

CENTRO BRASILEIRO DE PESQUISAS FÍSICAS

ALEXANDRE GONÇALVES GERK

**INSTRUMENTAÇÃO E AUTOMAÇÃO DE UM SISTEMA CONFOCAL DE DEPOSIÇÃO
DE FILMES FINOS POR MAGNETRON SPUTTERING**

RIO DE JANEIRO

2020

Alexandre Gonçalves Gerck

**Instrumentação e Automação de um Sistema Confocal de Deposição de Filmes Finos por
Magnetron Sputtering**

Dissertação apresentada ao Programa de Mestrado Profissional em Física com ênfase em Instrumentação Científica do Centro Brasileiro de Pesquisas Físicas como requisito para a obtenção do título de Mestre em Física.

Orientador: Dr. Alexandre Mello de Paula Silva

Rio de Janeiro

2020

ALEXANDRE GONÇALVES GERK

**INSTRUMENTAÇÃO E AUTOMAÇÃO DE UM SISTEMA CONFOCAL DE DEPOSIÇÃO
DE FILMES FINOS POR MAGNETRON SPUTTERING**

Dissertação apresentada ao Programa de Mestrado Profissional em Física com ênfase em Instrumentação Científica do Centro Brasileiro de Pesquisas Físicas como requisito para a obtenção do título de Mestre em Física.

Data de aprovação: 25 de maio de 2020.

Banca examinadora:

Dr. Alexandre Mello de Paula Silva
Centro Brasileiro de Pesquisas Físicas

Dr. João Paulo Sinnecker
Centro Brasileiro de Pesquisas Físicas

Dr. Luiz Carlos Sampaio Lima
Centro Brasileiro de Pesquisas Físicas

Dr. José Brant de Campos
Universidade do Estado do Rio de Janeiro

Dr. Fabrício Frizera Borghi
Universidade Federal do Rio de Janeiro

AGRADECIMENTOS

Primeiramente, agradeço ao meu orientador – Dr. Alexandre Mello – pela orientação exemplar ao longo de todo período que estive no CBPF. Sem ele este trabalho não existiria.

Agradeço ao Dr. João Paulo Sinnecker pela coordenação do projeto no Programa de Capacitação Institucional (PCI).

Agradeço ao Coordenador do Laboratório de Nanotecnologia do CBPF (LABNANO), Dr. Rubem Sommer, por disponibilizar recursos humanos e financeiros para o desenvolvimento do CONFOCAL MS.

Agradeço ao Dr. Rodrigo Felix Cardoso e toda equipe do Laboratório Multiusuário de Instrumentação e Tecnologia Mecânica (LITMec), onde algumas peças do CONFOCAL MS foram usinadas e outras eram regularmente jateadas.

Agradeço aos professores do Programa de Mestrado Profissional em Física com ênfase em Instrumentação Científica do CBPF, os quais tive a honra de ser aluno: Drs. Alexandre Mello, André Pinto, Fernando Stavale, Geraldo Cernicchiaro, Herman Lima e Nilton Alves.

Agradeço aos meus companheiros de laboratório, por toda ajuda e camaradagem, em especial: Elvis Meza, Fabrício Borghi, Fábio Borges, Peter Diedrich, Pedro Otávio, Bene Régis, Edher Herrera, Ricardo Santos, Wesley Jalil, Richard Caraballo e Karolina Moura.

Ao engenheiro e militar Paulo Rodrigues Oliveira, pela amizade e o árduo trabalho conjunto que desenvolvemos – não foi fácil!

Mas, mais importante, agradeço à minha esposa, Bruna, pelo apoio, incentivo, motivação, compreensão, carinho e amor.

As seguintes instituições tornaram este trabalho possível: o CNPq e o PCI, a CAPES, a FAPERJ, a FINEP, e o LABNANO, que faz parte do SISNANO.

RECONHECIMENTO

O CONFOCAL MS foi concebido pelo Dr. Alexandre Mello de Paula Silva, tendo participado da montagem:

Fabrcio Frizera Borghi, Elvis Meza L3pez, Rog3lio Spinola e Henrique Send3o atuaram na montagem mec4nica;

Diego Gonz3lez Chavez montou os sistemas el3trico, pneum3tico e de refrigera33o, e escreveu o c3digo em C do sistema de intertravamento;

Eric Hernanny colaborou na montagem dos sistemas el3trico e pneum3tico;

Peter Rezende Diedrich projetou e usinou os manifolds do sistema de refrigera33o;

Petro Ot3vio de Souza Dias usinou o suporte mec4nico do porta-amostra.

DEDICATÓRIA

Dedicado ao desenvolvimento tecnológico brasileiro, através do qual geraremos emprego, riqueza e renda para nosso povo, e soberania para nosso Estado.

Dedicado à memória de André Pinto – excelente professor, e referência na área de microscopia eletrônica –, que se despediu ainda novo. Uma grande perda para o país.

Dedicado também ao embaixador Samuel Pinheiro Guimarães, cuja obra *Quinhentos Anos de Periferia* me proporcionou uma conscientização sobre a importância do engenheiro na sociedade, fazendo-me rever minha trajetória profissional e acadêmica.

RESUMO

A partir de 2012 o CBPF foi adquirindo peças para montagem de um sistema confocal de deposição de filmes finos por magnetron sputtering – CONFOCAL MS. Diversos colaboradores participaram da montagem. Faltava concluir a parte de instrumentação e automação, colocar o sistema em operação, e validá-lo. Os objetivos principais deste trabalho foram: concluir a instrumentação; desenvolver um programa para integrar os dispositivos e automatizar o processo de deposição; e validar algumas funcionalidades, produzindo e caracterizando amostras. Uma parte desta dissertação forma o manual de instruções do CONFOCAL MS, outra parte aborda a validação mediante produção e caracterização de amostras de filmes finos. O CONFOCAL MS é um sistema para deposição de filmes finos multicamadas em atmosfera inerte ou reativa. O porta-amostra pode ser polarizado, rotacionado e aquecido, possibilitando outras funcionalidades, como desbaste iônico, reação assistida a plasma e tratamento térmico a vácuo. O processo de deposição de filmes finos multicamadas em atmosfera inerte pode ser feito automaticamente, e os demais processos devem ser feitos manualmente. As funcionalidades validadas foram a deposição monocamada em atmosfera inerte e reativa, o desbaste iônico e a nitretação à plasma. Foram utilizados alvos de Cu, Ni, Ti e TiN. As amostras foram caracterizadas pelas técnicas de Refletividade de Raios X (RRX) e de Difração de Raios X (DRX). O processo de deposição em modo automático mostrou estabilidade no controle do processo e repetibilidade na produção das amostras com desvio padrão relativo de 6,37%. Os resultados obtidos com as amostras de cobre sugerem, para os parâmetros utilizados, um comportamento linear no aumento da espessura da amostra em função do aumento do tempo de deposição e da potência dissipada no alvo, assim como da pressão de trabalho, porém inversamente linear neste caso. Identificou-se que o sputtering produzindo por fonte DC é praticamente o dobro do produzido por fonte RF. Foi encontrada uma taxa de deposição relativa de níquel para o cobre diferente do apontado no manual do magnetron. A espessura das amostras de TiN, depositado com pressão de trabalho entre 2 e 5 mTorr, teve variação inferior a 1%, diferente dos resultados obtidos com o cobre em faixa de pressão similar. Verificou-se que a substituição de parte do argônio por nitrogênio e o aquecimento do porta-amostra reduzem drasticamente a taxa de deposição do TiN. Foi validada a funcionalidade de nitretação assistida a plasma ao verificar a formação de TiN a partir de um filme de Ti. Encontrou-se redução na medida das espessuras das amostras de cobre sujeitas ao desbaste iônico, validando a funcionalidade. Ficou demonstrado que o CONFOCAL MS está em pleno funcionamento, pronto para operação.

ABSTRACT

From 2012 CBPF acquired parts for the assembly of a confocal thin film deposition system by magnetron sputtering - CONFOCAL MS. Some collaborators participated in the assembly. It was still needed to complete the instrumentation and automation parts, put the system into operation, and validate it. The main objectives of this work were: conclude the instrumentation; develop a program to integrate the devices and automate the deposition process; and validate some features, producing and characterizing samples. Part of this dissertation forms the CONFOCAL MS instruction manual, and another part addresses the validation by production and characterization of thin film samples. CONFOCAL MS is a system for the deposition of multilayer thin films in an inert or reactive atmosphere. The sample holder can be polarized, rotated and heated, allowing other functionalities, such as plasma etching, plasma-assisted reaction and vacuum heat treatment. The thin films deposition process in inert atmosphere can be done automatically, but the other processes must be done manually. The validated functionalities were monolayer deposition in an inert and reactive atmosphere, plasma etching and plasma-assisted nitriding. Cu, Ni, Ti and TiN targets were used. The samples were characterized by X-Ray Reflectivity (XRR) and X-Ray Diffraction (XRD). The deposition process in automatic mode showed stability in the process control and repeatability in the production of the samples with a relative standard deviation of 6.37%. The results obtained with the copper samples suggest, for the parameters used, a linear behavior in the increase of the sample thickness due to the increase of the deposition time and the power dissipated in the target, as well as the working pressure, however inversely linear in this case. It was identified that the sputtering produced by DC power supply is practically double that produced by RF power supply. Relative nickel deposition rate for copper was found different from the magnetron manual. The thickness of the TiN samples, deposited with a working pressure between 2 and 5 mTorr, varied less than 1%, different from the results obtained with copper in a similar pressure range. It was found that replacing part of the argon with nitrogen and heating the sample holder dramatically reduces the deposition rate of TiN. Plasma-assisted nitriding was validated after the formation of TiN from a Ti film. A reduction in the thickness of copper samples subjected to plasma etching was found, validating the functionality. It was demonstrated that CONFOCAL MS is fully working, ready for operation.

SUMÁRIO

1 – Introdução.....	13
1.1 Contextualização e Motivação.....	13
1.2 Objetivos.....	15
1.3 Organização da Dissertação.....	16
1.4 Sputtering.....	16
1.5 CONFOCAL MS.....	19
2 – Dispositivos do CONFOCAL MS.....	21
2.1 Bomba Espiral Adixen XDS 35i.....	23
2.2 Bomba Turbomolecular Adixen ATH 1300M.....	24
2.3 Controlador Adixen ACT 1300M.....	26
2.4 Transdutor Multi-Sensor MKS 999 Quattro.....	27
2.5 Fonte e Leitor MKS PDR900.....	33
2.6 Transdutor de Pressão Absoluta MKS 627B Baratron.....	34
2.7 Controlador de Pressão MKS 651C.....	38
2.8 Válvula Reguladora de Exaustão MKS 653B.....	40
2.9 Controlador e Medidor de Vazão Mass-Flo.....	41
2.10 Controlador de Gases MKS 647C.....	44
2.11 Válvulas Gaveta Edwards.....	49
2.12 T-Station 75.....	51
2.13 Controlador de Temperatura do Porta-Amostra AJA SHQ-15A.....	53
2.14 Aquecedor do Porta-Amostra AJA SHQ400.....	54
2.15 Acionamento do Motor do Porta-Amostra AJA SXMC.....	55

	10
2.16 Magnetron AJA A300.....	55
2.17 Controlador de Temperatura K 49E.....	63
2.18 Fonte DC AJA/Sairem DC-XS 750.....	63
2.19 Fonte RF AJA/Seren R301.....	68
2.20 Casador de Impedância AJA/SEREN AT-3.....	72
2.21 Controlador do Casador de Impedância AJA/SEREN MC2.....	74
2.22 Remota MKS MacroNode I/O.....	75
2.23 Manifold pneumático SMC.....	81
2.24 Painel de Operação.....	83
2.25 Computador.....	84
2.26 LabVIEW.....	84
2.27 Detalhamento Construtivo.....	86
3 – Sistemas do CONFOCAL MS.....	88
3.1 Sistema Elétrico.....	88
3.2 Sistema Pneumático.....	95
3.3 Sistema de Refrigeração.....	96
3.4 Sistema de Intertravamento.....	97
3.5 Sistema de Aquecimento da Câmara (Bake).....	98
3.6 Sistemas de Condicionamento do Porta-Amostra.....	99
3.7 Sistema de Gases.....	101
4 – Integração dos Sistemas e Programação.....	104
4.1 Comunicação.....	105
4.2 Fluxograma.....	105

4.3 Programa e Sub-rotinas (Virtual Instruments).....	106
4.4 Interface	106
4.5 Parâmetros do Processo de Deposição (Receita).....	107
5 – Procedimentos para Produção de Amostras	109
5.1 Abertura da Câmara de Vácuo	109
5.2 Preparação da Câmara de Vácuo	111
5.3 Fechamento da Câmara de Vácuo.....	115
5.4 Preparação do Substrato.....	116
5.5 Inserção e Remoção de Amostras via Load-Lock	117
5.6 Preparação para Produção.....	121
5.7 Deposição Manual de Filmes Finos	122
5.8 Deposição Automática de Filmes Finos	124
5.9 Desbaste Iônico ou Reação Assistida a Plasma	124
6 – Validação do CONFOCAL MS.....	126
6.1 Funcionalidades Validadas	126
6.2 Objetivos dos Testes	127
6.3 Alvos e Substratos	128
7 – Caracterização das Amostras.....	129
7.1 Refletividade de Raios X	129
7.2 Difração de Raios X.....	132
7.3 Difratorômetro.....	136
7.4 Procedimentos para Medida.....	138
8 – Resultados.....	143

8.1 Deposição de Cobre	143
8.2 Deposição de Níquel	146
8.3 Deposição de Nitreto de Titânio	147
8.4 Nitretação de Titânio	152
8.5 Desbaste Iônico por Argônio	156
9 – Conclusão	158
10 – Referências	160
APÊNDICE A - Programa do Sistema de Intertravamento em C	164

1 – Introdução

A evolução da nanotecnologia em um laboratório depende do desenvolvimento de sistemas de produção e caracterização de amostras em escala nanométrica. Industrialmente, são utilizadas as mesmas técnicas de produção e caracterização de filmes finos e nanoestruturas, porém em equipamentos de maior escala, para fabricação de produtos em série. Entende-se por filmes finos uma camada de material na faixa de frações de nanômetros a micrômetros de espessura.

