (28 amu), $p=1.4\text{E-}9$ Torr;
- Água (18 amu), $p=2.4\text{E-}9$ Torr;
- Oxigénio (32 amu), $p=0.4\text{E-}9$ Torr.

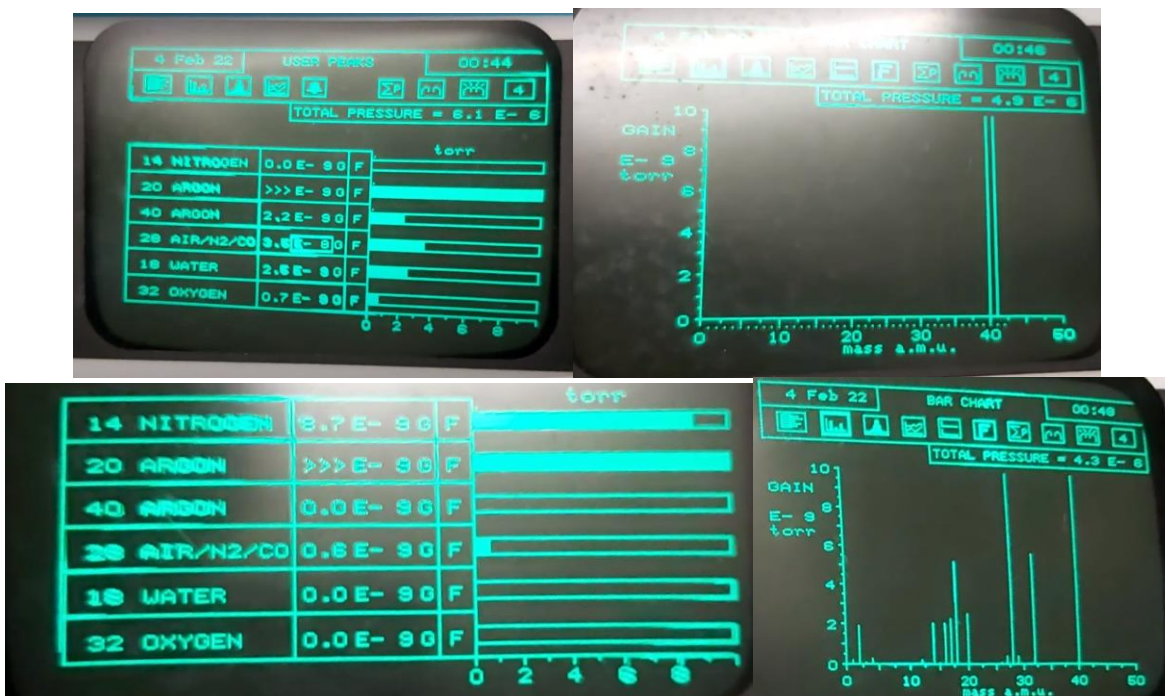
Para corrigir o *overflow* na escala de um composto, basta variar a respetiva escala, aumentando o expoente respetivo. Os valores registados no RGA variaram pouco tempo depois. Tendo sido corrigida a escala de 28 amu, foram obtidas as medidas apresentadas na imagem à direita:

- Nitrogénio (14 amu), $p=1.9\text{E-}9$ Torr;
- Árgon (20 amu), $p=0.1\text{E-}9$ Torr;
- Árgon (40 amu), $p=2.0\text{E-}9$ Torr: introduziu-se este elemento na listagem;
- “Ar”/N₂/CO (28 amu), $p=3.5\text{E-}8$ Torr;
- Água (18 amu), $p=2.5\text{E-}9$ Torr;
- Oxigénio (32 amu), $p=0.8\text{E-}9$ Torr.

O nitrogénio molecular, introduzido aquando da deposição de material, mantém-se elevado durante um longo tempo depois. Isto acontece porque este componente adere às paredes, sendo difícil de remover... A água, por outro lado, é fácil de remover com aquecimento, por exemplo.



Em seguida, a professora começou por **injetar árgon**, através do *software* disponível num computador da sala cinzenta. Na primeira imagem abaixo, é aparente a pressão do árgon de 20 amu. Porém, colocando-se no espectro, notou-se uma clara dominância do árgon de 40 amu, assim como um pico de 41 amu, que se deverá a um isótopo deste. Colocando outra vez na forma de lista (terceira imagem), verificou-se de novo a dominância do árgon de 20 amu... Este fenómeno será mencionado mais à frente. Enquanto a pressão da câmara diminuiu de 2.1×10^{-7} Torr para 5.4×10^{-8} Torr em cerca de 54 segundos, a pressão total indicada no RGA manteve-se a 4.3×10^{-6} Torr.



Tendo-se mudado para a lista, a pressão total apontada era de $p_t = 6.8 \times 10^{-7}$ Torr e a da câmara era de 5.0×10^{-8} Torr.

- Nitrogénio (14 amu), $p = 2.0 \times 10^{-9}$ Torr;
- Árgon (20 amu), $p = 0.2 \times 10^{-9}$ Torr;
- Árgon (40 amu), $p = 4.7 \times 10^{-9}$ Torr;
- "Ar"/N₂/CO (28 amu), *Overflow*;
- Água (18 amu), $p = 4.4 \times 10^{-9}$ Torr;
- Oxigénio (32 amu), $p = 5.7 \times 10^{-9}$ Torr.