Existem dois métodos principais para deposição de filmes finos a vapor: deposição física (PVD) e deposição química (CVD). Na deposição química a vapor, um composto volátil de um material a ser depositado reage quimicamente com outros gases, produzindo um sólido não volátil, que se deposita, átomo a átomo, em um substrato. Na deposição física a vapor (PVD), os átomos de uma fonte de material são transferidos para um substrato (OHRING, 1992). Algumas técnicas híbridas são formadas a partir da combinação entre a deposição a vapor física e química.

As duas técnicas de PVD mais difundidas são a evaporação e o *sputtering*. Na evaporação, os átomos são removidos da fonte por meios térmicos, enquanto no *sputtering* os átomos são arrancados das superfícies sólidas do alvo através do impacto de íons. Comparada à evaporação, a principal vantagem da técnica de *sputtering* é a possibilidade de arrancar qualquer material para deposição de filme fino, mesmo materiais com alto ponto de fusão. Evaporar materiais com alto ponto de fusão é problemático, ou mesmo impossível. A técnica de *sputtering* também é vantajosa no caso de deposição de ligas, pois a composição do filme fino produzido com *sputtering* é próxima à composição do material arrancado do alvo, independente da diferença entre os pontos de fusão dos materiais que formam a liga (ADACHI et al., 2012).

1.1 Contextualização e Motivação

Estudos na área de Ciência de Superfície são realizados no CBPF desde o final da década de 1970. A instituição dispõe de laboratórios com equipamentos para diversas técnicas de deposição de filmes finos, como evaporação térmica, *electron beam*, *magnetron sputtering* e eletrodeposição controlada. O atual modelo do laboratório de Raios X está em operação no

CBPF desde a década de 90. Em 2005 teve início a construção do Labnano – Laboratório Multiusuário de Nanociência e Nanotecnologia.

Sputtering é uma técnica sofisticada e de domínio tecnológico restrito. O CBPF é um dos centros de pesquisa no mundo a deter tecnologia para desenvolver equipamentos na área de nanotecnologia. A internalização de tecnologia é um processo longo, que envolve investimento em pesquisa, formação de mão de obra e compra de equipamentos.

Em 2007, foi concluída uma tese de doutorado no CBPF onde foi construída uma configuração de *sputtering* de alvos opostos e em ângulo reto com o substrato (*Right Angle Magnetron Sputtering* – RAMS), com objetivo de crescer filmes complexos de óxidos tais como a hidroxiapatita (MELLO, 2007). Em 2009, o Laboratório de Superfícies e Nanoestruturas (LabSurf) oficialmente iniciou suas operações, e em 2010 um sistema de deposição de filmes finos por *Magnetron Sputtering* foi comprado da AJA, uma empresa dos EUA. Em 2012, entrou em operação no LabSurf um sistema para caracterização química de superfície por fotoelétrons excitados por raios X (XPS). Em 2014, o sistema RAMS foi aperfeiçoado quanto a sua instrumentação e automação (SENDÃO, 2014), e a física de plasmas foi aplicada no controle dos parâmetros de deposição de filmes cristalinos feitos a temperatura ambiente no sistema RAMS (LÓPEZ, 2014).

O desafio seguinte era projetar e montar um sistema de *sputtering* capaz de fabricar micro e nanoestruturas com homogeneidade de espessura e isotropia em uma área de diâmetro de 100mm ou mais para aplicação na fabricação de dispositivos. A partir de 2012, o CBPF foi adquirindo partes para compor um novo sistema de *sputtering* para o LabSurf. Este novo sistema teria uma configuração diferente das demais, como a montagem confocal, que possibilita a codeposição, e a maior versatilidade de condicionamento do porta-amostra. Enquanto os dispositivos foram chegando, alguns estudantes da instituição colaboraram na montagem mecânica do sistema. Praticamente todos os dispositivos principais já haviam sido adquiridos. Faltava concluir a montagem dos dispositivos e sistemas (principalmente a parte da instrumentação), integrar e automatizar os sistemas para trabalhar em conjunto. Em seguida, seria necessário validar o sistema desenvolvido, através da produção e caracterização de amostras.

O maior benefício ao desenvolver um equipamento é o domínio da tecnologia. Este domínio trás uma liberdade que pode ser percebida no uso, na configuração, na manutenção, na ampliação e no emprego da tecnologia. Internalizar uma tecnologia demanda investimentos em

pesquisa e em aquisição de peças, tanto para desenvolvimento quanto para manutenção. A formação de mão-de-obra leva anos e é de caráter pessoal. Uma forma de reduzir o risco da perda do domínio tecnológico devido à rotatividade de recursos humanos é a formação contínua de um grupo de pessoas. Também contribui para a manutenção do domínio tecnológico a documentação do conhecimento pessoal acumulado. Em contraste, um equipamento comprado pronto tem a vantagem de ser entregue em menor prazo; mas tem a desvantagem da limitação da experiência com a tecnologia ("caixa-preta"), deixando o usuário dependente do fornecedor detentor do conhecimento tecnológico. Em relação ao custo, não é possível garantir que desenvolver um equipamento com recursos próprios será mais caro ou mais barato do que comprar um equipamento pronto. Entretanto, o domínio da tecnologia possibilita a geração de riqueza, emprego e renda.

1.2 Objetivos

Os objetivos principais deste trabalho foram:

- 1) concluir a instrumentação do CONFOCAL MS, montando e integrando os diversos dispositivos e sistemas que compõem o equipamento;
- 2) desenvolver um programa que possibilite a comunicação de dados e o controle do processo de deposição, através de operação manual (pelo operador) ou automática (pelo próprio programa), possibilitando a repetibilidade dos processos de deposição;
- 3) validar as funcionalidades do CONFOCAL MS através da produção e caracterização de filmes na escala nanométrica.

Os objetivos complementares deste trabalho foram:

- a) ampliar a capacidade de produção de filmes finos nanoestruturados do CBPF;
- b) elaborar uma lista de procedimentos para a operação do CONFOCAL MS, aproximando esta publicação a um manual de instruções;
- c) produzir publicação na área de nanotecnologia em língua portuguesa.

1.3 Organização da Dissertação

O CONFOCAL MS é apresentado do capítulo 2 ao 5 com uma abordagem próxima a um manual de instruções. Os capítulos seguintes abordam a validação de funcionalidades do CONFOCAL MS através da produção e caracterização de amostras de filmes finos.

1.4 Sputtering

Sputtering é uma técnica de deposição física a vapor, usada na deposição de filmes finos nanométricos de um material sobre um substrato, com aplicação na fabricação de dispositivos óticos, eletrônicos, magnéticos, biológicos, como também em aplicações de modificação de superfície. A técnica se baseia no bombardeamento de íons de um gás inerte, normalmente argônio, sobre um material sólido, denominado alvo, onde os átomos da superfície são arrancados por transferência de energia cinética. O gás inerte é ionizado por aplicação de campo elétrico através de uma fonte de corrente contínua (DC) ou alternada na faixa da frequência de rádio (RF). Os íons, positivamente carregados, são atraídos em direção ao catodo, negativamente carregado. Como o alvo fica montado sobre o catodo, ele é bombardeado pelos íons, ejetando átomos neutros, íons e elétrons do alvo com o impacto. O gás condutor formado por íons e elétrons em alta energia cinética é denominado plasma. O plasma formado é luminoso, pois os íons de argônio, ao se recombinarem com os elétrons, emitem fótons na região visível do espectro eletromagnético (OHRING, 1992). A Figura 1 apresenta uma visão geral da técnica de *sputtering*, evidenciando o arrancamento de material do alvo devido ao impacto do Ar^+ no alvo negativamente carregado.

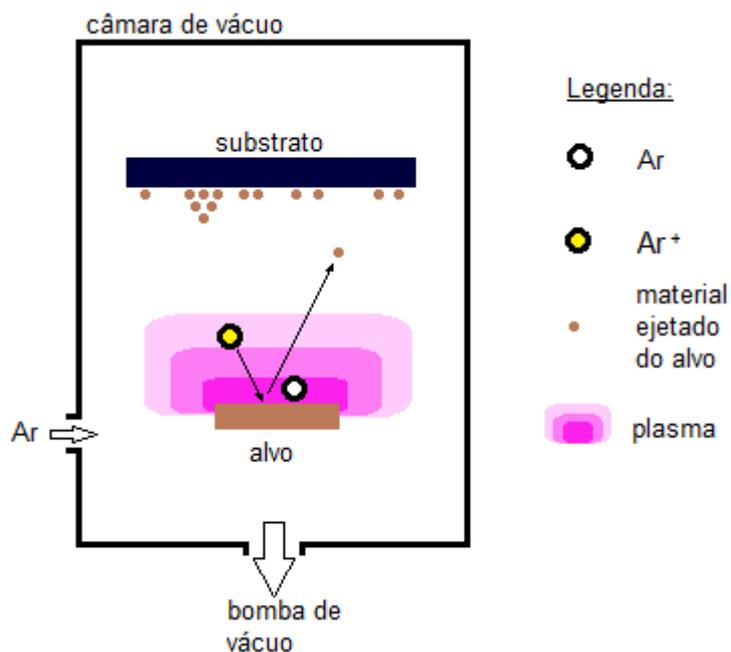


Figura 1 – Diagrama do Sputtering.
Extraído de (GERK; MELLO, 2019)

Para melhorar a eficiência da ionização, e consequentemente a eficiência do arrancamento de partículas do alvo, o gás é submetido a um campo magnético estático e a um campo elétrico que, através da força de Lorentz, desvia o movimento dos elétrons, forçando-os a seguir a trajetória das linhas do campo magnético (OHRING, 1992). Este fenômeno pode ser percebido com o confinamento do plasma. Através das janelas de inspeção, o plasma pode ser visto sobre o alvo, que está montado sobre o Magnetron.

O Magnetron é uma peça que é polarizada pela fonte DC ou RF, e que dispõe de ímãs para confinamento do plasma, e ainda é onde o alvo fica posicionado. A Figura 2 abaixo apresenta um diagrama do magnetron, onde o catodo é o polo negativo onde se coloca o material alvo a ser bombardeado pelos íons, e o anodo é o polo positivo que está aterrado à câmara de vácuo.

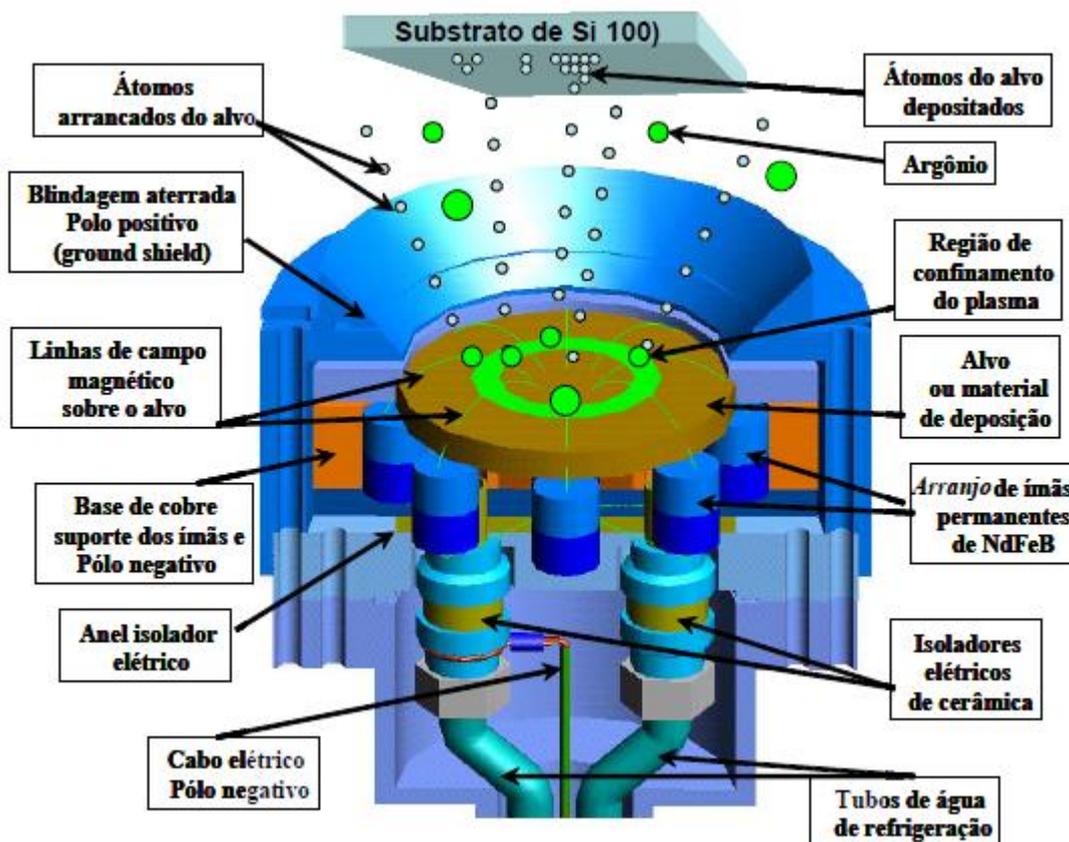


Figura 2 – Esquema em corte de um magnetron.
Extraído de (MELLO, 2002)

Como a técnica de *sputtering* se baseia no bombardeamento de gás inerte ionizado sobre o alvo, então é necessário eliminar o máximo possível os gases da atmosfera do interior da câmara onde o *sputtering* acontece, pois estes gases tornam-se contaminantes e reagem de forma não controlada com os filmes em crescimento durante o processo de deposição. O bombeamento desses gases atmosféricos para fora da câmara gera uma pressão negativa em relação à pressão atmosférica – vácuo. Quanto mais baixa for a pressão na câmara, mais isento de contaminantes a câmara estará. A este valor de pressão anterior ao início do processo de *sputtering* se dá o nome de *pressão de base*. Atingida a pressão de base desejada, injeta-se argônio na câmara, a uma pressão de trabalho na faixa de 1 a 100 mTorr (0,13 Pa a 13,33 Pa). Esta pressão de vácuo deverá ser controlada, pois impacta na energia do plasma, na produção de partículas arrancadas do alvo, no livre caminho médio das partículas, na taxa de deposição do filme, dentre outros efeitos (MELLO, 2002; OHRING, 1992).

Com a câmara livre de gases indesejados, e com argônio na pressão de trabalho, energiza-se o magnetron através de uma fonte DC ou RF. A fonte precisa descarregar energia

suficiente no argônio para ionizá-lo, formando plasma. A maior parte da energia de ionização gera calor, o que precisa ser dissipado para evitar que o alvo se funda, ou ainda, que o ímã perca suas propriedades magnéticas. A refrigeração é feita por água, geralmente por um sistema fechado de água gelada.

Diversos parâmetros alteram a composição química, a estrutura cristalina, a morfologia, a espessura e outras propriedades físicas do filme em formação. Dentre estes parâmetros, estão: potência e tipo da fonte elétrica de potência, pressão de trabalho, composição dos gases na câmara, tempo de deposição, distância e inclinação dos magnetrons em relação ao substrato, intensidade e configuração do arranjo de campo magnético dos magnetrons, polarização e temperatura de aquecimento do porta-amostra, rotação do porta-amostra e limpeza das amostras. Estes parâmetros possibilitam uma combinação praticamente ilimitada. O uso de um sistema automático para controle do processo possibilita maior repetibilidade na produção das amostras, assim como facilita o uso do equipamento e reduz o tempo de produção.

A palavra *sputtering* não tem uma boa tradução para o português. A expressão geralmente usada – Pulverização Catódica – não passa a mesma ideia que *sputtering*. A superfície do alvo sofre uma erosão atômica, e não uma pulverização. Além disso, o alvo pode ser polarizado alternadamente com fonte RF. A polarização por fonte RF - e a menor área do catodo em relação ao anodo (que é a própria câmara de vácuo) - gera um fenômeno de concentração de cargas que polariza o alvo negativamente, sendo por isso chamado de catodo mesmo com a alternância dos polos induzida pela fonte RF (MELLO, 2002; OHRING, 1992).

1.5 CONFOCAL MS

O *Confocal Magnetron Sputtering* (CONFOCAL MS) desenvolvido no LabSurf do CBPF é um sistema destinado ao crescimento de filmes finos nanométricos, mono ou multicamadas, através da deposição do material do alvo no substrato por meio da técnica de *Magnetron Sputtering*. O CONFOCAL MS também é capaz de realizar limpeza ou erosão no substrato através da técnica de Desbaste Iônico (*Plasma Etching*), ou reação assistida a plasma (nitretação e oxidação). É possível a utilização de atmosfera inerte (argônio) ou reativa (nitrogênio ou oxigênio). A pressão de base atinge a região de alto vácuo (até 10^{-8} Torr), obtida através do acoplamento de duas bombas de vácuo isentas de óleo - sendo uma bomba espiral (*scroll pump*) e uma bomba turbomolecular. O sistema conta com 5 magnetrons, com

capacidade de expansão para até 7 magnetrons, que podem ser usados simultaneamente para formação de ligas por codeposição. Os magnetrons podem ser energizados com fonte DC ou RF, sendo o casamento de impedância feito por dispositivo automático. Para condicionamento do porta-amostra é possível polarizá-lo, aquecê-lo a até 800°C, ajustar sua altura e velocidade de rotação. Alguns dispositivos precisam ser refrigerados por água gelada, o que é feito por *chiller* em circuito de água fechado. O sistema conta com uma câmara de inserção de amostras (*Load-Lock*). Os dispositivos do sistema foram integrados e automatizados para trabalhar de forma coordenada, e visando garantir facilidade de operação e repetibilidade de produção. O programa foi desenvolvido em LabVIEW, e a comunicação com os dispositivos é feita através dos protocolos Modbus/TCP e serial RS-232. Um sistema de intertravamento impede a energização do sistema em caso tanto de falta de água quanto de qualidade de energia elétrica, ou ainda caso o botão de emergência esteja pressionado. A câmara de vácuo está envolvida com fitas térmicas para possibilitar seu aquecimento, objetivando melhoria na qualidade do vácuo após um período de aquecimento da câmara (*Bake*). A tampa da câmara de vácuo é aberta manualmente através de roldana fixada no teto. A Figura 3 mostra uma fotografia do CONFOCAL MS.

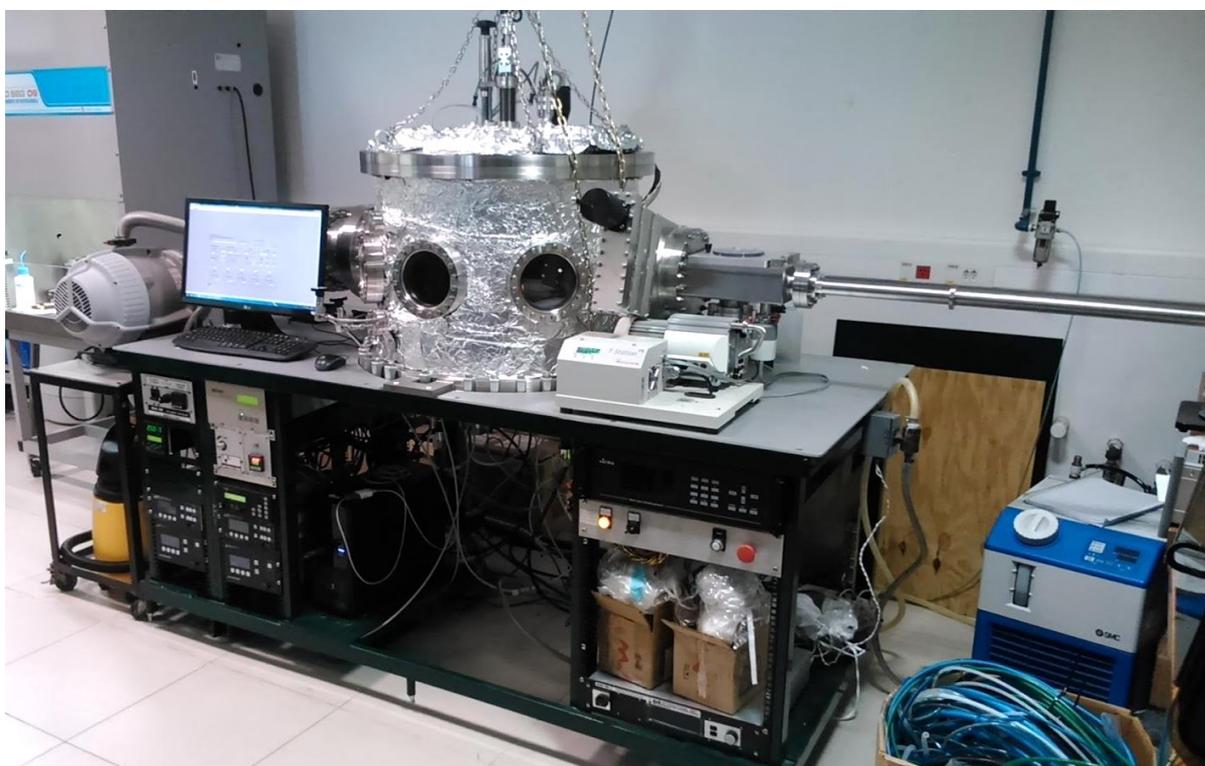


Figura 3 – O CONFOCAL MS

2 – Dispositivos do CONFOCAL MS

Neste capítulo será apresentado cada um dos dispositivos que compõem o CONFOCAL MS, além dos seus princípios de funcionamento, configurações e conexões com outros dispositivos. Informações detalhadas sobre o funcionamento de cada dispositivo podem ser encontradas nos manuais de instruções emitidos pelos seus respectivos fabricantes. A Figura 4 e a Figura 5 apontam o local de instalação dos dispositivos.

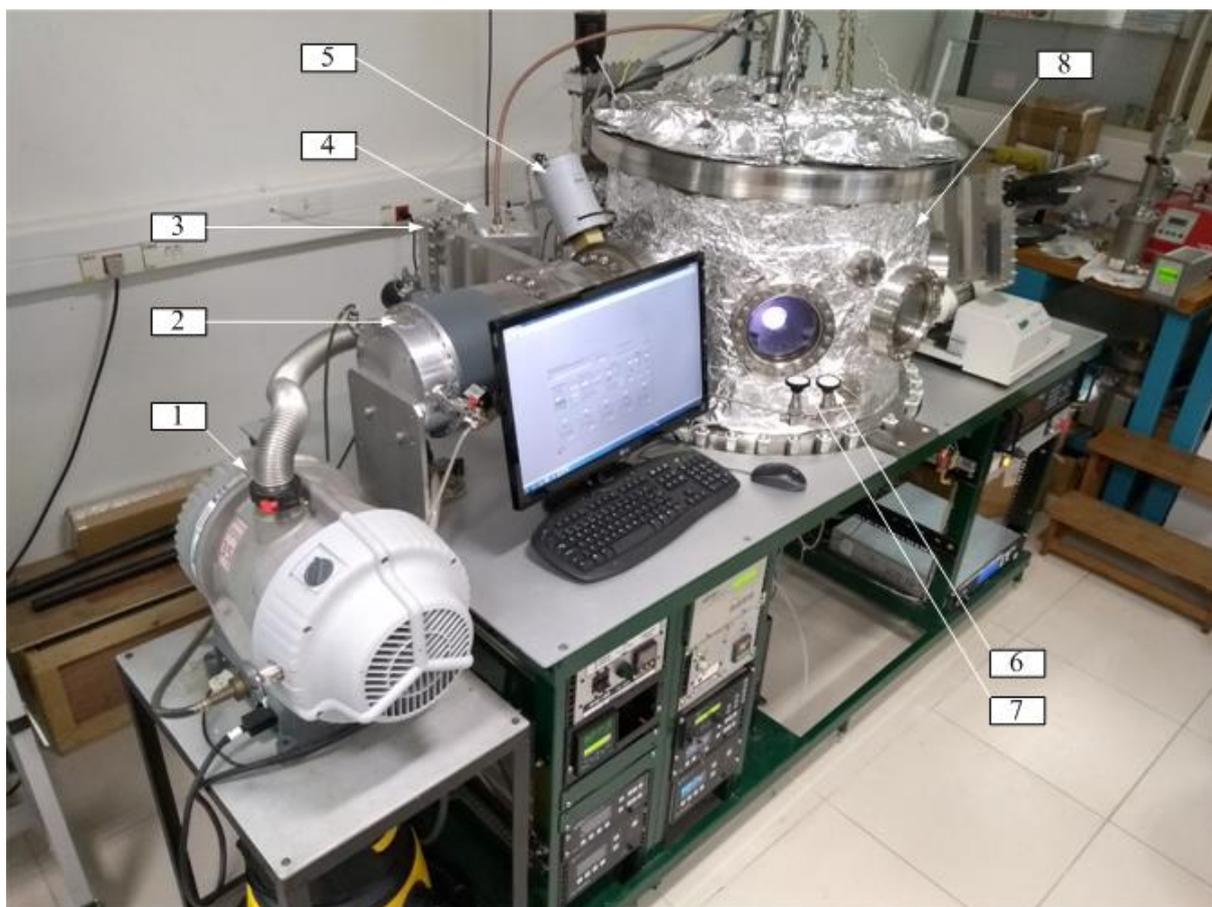


Figura 4 – Identificação dos dispositivos.

- | | |
|--|--|
| 1. Bombas Espiral Adixen XDS 35i | 5. Válvula Reguladora de Exaustão MKS 653B |
| 2. Bomba Turbomolecular Adixen ATH 1300M | 6. Válvula globo de nitrogênio/oxigênio |
| 3. Válvula Gaveta pneumática Edwards | 7. Válvula globo de Argônio |
| 4. Casador de Impedância AJA/SEREN AT-3 | 8. Câmara de Vácuo |

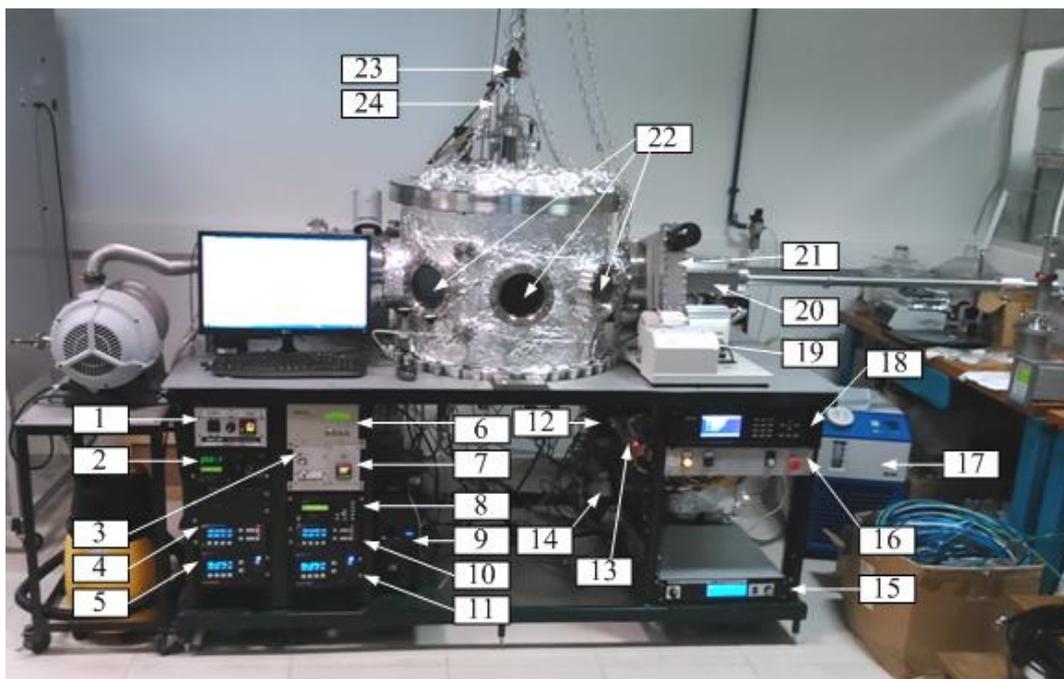


Figura 5 – Identificação dos dispositivos.