Em seguida, foi injetado **azoto**. A pressão na câmara aumentou abruptamente, apresentando o leitor *Overflow*. Como aprendemos na sessão 2, será então necessário mudar qual o sensor de pressão utilizado para obter a medida (relativo aos sensores Pirani, Penning e Bayard-Alpert).

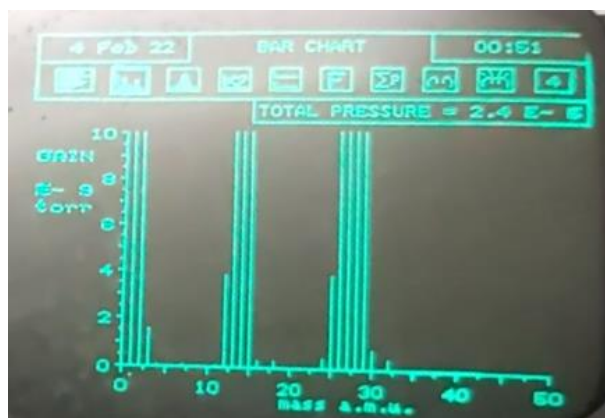


As pressões lidas eram (para dois momentos distintos) de:

- Nitrogénio (14 amu), *Overflow*→ $p=2.6E-6$ Torr;
- Árgon (20 amu), $p=1.3E-9$ Torr→ $0.0E-9$ Torr;
- Árgon (40 amu), *Overflow*→ $p=0.0E-9$ Torr;
- “Ar”/N₂/CO (28 amu), *Overflow*→ $2.9E-6$ Torr (claramente superior aos restantes);
- Água (18 amu), $p=4.7E-9$ Torr→ $0.2E-9$ Torr;
- Oxigénio (32 amu), *Overflow*→ $0.9E-9$ Torr.

Tendo-se alterado o sensor de pressão, a pressão na câmara indicada era de $1.1E-3$ Torr. A pressão total no RGA era de $p_t=1.0E-6$ Torr. Em seguida, obteve-se o espetro apresentado abaixo, indicando este uma pressão total de $p_t=2.4E-5$ Torr. Depois, voltou-se para uma medição em lista, tendo sido os resultados já apresentados acima. É de notar que a grande maioria dos componentes voltou a pressões (quase) nulas, à exceção do nitrogénio. Isto acontece porque o nitrogénio é constantemente inserido na câmara, **ao mesmo tempo que o interior da câmara vai sendo evacuado pela(s) bomba(s) de vácuo.**

As larguras dos picos de azoto (em torno de 14 amu e 28 amu) estão relacionados com a forma como se dissociam estes componentes no detetor.



Voltou-se a inserir árgon na câmara. A pressão indicada na mesma subiu rapidamente de $1.0E-3$ Torr para $5.5E-3$ Torr, tendo também rapidamente descido de novo, para $1.2E-3$ Torr. Em seguida, este valor ia sucessivamente subindo para valores próximos de $2.5E-3$ Torr e regressando a $1.2E-3$ Torr.

Na lista, as seguintes pressões foram sendo registadas:

- Nitrogénio (14 amu), $p=1.0E-6$ Torr→ $0.1E-6$ Torr→ $0.0E-6$ Torr→ $0.0E-6$ Torr;
- Árgon (20 amu), $p=0.7E-9$ Torr→*Overflow*→*Overflow*→*Overflow*;
- Árgon (40 amu), *Overflow*→*Overflow*→ $p=0.0E-9$ Torr→ $0.0E-9$ Torr;
- “Ar”/N₂/CO (28 amu), $p=0.1E-6$ Torr→ $0.0E-6$ Torr→ $0.3E-6$ Torr→ $0.0E-6$ Torr;
- Água (18 amu), $p=0.0E-9$ Torr→ $0.0E-9$ Torr→ $0.0E-9$ Torr→ $2.6E-9$ Torr;
- Oxigénio (32 amu), $p=0.0E-9$ Torr→ $0.0E-9$ Torr→ $0.0E-9$ Torr→ $0.6E-9$ Torr.

Pressão total: $p_t=1.4E-5$ Torr→ $6.1E-6$ Torr→ $0.9E-6$ Torr→ $3.2E-6$ Torr. A pressão indicada na câmara manteve-se mais estável e próxima de $1.2E-3$ Torr. O nitrogénio, inserido anteriormente, foi claramente bombeado. Existe uma certa alternância inesperada entre elevados valores para o árgon de 20 amu e de 40 amu.