- | | |
|---|--|
| 1. Controlador de Temperatura AJA SHQ-15A | 13. Borneira |
| 2. Fonte e Leitor MKS PDR900 | 14. Manifold SMC |
| 3. Controlador do Motor do Porta-Amostra SXMC | 15. Fonte DC AJA/Sairem DC-XS 750 |
| 4. Controlador AJA/SEREN MC2 | 16. Painel de operação |
| 5. Fonte RF R301M | 17. Chiller |
| 6. Acionamento das bombas – Adixen ACT 1300 | 18. Controlador de gases MKS 647C |
| 7. Controlador de Temperatura SP-3 DC | 19. T-Station 75 |
| 8. Controlador de pressão MKS 651C | 20. Câmara de inserção de amostras (“Load-Lock”) |
| 9. Computador | 21. Válvula gaveta manual |
| 10. Controlador AJA/SEREN MC2 | 22. Janelas de Inspeção |
| 11. Fonte RF R301 | 23. Motor do porta-amostra |
| 12. MKS Macronode I/O | 24. Eixo de ajuste de altura do porta-amostra |

2.1 Bomba Espiral Adixen XDS 35i

A bomba espiral Adixen XDS 35i (Figura 6) é uma bomba de vácuo seca, uma vez que todos os rolamentos, com seu lubrificante de hidrocarbonetos, são isolados do espaço de vácuo. No corpo da bomba há uma espiral fixa e uma espiral orbital. A espiral orbital é movida pelo motor elétrico por um came excêntrico no eixo do motor. O movimento da espiral orbital, engrenado com a espiral fixa, forma sucessivos volumes moldados na bomba. O gás que entra na bomba pela admissão é comprimido pelo movimento da espiral orbital e é varrido em direção ao centro da espiral fixa. O gás comprimido entra na porta de exaustão próxima ao centro da espiral estacionária e é descarregado pela bomba na saída (EDWARDS, 2007).



Figura 6 – Bomba Adixen XDS 35i.
Extraído de (EDWARDS, 2007)

O mecanismo da bomba é acionado diretamente pelo motor elétrico trifásico. O motor é controlado por um inversor de frequência, que gerencia o suprimento de corrente para o motor de acordo com as condições de operação, e permite a bomba ser conectada em sistemas monofásicos.

A bomba XDS35i é projetada para rodar a partir da pressão atmosférica. Entretanto, se a pressão na admissão exceder 100mbar por um extenso período, o inversor poderá reduzir a velocidade do motor, acelerando-a novamente após a pressão ser reduzida. A pressão total final atingida pela bomba XDS35i ligada sozinha (ou seja, sem a bomba turbomolecular) é inferior a 0,01mbar (7,5mTorr). A bomba possui proteção térmica para prevenção de danos causados por sobre aquecimento. A Figura 7 identifica os componentes da bomba.

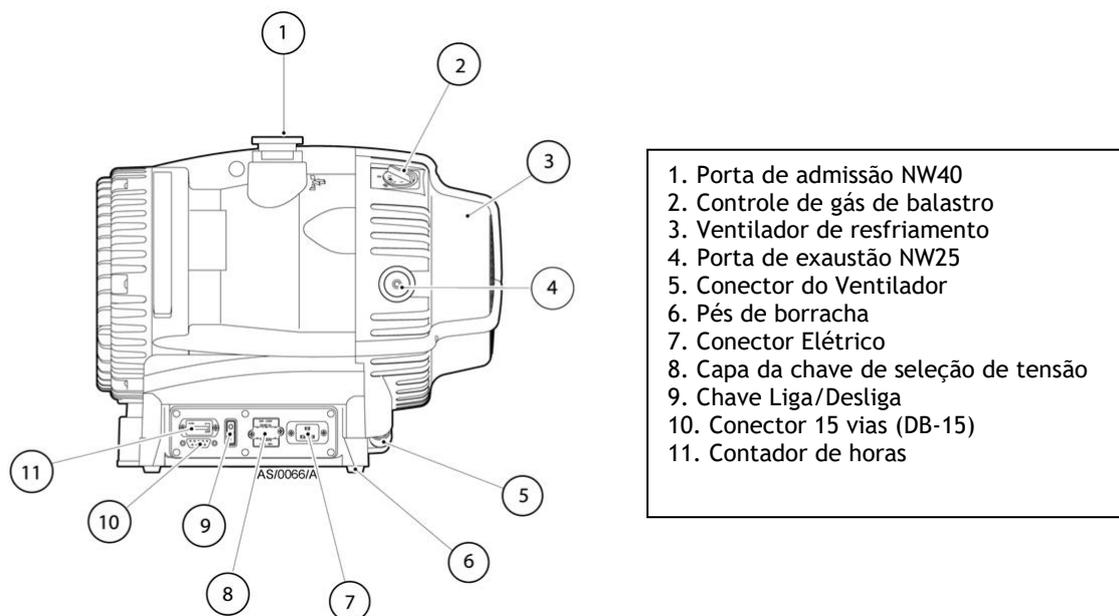


Figura 7 – Componentes da bomba Adixen XDS 35i.
Extraído de (EDWARDS, 2007) e modificado

O sistema de potência da bomba XDS35i está conectado em 220V. O comando de acionamento da bomba XDS35i é feito pelo controlador Adixen ACT 1300M, sendo a conexão elétrica deste comando de partida feita através do conector DB-15. Não há válvula entre os estágios primário (bomba mecânica) e secundário (bomba turbomolecular). A descarga da bomba está conectada em uma tubulação que leva os gases de exaustão para fora do laboratório onde o CONFOCAL MS está instalado. O único dispositivo conectado à bomba XDS35i é o controlador Adixen ACT1300M.

2.2 Bomba Turbomolecular Adixen ATH 1300M

A Adixen ATH 1300M é uma bomba turbomolecular usada para atingir pressões na região do ultra alto vácuo. Sua construção é semelhante à de uma turbina. No rotor está acoplado vários estágios de discos de lâminas. No estator, discos de lâminas com geometrias semelhantes estão interpostas, porém espelhadas (PFEIFFER, 2013). Sua construção impede que haja contaminação por óleo no interior da câmara de vácuo. A Figura 8 apresenta a bomba turbomolecular Adixen ATH 1300M, e detalha sua construção interna.

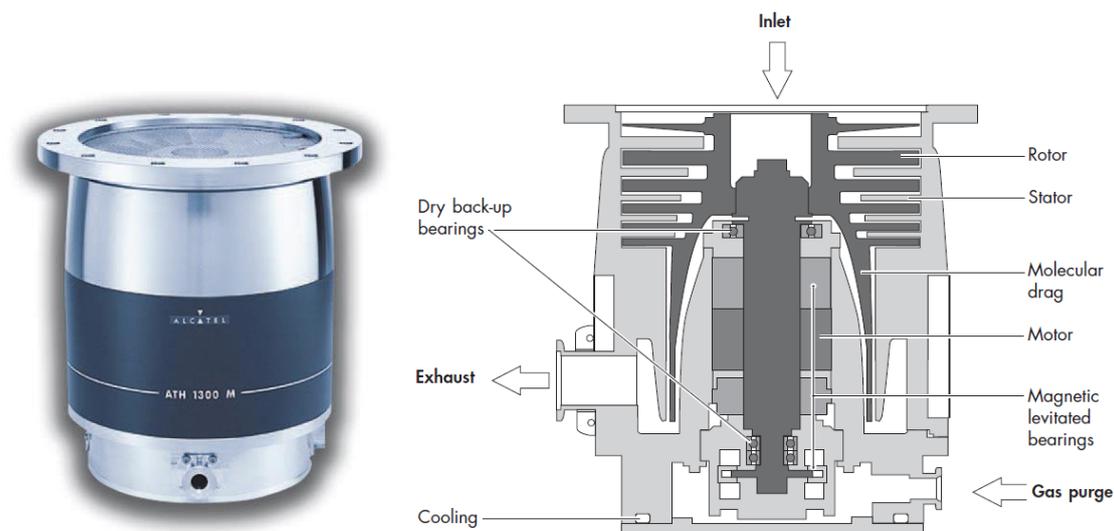


Figura 8 – Bomba turbomolecular ATH1300M, e seu detalhe construtivo interno.
Extraído de (ADIXEN, 2004)

O rotor é mantido suspenso por campos magnéticos gerados por ímãs, formando um mancal magnético. O rotor tem 5 eixos de liberdade monitorados por 5 mancais ativos. Os movimentos em relação a estes eixos são monitorados pelos sensores de posição. Conforme os dados de posição registrados, o controlador ACT1300M corrige as diferenças para trazer o rotor de volta a sua posição ótima, variando a corrente nos eletroímãs. A Figura 9 detalha o controle de posição do eixo do rotor.

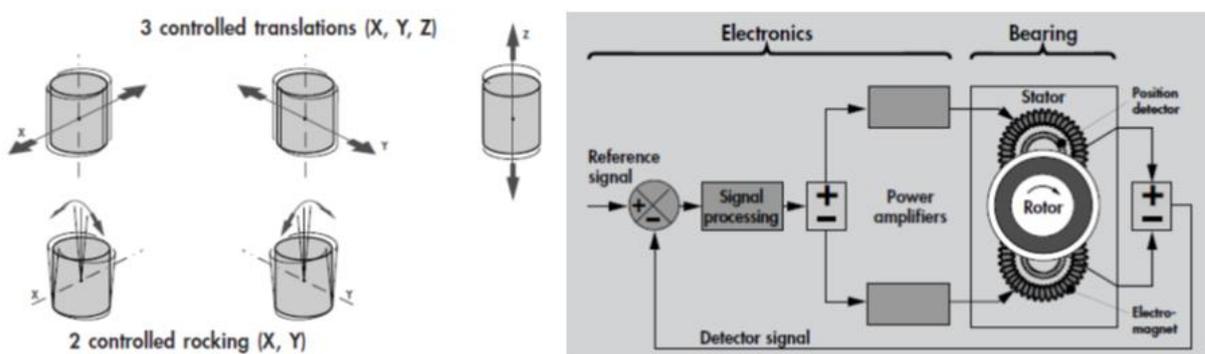


Figura 9 – Eixos de liberdade e diagrama de controle de posição do rotor.
Extraído de (ADIXEN, 2004)

A bomba turbomolecular Adixen ATH 1300M tem um sistema de balanceamento automático, que é um dispositivo eletrônico que monitora a posição do rotor, permitindo sua rotação em seu próprio eixo de inércia. Mudanças no balanço do rotor, devido ao depósito

acumulado durante o tempo de vida da bomba, são automaticamente compensadas pelo sistema de balanceamento automático. Portanto, o nível de vibração é baixo.

Os rolamentos reservas são cerâmicos e lubrificados a seco. Eles não são usados em operação normal, uma vez que o rotor não está em contato com os rolamentos. Os rolamentos reservas são usados somente para proteger a bomba contra entrada súbita acidental de ar, choques acidentais e falha de energia.

Por projeto, a bomba não inclui partes sujeitas a desgaste e não necessita manutenção preventiva. Entretanto, os rolamentos reservas usados em caso de desligamentos acidentais precisam ser substituídos se o controlador indicar. A porcentagem de tempo de aterrissagem a ser deduzida depende da frequência de uso.

Em caso de falha de energia o motor atua como um gerador, fornecendo energia suficiente para os mancais magnéticos. Quando a velocidade de rotação é menor que o mínimo *setpoint*, a bomba aterrissa e desliga nos rolamentos reservas.

A bomba turbomolecular é também um compressor. Como sua taxa de compressão é definida por projeto, seu limite de pressão é dado pelo limite de pressão da bomba primária.

2.3 Controlador Adixen ACT 1300M

O controlador ACT 1300M (Figura 10) é o controlador analógico da bomba turbomolecular Adixen ATH1300M. As funções de monitoramento da bomba turbomolecular Adixen ATH1300 estão integradas no controlador ACT 1300M. O ACT 1300M reconhece a bomba molecular ATH 1300 automaticamente (ADIXEN, 2006).



Figura 10 – Controlador Adixen ACT 1300M.
Extraído de (ADIXEN, 2006)

Além da conexão com a bomba turbomolecular ATH 1300, o controlador Adixen ACT 1300M está conectado à bomba espiral Adixen XDS 35i. O comando de partida da bomba espiral Adixen XDS 35i é enviado pelo ACT 1300M ao pressionar *Start* no painel de operação. O painel traseiro do ACT 1300M é apresentado na Figura 11, cuja legenda é: 1 - tomada de alimentação 220Vac, 2 - conector da bomba turbomolecular, 3 - Contatos dos relés, 4 - saída analógica 0-10V ou conexão RS-485 (não usado), 5 - conexão RS-232 (não usado), 6 - conector de entradas e saídas digitais, 7 - aterramento, 8 - conexão lonworks (não usado).

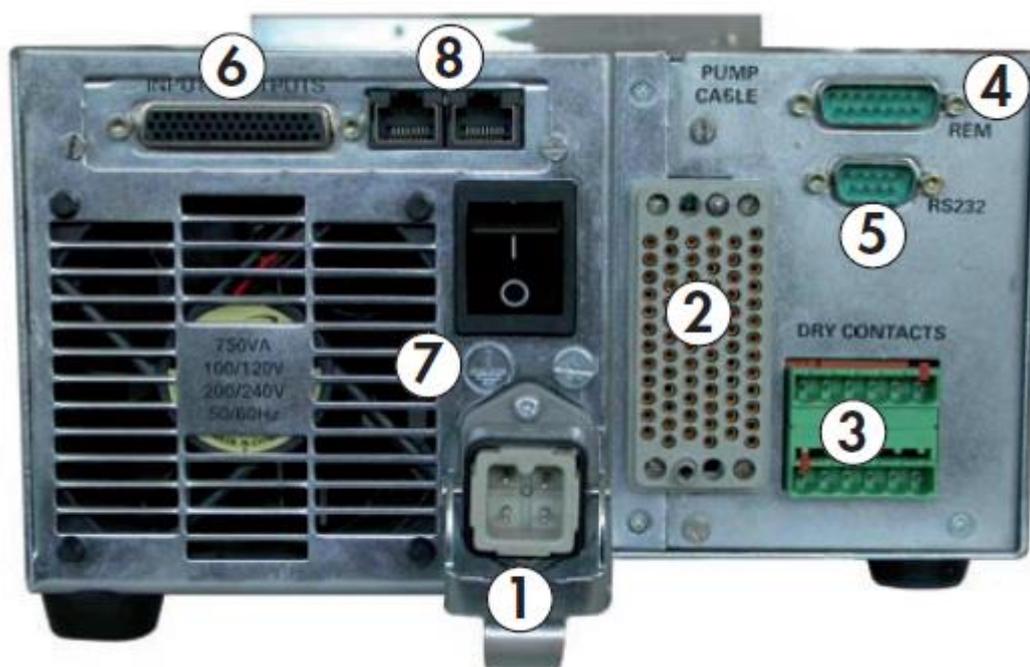


Figura 11 – Painel traseiro do ACT 1300M.
Extraído de (ADIXEN, 2006)

2.4 Transdutor Multi-Sensor MKS 999 Quattro

O Transdutor Multi-Sensor 999 Quattro (Figura 12) é um dispositivo para medição de pressão na faixa de 3×10^{-10} Torr até 1atm que inclui 3 sensores: catodo quente, micropirani e piezo, sendo que o piezo possibilita dois tipos de medida - diferencial ou absoluta. Cada um destes sensores tem uma faixa de pressão de trabalho, conforme apresentado na Figura 13, onde o eixo horizontal está na escala de mTorr.



Figura 12 – Transdutor Multi-Sensor MKS 999 Quattro.
Extraído de (MKS, 2004)

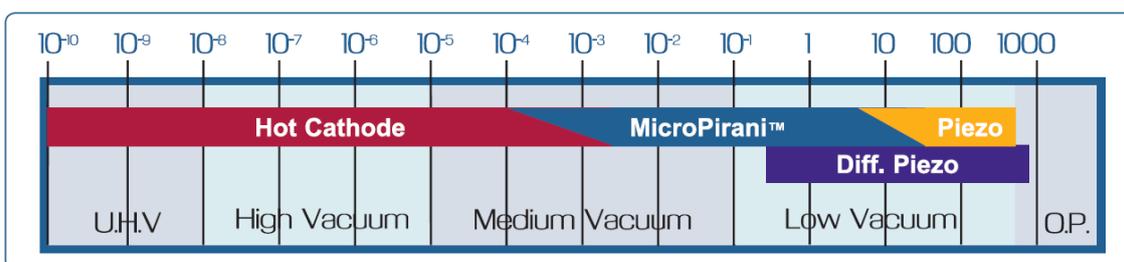


Figura 13 – Faixas de atuação de cada um dos sensores do 999 Quattro.
Extraído de (MKS, 2004)

O Transdutor 999 Quattro é uma combinação de 3 diferentes tipos de sensores de pressão: catodo quente, piezo e micropirani. O sensor de catodo quente mede a pressão indiretamente a partir de correntes iônicas, que são proporcionais à pressão e à probabilidade de ionização. O sensor micropirani mede a pressão indiretamente como um manômetro que infere a pressão de um gás medindo a perda térmica a partir de um fio aquecido. O Piezo mede a pressão através do movimento mecânico de um diafragma (MKS, 2005).

O sensor de ionização de catodo quente usa elétrons termiônicos – ou seja, elétrons emitidos a partir de um filamento quente (corrente de emissão) – para criar íons em um volume definido. Em sua passagem a partir do catodo através do volume de gás os elétrons colidem com átomos ou moléculas do gás, formando íons. O número de moléculas de gás ionizadas depende da energia dos elétrons ionizantes, tipicamente em torno de 150eV, e as probabilidades de ionização dos gases constituintes. A quantidade total de ionização é relacionada à

concentração molecular. Os íons são acelerados para um eletrodo coletor, onde eles criam uma corrente (corrente de coletor) em um circuito, que inclui um eletrômetro. A corrente medida é proporcional à densidade do gás, que em troca é diretamente relacionada à pressão, fornecidos os outros parâmetros que são mantidos constantes, como a temperatura. A resposta às mudanças na pressão em tal dispositivo é virtualmente instantânea. Matematicamente, a pressão é relacionada à corrente iônica (ou, corrente de coletor) pela relação:

$$P = I_c / (K \times I_e)$$

onde:

P é a pressão (ex.: Torr),

I_c é a corrente de coletor (A),

I_e é a corrente de emissão (A),

K é a constante de sensibilidade (ex.: no caso de catodo quente, a sensibilidade é 12/Torr), que é dependente da geometria do elemento sensor e dos potenciais do eletrodo.

A figura abaixo apresenta um exemplo de sensor catodo quente para ilustração, porém não se trata do sensor 999 Quattro.



Figura 14 – Sensor Catodo Quente

Extraído de <https://www.mksinst.com/f/nude-hot-cathode-ionization-pressure-vacuum-sensor>

O sensor Piezo consiste em uma ponte de elementos piezoresistivos em um diafragma, conforme apresentado na Figura 15, que alteram suas resistências proporcionalmente à pressão aplicada no sensor. A mudança na resistência em um semiconductor monocristalino (efeito piezoelétrico) é substancialmente maior que em um medidor de tensão (*strain gauge*) padrão. A resistência em um semiconductor dopado é alterada por uma compressão ou estiramento na rede cristalina que pode ser produzida por deformações mecânicas extremamente baixas. As vantagens dos sensores piezoelétrico são a alta sensibilidade, a linearidade, e sua deformação praticamente livre de histerese. A desvantagem é sua variação não-linear em relação à temperatura, porém, os circuitos eletrônicos têm uma compensação de temperatura para corrigir essas variações. O sensor Piezo mede pressão diretamente e é independente do tipo de gás. O 999 Quattro usa um Piezo diferencial referenciado à pressão atmosférica. Isso garante uma adequada operação de chaveamento de atmosfera sob pressões ambientais externas variantes causadas por ambientes pressurizados, como salas limpas, por exemplo.

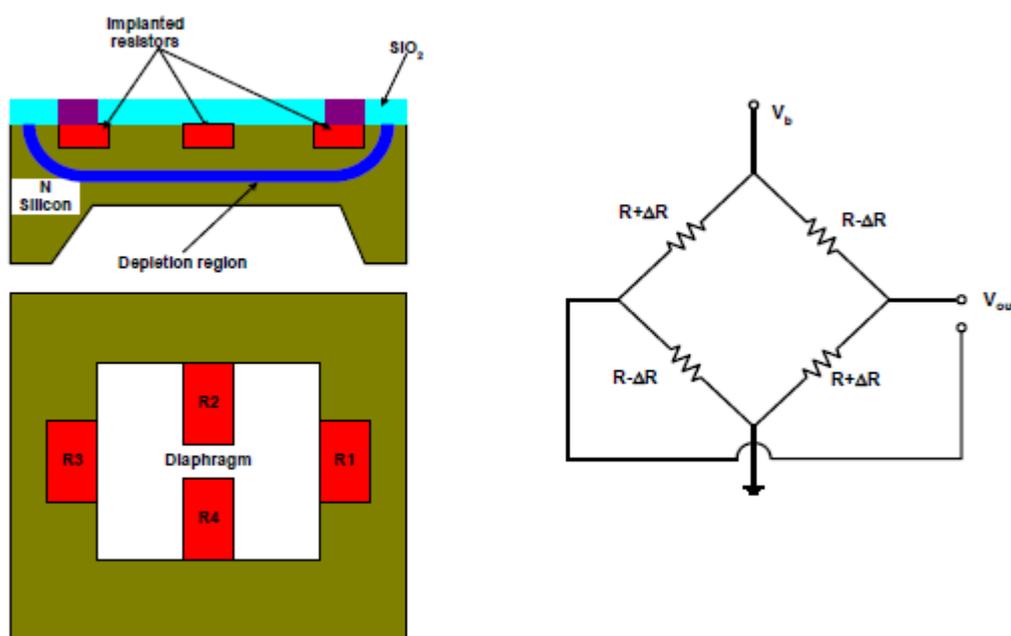


Figura 15 – Ponte de elementos piezoelétricos.
Extraído de (MKS, 2005)

O Sensor Pirani é um tipo de sensor de condutividade térmica. Ele consiste em um fio quente suspenso por suportes. Este fio perde energia térmica de 3 formas:

- Condutividade térmica pelo gás, que é dependente da pressão
- Perda terminal para os suportes

- Radiação para as superfícies circundantes

Sensores Pirani usam o transporte de gás dependente em pressão a partir de um fio quente para medir pressão. Perdas por radiação e terminais atuam como sinais de erro e determinam o limite de pressão inferior do sensor. Otimizando parâmetros operacionais do comprimento do fio e da área de superfície, emissividade térmica, condutividade térmica, e temperatura do fio podem reduzir erros de variação e de condição. Um sensor Pirani padrão geralmente tem um limite de leitura inferior em torno de 10^{-3} Torr devido à perda de sinal por perda por condução e erro de radiação.

As funções do sensor micropirani são as mesmas de um sensor Pirani tradicional, mas ao invés de um fio aquecido, um filme fino de elemento resistivo de níquel é depositado em um substrato de silício. Este filamento aquecido é mantido em uma temperatura constante acima da temperatura ambiente do substrato. Um sensor micropirani de estado sólido tem diversas vantagens sobre o sensor Pirani baseado em fio. Os parâmetros operacionais são controlados e otimizados para reduzir a “perda nos terminais” (end loss) e erros por radiação; os sensores integrados de temperatura melhoram o desempenho de compensação de temperatura; e a pequena geometria reduz o tempo de atraso térmico, garantindo tempo de resposta mais rápido. Estes melhoramentos permitem o sensor micropirani a operar até 10^{-5} Torr, duas décadas abaixo dos sensores Pirani tradicionais. A distância reduzida entre o filamento quente e o substrato frio aumenta a faixa de medida de pressão nas regiões de alta pressão. A Figura 16 apresenta a construção interna do sensor micropirani.

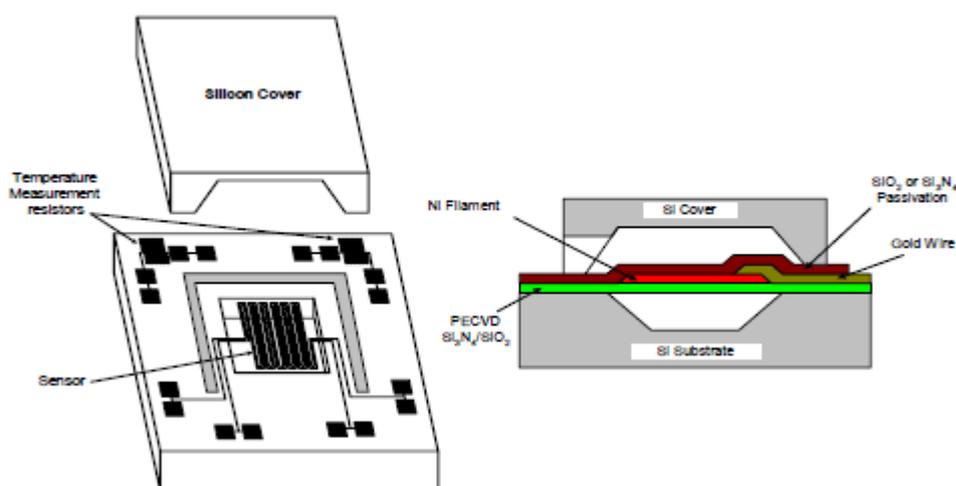


Figura 16 – Construção interna do sensor Pirani.
Extraído de (MKS, 2005)

A Figura 17 mostra a vista superior do MKS 999 Quattro, mostrando seus dois botões. Um dos botões atua o degasamento, e o outro seleciona o filamento. Entretanto, ambos os comandos podem ser feitos pelo MKS PDR 900, que também é quem alimenta o 999 Quattro. O 999 Quattro tem 2 filamentos de catodo quente, selecionado através do PDR 900, e está calibrado para medida de pressão de nitrogênio. Portanto, ao injetar argônio ou qualquer outro gás na câmara, este medidor perderá a referência, e sua medida não terá exatidão.