Por fim, deixou-se de injetar qualquer gás. A pressão indicada para a câmara desceu rapidamente para $9.8E-4$ Torr, e, em cerca de 5 segundos, para $7.1E-4$ Torr. Depois, subitamente, para $3.0E-7$ Torr e, em aproximadamente 1 minuto, para $5.2E-8$ Torr. Foi obtido o seguinte conjunto de valores:

- Nitrogénio (14 amu), $p=0.0E-6$ Torr;
- Árgon (20 amu), $p=0.2E-8$ Torr;
- Árgon (40 amu), *Overflow*;
- “Ar”/N₂/CO (28 amu), $p=0.0E-6$ Torr;
- Água (18 amu), $p=6.0E-9$ Torr;
- Oxigénio (32 amu), $p=5.2E-9$ Torr.

Sendo a pressão total indicada no ecrã de $p_t=7.7E-7$ Torr. Passadas várias horas, e não fazendo qualquer introdução de gases, será de esperar que a pressão total tenda para a pressão indicada pelos sensores de pressão ligados à câmara de máquina Nordiko 7000.

Nesta sessão, é difícil analisar o tempo de bombeamento, porque o RGA demora um certo tempo a apresentar os valores medidos. Como curiosidade, foi também possível observar o acoplamento do plasma do sistema Nordiko 7000 com o do ecrã do RGA, sendo que este último abanava em consequência disso.

Aplicações possíveis do aparelho utilizado

É interessante para monitorizar o balanço de pressão entre os diferentes gases. Contudo, normalmente, este tipo de espectrómetros estão ligados em tempo real às máquinas, não tanto em máquinas de deposição, mas em máquinas de **etching**. Suponha-se, por exemplo, que se vai fazer *etching* (remover camadas da superfície de bolachas) de camadas atómicas de diferentes composições e se quer chegar a uma dada camada de grafeno (elemento: carbono). Vai-se fazendo *etching* dos diferentes materiais das camadas superiores; sabemos que chegámos ao grafeno, com o espectrómetro de massa em tempo real (utilizando o aparelho que foi estudado nesta sessão, mas numa opção diferente do monitor), quando começamos a detetar carbono, isto é, quando o pico do carbono começa a aparecer (e os outros elementos vão para zero).

Quando o espectrómetro de massa está ligado a uma câmara de vácuo, para analisar a qualidade do vazio, denomina-se **Analizador de Gases Residuais** (como foi utilizado nesta sessão). Dentro de uma máquina de *etching*, chama-se um **Endpoint detector**: pede-se para desligar o aparelho quando se tiver feito *etching* das camadas desejadas.

Escoamento Por Tipo de Elemento

No decorrer desta atividade experimental, nomeadamente aquando a utilização do RGA, tentámos compreender se seria igualmente fácil escoar diferentes tipos de átomos/moléculas e quais os motivos para verificarmos a existência de uma maior pressão parcial para determinados compostos.

Quando trabalhamos à nano escala, a dimensão crítica (DC) a partir da qual as contaminações prejudicam o nosso trabalho é de ordem de grandeza molecular, tornando as contaminações por parte de moléculas provenientes do ar, *airborne molecular contaminations* (AMC) bastante relevantes. Estas moléculas podem ser polares ou apolares.

Nas moléculas apolares, as cargas elétricas estão distribuídas de forma simétrica, o que faz com que o centro das cargas negativas e positivas coincida. Os exemplos que detetámos na câmara de vácuo são o N_2 e o CO_2 (englobado no ar). Estas moléculas são mantidas em superfícies sólidas devido às forças fracas de van der Waals, da ordem de grandeza dos 2,5 kJ/mol.

Por sua vez, as moléculas polares têm uma distribuição de carga assimétrica, o que suscita a existência de um momento dipolar permanente. A força de interação entre estas moléculas e a superfície é da ordem de grandeza dos 138 kJ/mol, sendo bastante superior à força de interação de moléculas apolares.

Ao interagir com um sólido, as moléculas de ar começam por se difundir na superfície podendo, posteriormente, ser absorvidas ou não. A parede da câmara de vácuo é mais energética do que o interior, uma vez que possui uma camada superficial com ligações pendentes. A energia livre da superfície depende da natureza do material (das ligações estabelecidas pelo material por ela constituído - metálicas, covalentes ou iónicas). Quanto maior a irregularidade da superfície, maior o potencial de absorção da mesma.

Tempo de aquisição de um espectrómetro de massa

Para pressões mais altas, o ritmo de fluxo de gás para o ionizador pode tornar-se demasiado pequeno e a resposta torna-se mais lenta. O tempo de aquisição também depende, obviamente, do intervalo de valores em amu para os quais se pretende obter dados.

Razão pela qual existe árgon de 20 amu e 40 amu - **Ionização múltipla**

Quando um eletrão com energia suficiente atinge uma molécula de gás, muitos processos podem ocorrer. Por vezes, mais do que 1 eletrão pode ser removido da molécula. Este novo ião passa pelo filtro de massas e terá uma carga ++, em vez de apenas +. No gás Ar, por exemplo, o maior pico poderá ser Ar^+ , mas existe Ar^{++} também. A presença de ambos é chamada o **padrão de fragmentação** do árgon. Um RGA mostra rácios massa-carga no seu eixo horizontal. Um Ar^+ terá um rácio massa-carga de $40/+1=40$; possui 22 neutrões e 18 protões. Por outro lado, Ar^{++} terá um rácio massa-carga de $40/+2=20$.