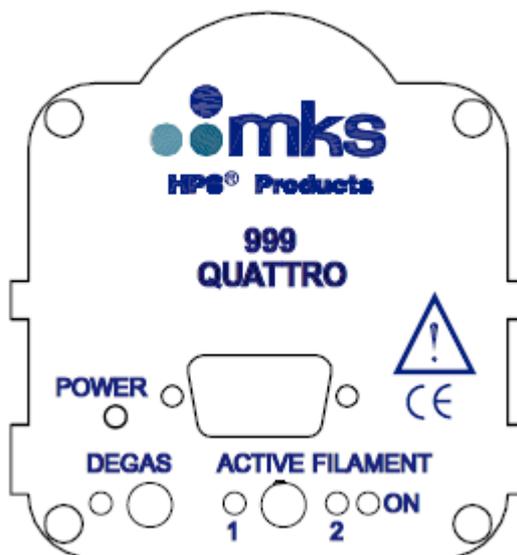


Figura 17 – Vista superior do MKS 999 Quattro
Extraído de (MKS, 2005)

A sensibilidade do sensor de catodo quente pode variar se os elementos sensores estiverem contaminados pelos gases do processo. Isto se torna mais problemático quanto mais baixa for a pressão medida (na faixa de 10^{-8} Torr). Para livrar os elementos sensores do excesso de gases do processo, o sensor deve ser periodicamente degasado. O catodo quente usa degasamento por bombardeamento de elétrons para remover gás adsorvido no sensor. A pressão ainda pode ser medida durante o procedimento de degasamento, mas, devido à brusca saída do gás dos elementos sensores, a pressão do sensor pode ser significativamente maior que a pressão do sistema. O degasamento somente é ativado se a pressão indicada for inferior a 10^{-5} Torr. Quando o degasamento é ligado, é provável que a pressão do sensor aumente para valores além de 1×10^{-4} Torr. Quanto a pressão ultrapassar 1×10^{-4} Torr, o degasamento será momentaneamente desligado, e novamente religado quando a pressão cair novamente para baixo de 1×10^{-4} Torr.

A temperatura dentro do catodo quente cresce durante o degasamento. Portanto, para manter a vida útil do componente, o tempo de degasamento deve ser mantido o mais baixo possível, terminando automaticamente após 30 minutos. Quando a pressão indicada no sensor cair de volta aos valores anteriores ao degasamento, não há mais benefício em manter o degasamento ativo. O degasamento não deve ser realizado mais que 30 minutos a cada 4 horas.

Existe uma configuração de setpoint de pressão realizada através do PDR 900. Este limite de pressão é utilizado como intertravamento para energizar as fontes DC e RF, pois estas fontes só podem ser ligadas se houver vácuo na câmara.

2.5 Fonte e Leitor MKS PDR900

O PDR900 é uma fonte e um leitor para uso em conjunto com transdutor 999 Quattro. Ele fornece alimentação elétrica para o transdutor 999 Quattro, disponibiliza a leitura da medida de pressão, e pode ser usado para configuração e ajustes dos parâmetros do transdutor através da interface com o usuário, além de fornecer ferramentas de diagnóstico. O PDR900 e o transdutor 999 Quattro se comunicam por interface serial, eliminando erros de medida por ruídos. Esta comunicação não exige configuração por parte do usuário. A Figura 18 mostra o painel frontal do MKS PDR900.



Figura 18 – Painel frontal do MKS PDR900.
Extraído de (MKS, 2010)

O controlador PDR900 identifica automaticamente o transdutor conectado (999 Quatro) ao ser energizado, inicializando a interface somente com menus relevantes para o transdutor identificado.

O PDR900 tem 3 relés cuja atuação é definida pelo usuário. O relé 1 está configurado para atuar quando atinge a pressão de 1×10^{-2} Torr, e está conectado (através dos pinos 1 e 3) no contator do circuito de potência da fonte. Logo, as fontes serão energizadas somente se a pressão na câmara for inferior a 1×10^{-2} mTorr. O indicador de *setpoint* 1 iluminará na cor verde quando estiver energizado (pressão na câmara inferior a 1×10^{-2} mTorr), e vermelho em caso contrário. A Figura 19 mostra o painel traseiro do PDR 900.

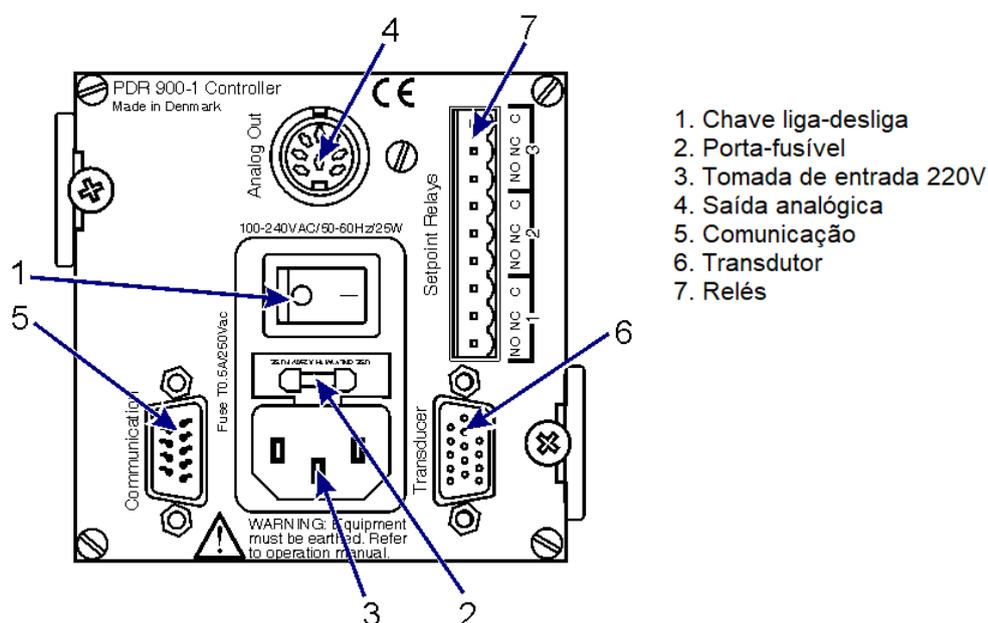


Figura 19 – Painel traseiro do PDR 900.
Extraído de (MKS, 2010) e modificado

O PDR900 não está conectado com o computador, portando não há leitura da pressão de base no programa desenvolvido em LabVIEW

2.6 Transdutor de Pressão Absoluta MKS 627B Baratron

O MKS 627B Baratron (Figura 20) é um manômetro capacitivo, um transdutor de pressão absoluta que atua na faixa de 0 a 100mTorr, com exatidão de 0,15% da medida. As medidas são independentes da composição do gás e são estáveis à variação de temperatura na pressão de operação. Um sistema transdutor de pressão completo requer três componentes para

converter pressão em saída de tensão DC linear: o elemento sensor, o condicionador de sinais e uma fonte. O 627B *Baratron* contém dois dos componentes requeridos: o elemento sensor e o condicionador de sinais.



Figura 20 – *Baratron*.
Extraído de (MKS, 2010)

O transdutor 627B *Baratron* é um sensor de capacitância variável que consiste em um tubo de entrada de pressão (porta) conectado a uma pequena câmara no corpo do transdutor. Uma parede desta câmara é um elástico diafragma de metal. O lado frontal do diafragma é exposto ao gás cuja pressão deve ser medida. O transdutor expõe ao processo apenas o *Inconel* (uma superliga austenítica baseada em cromo e alumínio, resistente à corrosão e oxidação), permitindo o uso com gases sujos e corrosivos, e eliminando a contaminação do processo com materiais do transdutor. O verso do diafragma, ou lado de referência do diafragma, está voltado para um disco de cerâmica montado rigidamente contendo dois eletrodos. O lado de referência é permanentemente evacuado (10^{-7} Torr) e seu vácuo é mantido com um sistema químico de absorção do tipo *getter*. O diafragma desvia com a mudança da pressão absoluta, independentemente do tipo e da composição do gás. Esta deflexão provoca um desequilíbrio de capacitâncias do eletrodo do sensor, uma vez que a distância até o diafragma é agora diferente para cada eletrodo. A Figura 21 apresenta um desenho do funcionamento mecânico do *Baratron*.

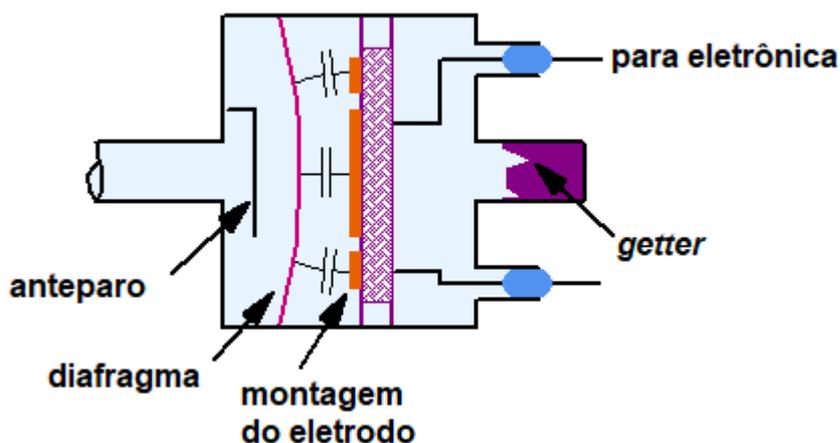


Figura 21 – Construção interna do *Baratron*.
Extraído de (MKS, 2010)

O desequilíbrio das capacitâncias é convertido em uma tensão DC no circuito ponte. O condicionador de sinal contém um circuito de ponte balanceada de baixa impedância, autocompensada para estabilidade térmica à mudança de temperatura ambiente. Esta ponte é excitada por um oscilador de frequência constante de precisão. O sinal resultante é então linearizado, zerado e amplificado via eletrônica do condicionador de sinal, para produzir um sinal de 0 a 10 Vcc escalonado para o alcance do transdutor (100mTorr). A temperatura do sensor e da eletrônica da ponte é controlada para melhor estabilidade de zero e alcance. A Figura 22 apresenta um diagrama de blocos da eletrônica do *Baratron*.

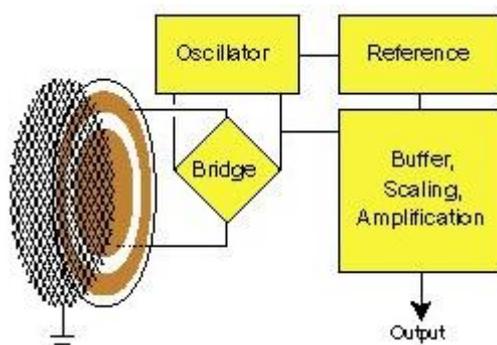


Figura 22 – Diagrama de blocos do circuito eletrônico do *Baratron*.
Extraído de (MKS, 2010)

A eletrônica está localizada adjacente ao sensor. A eletrônica contém um oscilador senoidal preciso que aciona o circuito da ponte. Um desbalanceamento na capacitância do eletrodo sensor produz uma saída diferencial que é amplificada pelo *buffer*. O *offset*, ganho e linearidade da saída são ajustadas pelos potenciômetros de zero, *span* e linearidade. Os

potenciômetros são cobertos, e devem ser ajustados somente por pessoas treinadas quando efetuarem uma calibração onde o transdutor pode ser comparado com um padrão de referência. A Figura 23 mostra a posição do circuito eletrônico no *Baratron*.

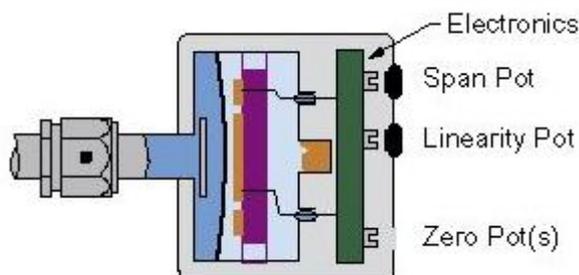


Figura 23 – Posição do circuito eletrônico do *Baratron*.
Extraído de (MKS, 2018)

A pressão é determinada medindo a mudança na capacitância entre o diafragma de metal e um eletrodo duplo fixo adjacente. O diafragma radialmente tensionado fornece histerese muito baixa, excelente repetibilidade e uma notável alta resolução (1×10^{-5} do fundo de escala), resposta rápida e a capacidade de medir pressões extremamente baixas. Se uma alta sobrepressão é aplicada ao manômetro, o diafragma vai assentar no substrato do eletrodo, prevenindo dano permanente no sensor. Pressão além da faixa permitida pode causar falha mecânica interna ou mudanças significativas no zero.

Para efeito de estabilização térmica, e, conseqüentemente, estabilização da medida de pressão, é recomendado aguardar 4h após energizar o 627B *Baratron*. O ajuste de zero deve ser feito somente após este tempo, para melhor exatidão da medida.

O 627B *Baratron* requer ajuste de zero rotineiramente. Preferencialmente, o ajuste de zero deverá ser feito através do MKS 651C (passando o controle para local através da chave e pressionando o botão de zero). Entretanto, também é possível fazer o ajuste de zero através do potenciômetro no 627B *Baratron*, conforme instruções disponíveis no manual do dispositivo. A pressão na câmara deve ser inferior a 1×10^{-6} Torr antes de efetuar o procedimento de ajuste de zero. A Figura 24 apresenta a vista superior do *Baratron*, mostrando os componentes para ajuste manual do zero c. A figura também mostra o conector “DB-15” de interface, para alimentação do *Baratron* e leitura do sinal. Por padrão, o CONFOCAL MS foi montado com o *Baratron* conectado no Controlador de Pressão MKS 651C, entretanto, é possível conectá-lo também no Controlador de Gases MKS 647C.

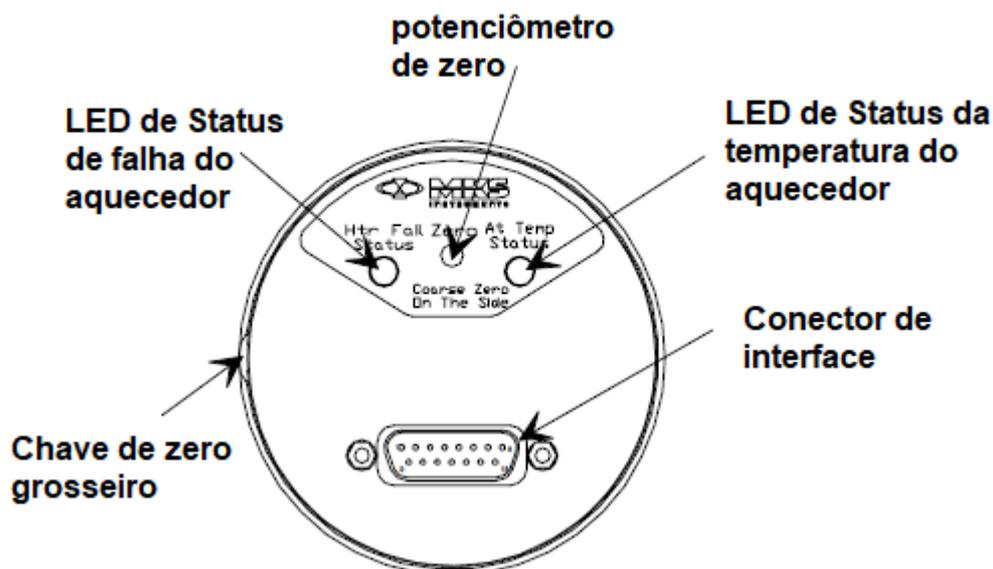


Figura 24 – Vista superior do *Baratron*.
Extraído de (MKS, 2018) e modificado

2.7 Controlador de Pressão MKS 651C

O Controlador de Pressão MKS 651C (Figura 25) é o dispositivo que controla a pressão de trabalho na câmara através da medida de pressão absoluta feita pelo MKS 627B *Baratron* e pela atuação da Válvula Reguladora de Exaustão MKS 653B. O Controlador de Pressão MKS 651C é uma fonte e um leitor do MKS 627B *Baratron*, assim como é também uma fonte e um controlador da Válvula Reguladora de Exaustão MKS 653B.



Figura 25 – Controlador de Pressão MKS 651C.
Extraído de <https://www.mksinst.com/f/651c-pressure-controller>

Seu recurso de aprendizagem ajusta automaticamente os parâmetros necessários para o controle da Válvula de Exaustão MKS 653B, conforme as características do sistema. Esse recurso leva em consideração as constantes de tempo, a função de transferência e o ganho da válvula, a velocidade da bomba e demais parâmetros importantes na determinação das características do sistema.

A Figura 26 mostra o painel frontal do Controlador de Pressão MKS 651C. Há uma chave de bloqueio de teclas usada para selecionar entre controle local (pelo painel frontal) ou remoto (pelas interfaces do painel traseiro). A chave pode bloquear os controles do painel frontal como uma medida de segurança para evitar entradas de comandos acidentais. No CONFOCAL MS, esta chave deve estar na posição *Remote* para a correta integração com os demais dispositivos, principalmente porque a escrita e leitura de dados pelo computador só funcionará se a chave estiver nesta posição. Porém, para zerar o sensor MKS *Baratron* 627B, a chave deve estar na posição *Local*. A exibição da janela padrão no painel frontal mostra a leitura da pressão e a posição da válvula (% aberta). A leitura da pressão pode ser exibida em unidades de Torr, mTorr, mbar, μ bar, Pascal, kPa, cmH₂O ou inH₂O. Cinco pontos de ajuste configuráveis são fornecidos, cada um com a opção de ser configurado para controle de pressão ou posição. As funções de abertura, fechamento e parada da válvula também são fornecidas no painel frontal para uso na configuração do sistema e no diagnóstico. O Controlador de Pressão MKS 651C contém um módulo de memória alimentado por bateria que armazena informações de configuração do sistema enquanto a energia estiver desligada.

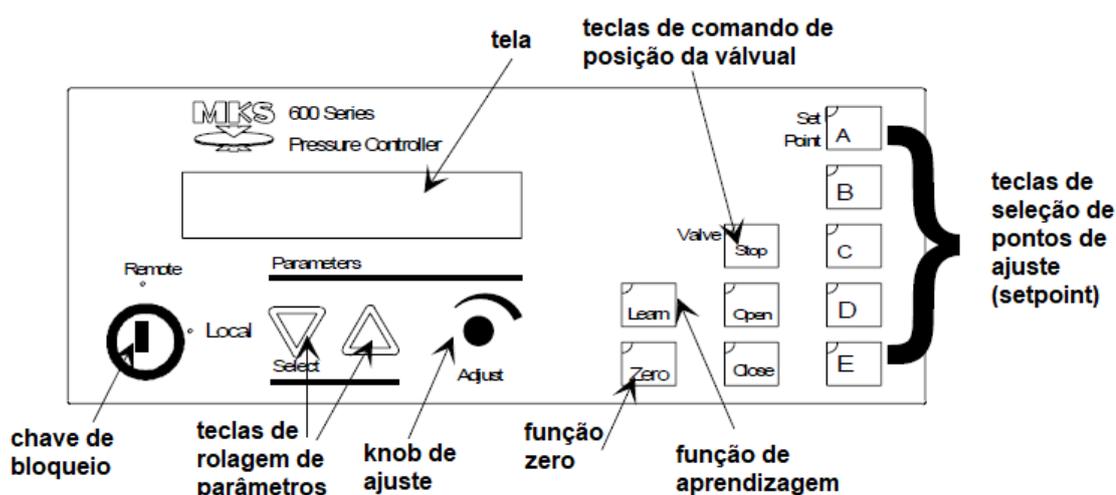


Figura 26 – Painel frontal do MKS 651C
Extraído de (MKS, 2011) e modificado

A Figura 27 mostra o painel traseiro do Controlador de Pressão MKS 651C. No “conector da válvula” conecta-se a Válvula Reguladora de Exaustão MKS 653B. No “conector do transdutor”, conecta-se o Transdutor de Pressão Absoluta MKS 627B *Baratron*. O “conector de Entrada/Saída” não foi utilizado, pois, no CONFOCAL MS, a interface com o computador é feita pela comunicação serial RS-232.

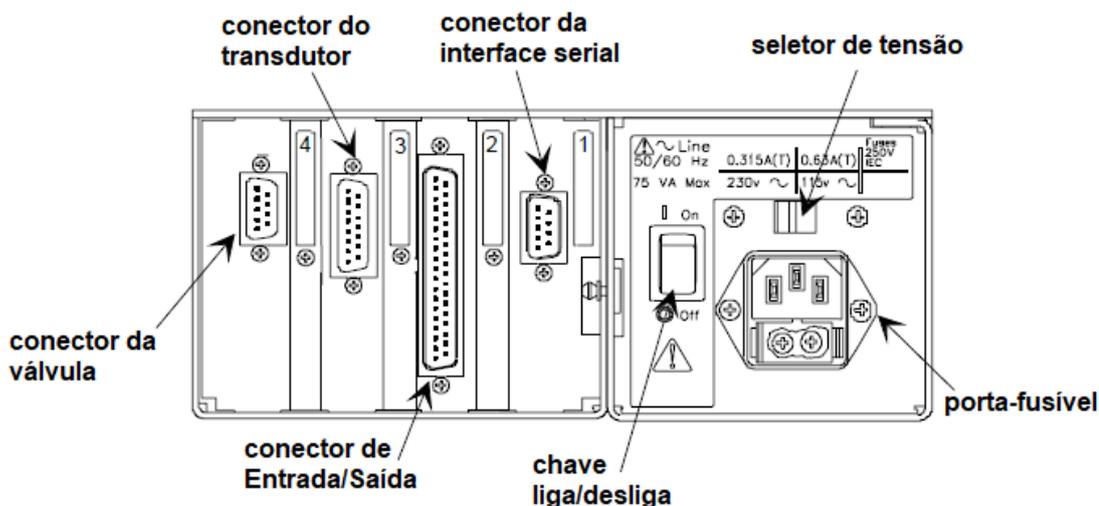


Figura 27 – Painel traseiro do MKS 651C.
Extraído de (MKS, 2011) e modificado

2.8 Válvula Reguladora de Exaustão MKS 653B

A Válvula Reguladora de Exaustão MKS 653B é o dispositivo atuador para controle da pressão de trabalho na câmara. Ela é alimentada e controlada pelo Controlador de Pressão MKS 651C. O posicionamento da válvula é obtido pelo avanço do *flapper*. A válvula possui um indicador de posição do *flapper* para verificação do ângulo da válvula. O indicador também atua como um limite mecânico para evitar a excursão do *flapper* para além das posições aberta e fechada. O corpo da válvula é construído em aço 316L, e pode ser limpo usando a química apropriada para remover contaminações do processo. Deve-se atentar que a pressão diferencial máxima na válvula não deve ultrapassar 1 atm (15psig). A Figura 28 apresenta Válvula Reguladora de Exaustão MKS 653B.

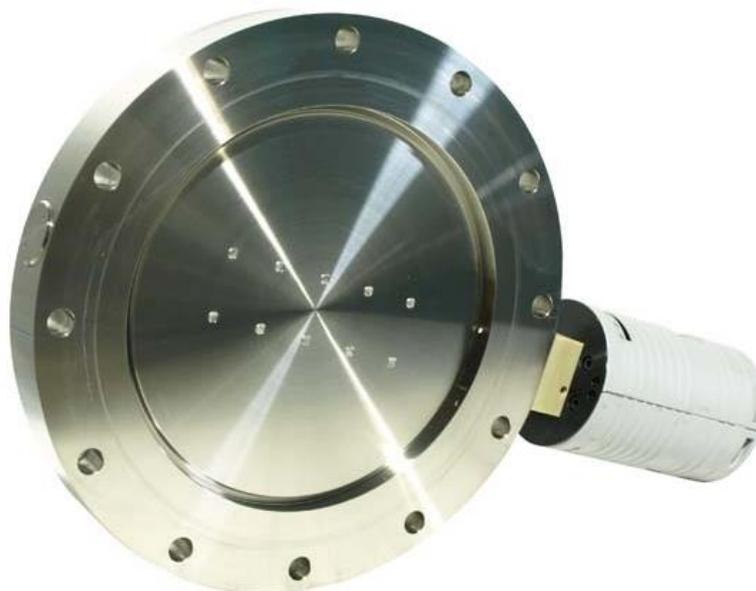


Figura 28 – Válvula Reguladora de Exaustão MKS 653B.
Extraído de (MKS, 1998)

Uma malha de controle em malha fechada é formada por 3 componentes: sensor, controlador e atuador. A Válvula Reguladora de Exaustão 653B é um atuador, o MKS 627B *Baratron* é o sensor desta malha, e o MKS 651C o controlador. O MKS 627B *Baratron* mede a pressão na câmara, que é comparada com o ponto de ajuste (*setpoint*) desejado no controlador de pressão 651C, que por sua vez comanda a válvula 653B abrir ou fechar, ajustando a pressão na câmara ao ponto desejado.

A Válvula Reguladora de Exaustão 653B, como toda as válvulas desse tipo, tem uma relação não-linear entre posição e vazão. A função de aprendizagem do Controlador de Pressão 651C fornece o melhor ajuste de parâmetros para esta característica da Válvula Reguladora de Exaustão 653B.

2.9 Controlador e Medidor de Vazão Mass-Flo

Mass-Flo® é uma linha de medidor (179A) e controlador de vazão mássica (1179A) de gases fabricado pela MKS. O MKS 1179A é um controlador de vazão mássica de gás, que por si só, mede, controla e atua na vazão mássica do gás. Ele está conectado na tomada de argônio, e seu alcance é de 100 SCCM. O MKS 179A, por sua vez, é somente um medidor. O *Mass-Flo* 179A instalado no CONFOCAL MS está calibrado para óxido nitroso (N_2O), mas pode ser

usado para medir vazão mássica de gás oxigênio (O₂) ou gás nitrogênio (N₂). A Figura 29 apresenta um *Mass-Flo*.



Figura 29 – *Mass-Flo*.

Extraído de <https://www.mksinst.com/f/1179c-mass-flow-controller>

Ambos os *Mass-Flo* usam um dispositivo de fluxo laminar cuja indicação precisa de fluxo de massa é obtida através do uso de um elemento de *bypass* em paralelo com um tubo sensor, cuja geometria garante vazão laminar na região de detecção. Ao entrar no *Mass-Flo*, a corrente de gás passa primeiro pela seção de medição do instrumento, para que sua vazão mássica seja medida. Esta é a única seção do instrumento para o caso do *Mass-Flo* 179A, que é somente um medidor. A seção de medição consiste em um dos seguintes itens:

- Um tubo sensor para alcance <10 SCCM (equivalente N₂)
- Um tubo sensor e desvio paralelo para faixas >10 SCCM (equivalente N₂)

A medição de vazão é baseada na transferência diferencial de calor entre os elementos aquecedor e sensor de temperatura, que estão posicionados simetricamente ao tubo sensor. Com isso, encontra-se o movimento de massa térmico, que é convertido para vazão mássica sabendo-se o calor específico do gás. O sinal resultante é amplificado para fornecer uma saída 0-5Vdc que é proporcional à vazão mássica.

Para o caso do *Mass-Flo* 1179A, o circuito de controle fornece corrente de acionamento para a válvula de controle proporcional. O controlador de vazão compara o sinal do ponto de ajuste (setpoint) com o seu próprio sinal de vazão, e gera um sinal de erro. Este sinal de erro é então condicionado por um controlador PID (Proporcional-Integral-Derivativo) e amplificado, de forma a poder reposicionar a válvula de controle, reduzindo assim o erro do controlador para dentro da especificação de resolução do instrumento. O gás se move através da válvula de

controle para que sua taxa de vazão mássica seja regulada de acordo com o ponto de ajuste (*setpoint*) especificado. Em seguida, o gás sai do instrumento com a taxa de vazão mássica estabelecida no ponto de ajuste. Como a válvula de controle é normalmente fechada, a unidade 1179 puxa o plugue para fora do assento para regular a vazão de gás. A Figura 30 apresenta o diagrama do *Mass-Flo* 1179A.

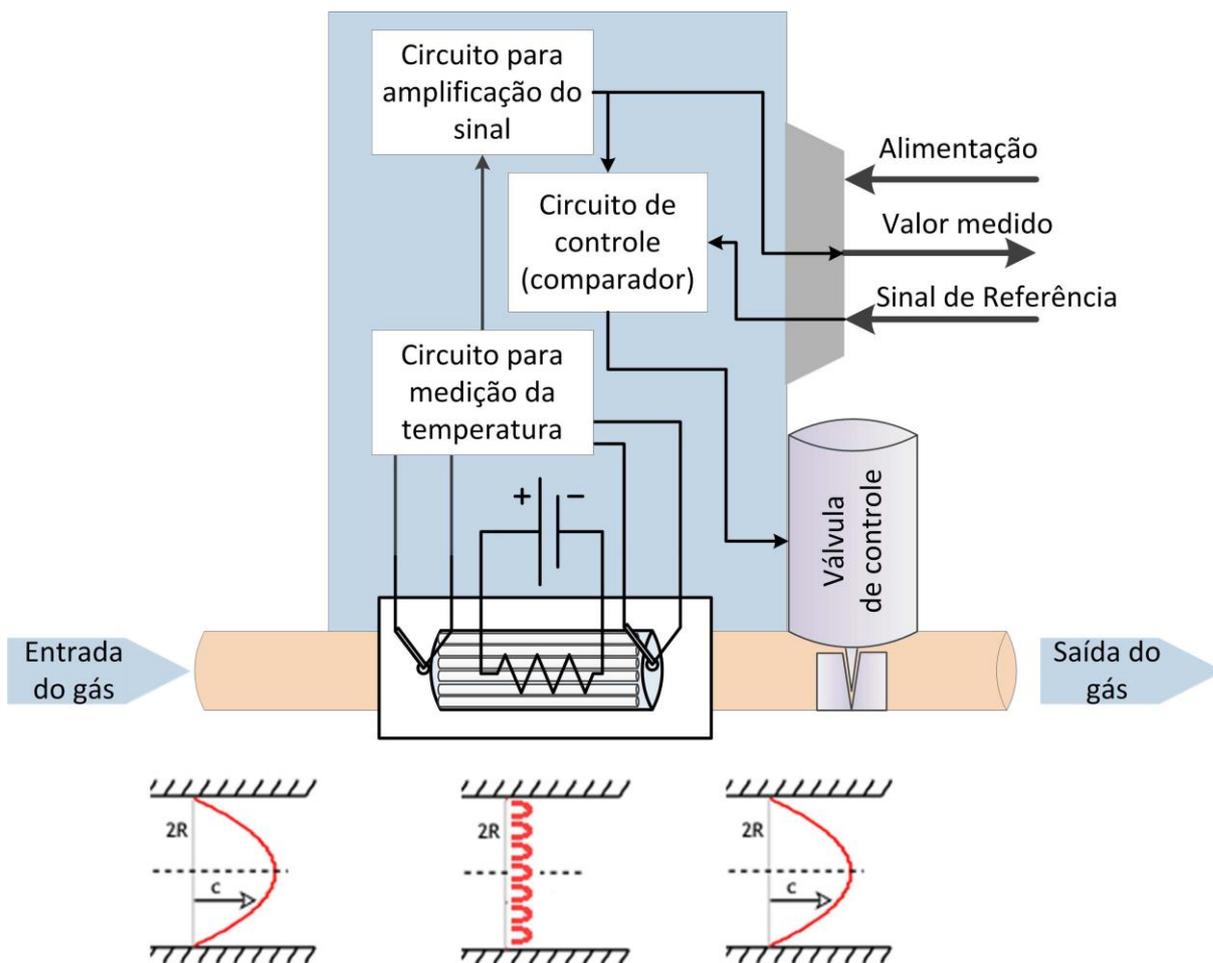


Figura 30 – Diagrama do controlador *Mass-Flo* 1179A.
Extraído de (SENDÃO, 2014)

O controlador de fluxo 1179 mede a taxa de fluxo de massa de um gás e controla a taxa de fluxo de acordo com um determinado ponto de ajuste (*set point*). A faixa de controle é de 2 a 100% do fundo de escala com uma precisão de $\pm 1\%$ do fundo de escala.

O Controlador de Vazão MKS 1179A e o Medidor de Vazão MKS 179A (*Mass-Flo*) estão conectados ao Controlador de Gases MKS 647C, para exibição de leitura, definição de

setpoint de vazão, envio de comandos e energização dos *Mass-Flo*. Ambos os modelos têm válvulas normalmente fechadas.

Para melhor exatidão e repetibilidade, deve-se verificar o ajuste de zero periodicamente e redefini-la, se necessário. A frequência de verificação do zero depende da exatidão e repetibilidade específicas exigidas pelo processo. Recomenda-se também que o *Mass-Flo* seja recalibrado anualmente se nenhum outro intervalo de tempo foi especificamente estabelecido (MKS, 1999). Para fazer o ajuste do zero, deve-se 1) aplicar gás em uma pressão regulada; 2) comandar a válvula de controle para abrir, enviando um set point no fundo de escala (100SCCM no caso do argônio, e 10.000SCCM para nitrogênio); 3) ajustar o potenciômetro de zero; 4) uma vez que a vazão através do controlador tenha parado (atingido a vazão zero), remova o ponto de ajuste (*setpoint*) ou comando de abertura da válvula; 5) girar o potenciômetro Zero (localizado no lado da entrada do controlador de fluxo) até a leitura exibir zero. Este ajuste de zero pode ser feito pelo Controlador de Gases MKS 647C.

No caso do Controlador de Vazão MKS 1179A, caso o sinal de fluxo oscile, o ganho do controlador deve ser ajustado. Reduzir o ganho do controlador reduzirá a oscilação do sinal. O potenciômetro de ajuste de ganho do controlador está localizado no lado a montante do controlador. Para diminuir o ganho do controlador, conseqüentemente diminuindo a oscilação do sinal de vazão, deve-se girar o potenciômetro do ganho do controlador no sentido anti-horário. A redução da pressão de alimentação para o *Mass-Flo* tem o mesmo efeito que a diminuição do ganho. Se o *Mass-Flo* responder muito lentamente a uma mudança no ponto de ajuste, talvez seja necessário aumentar ligeiramente o ganho do controlador. Para aumentar o ganho do controlador, deve-se girar o potenciômetro de ganho do controlador no sentido horário.

2.10 Controlador de Gases MKS 647C

O MKS 647C (Figura 31) é um controlador multicanal de *Mass-Flo* que possibilita controlar o conteúdo de gases na câmara de vácuo, através de controle do *Mass-Flo* de cada tomada de gás. O controle do MKS 647C pode tanto ser configurado para controle de pressão como para controle de vazão mássica de gás. O único canal de pressão e os quatro canais de vazão são exibidos simultaneamente na tela de LCD e são controlados localmente a partir do painel frontal ou remotamente usando a interface analógica ou a comunicação RS-232.



Figura 31 – Controlador de Gases MKS 647C.
Extraído de www.mksinst.com

O MKS 647C alimenta os controladores de vazão mássico *Mass-Flo*, e mostra a leitura da medida. Pode também alimentar e ler a medida de pressão do MKS 627B *Baratron*. O CONFOCAL MS dispõe de 3 tomadas de gás (argônio, oxigênio e nitrogênio) e somente 2 controladores/medidores de vazão mássica *Mass-Flo*. Portanto, o controlador *Mass-Flo* fica conectado direto no argônio, e o medidor *Mass-Flo* pode ser conectado tanto no nitrogênio quanto no oxigênio, dependendo da aplicação. Além da conexão física da mangueira do gás reativo no medidor *Mass-Flo*, é necessário configurar o gás no MKS 647C.

Como só há um MKS 627 *Baratron* instalado, ele foi conectado no controlador de gases MKS 651C, que é o dispositivo que ficou responsável por controlar a pressão dos gases em todos os filmes produzidos neste trabalho. Entretanto o Controlador de Gases MKS 647C também pode ser usado para controlar a pressão de trabalho na câmara, medindo e controlando a vazão mássica relativa dos dois *Mass-Flo*.

O MKS 647C foi conectado ao computador via protocolo de comunicação serial. Desta forma, mais informações podem ser lidas e escritas remotamente.

A Figura 32 mostra o painel traseiro do MKS 647C (MKS, 2012). A numeração indica as posições das seguintes conexões: 1) *Mass-Flo* 1179A, 2) *Mass-Flo* 179A, 3) *Baratron* (opcional), 4) comunicação RS-232, 5) tomada.

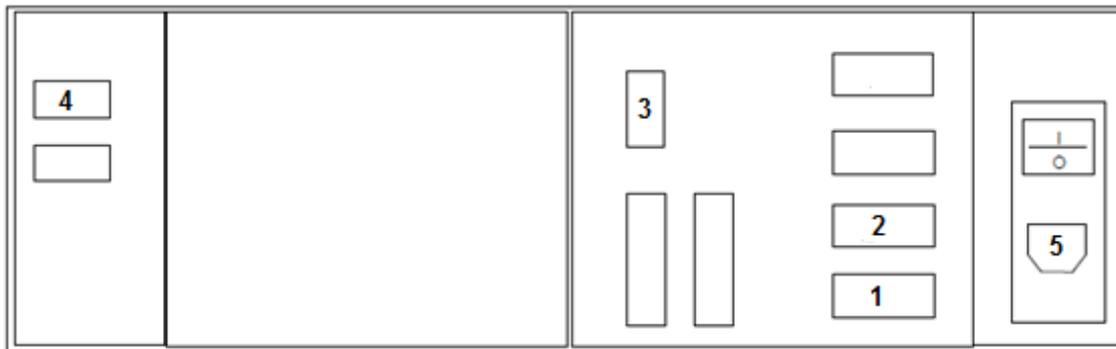


Figura 32 – Painel Traseiro do Controlador de Gases MKS 647C.
Extraído de (MKS, 2012) e modificado

A Figura 33 mostra a tela principal do Controlador de Gases MKS 647C, e a Figura 34 mostra outras telas.

MGC	647C	V3.0
(1)	<u>USER DISPLAY</u>	
(2)	EXTENDED DISPLAY	
(3)	PRESSURE CONTROL	
(4)	DIAGNOSTICS	
(5)	INSTRUMENT SETUP	
(6)	SYSTEM SETUP	
(7)	PRESSURE SETUP	
(9)	INFORMATION	
(0)	POWER OFF	
00 ERRORS	FLOW OFF	INPUT DIRECT

Figura 33 – Interface do usuário do Controlador de Gases MKS 647C.
Extraído de (MKS, 2012)

MGC 647C V3.0				MGC 647C V3.0			
CH1	CH2	CH3	CH4	CH1	CH2	CH3	CH4
0.000	1.750	1.400	0.000	0.000	1.750	1.400	0.000
SCCM	SCCM	SLM	SLM	ACT.FLOW	SCCM	SCCM	SLM
CH5	CH6	CH7	CH8	SETPOINT	SCCM	SCCM	SLM
0.000	0.000	0.000	0.000	UNIT	SCCM	SCCM	SLM
SLM	SCCM	SCCM	SCCM	RANGE FS.	5.000	5.000	1.4000
PRESSURE 0000.0 mbar				GAS	USER	AIR	CO ₂
TOTAL FLOW: 001.4 SLM			GAS MENU: X	MODE	INDEP.	INDEP.	INDEP.
00 ERRORS	FLOW ON	INPUT DIRECT		STATUS	OFF	ON	ON
				PRESSURE	0000.0 mbar		

MGC 647C V3.0				MGC 647C V3.0			
CH1	CH2	CH3	CH4				
0.000	1.750	1.400	0.000	(1)	RANGE SELECTION		
CH5	CH6	CH7	CH8	(2)	GAS SELECTION		
0.000	0.000	0.000	0.000	(3)	MODE SELECTION		
GAIN 01.00	PRESSURE		UNIT	(4)	ZERO ADJUST		
INTEG 02.00			Torr	(5)	TRIP LIMITS		
LEAD 00.30	0.3501			(6)	GAS COMPOSITION		
PCS 0.467	0.3500		MODE				
	SETPOINT		OFF				
00 ERRORS	FLOW ON	INPUT DIRECT		00 ERRORS	FLOW ON	INPUT DIRECT	

Figura 34 – A partir da imagem superior esquerda, em sentido horário, telas de: display do usuário, display do usuário estendido, setup dos instrumentos e controle de pressão.
Extraído de (MKS, 2012) e modificado

O *Mass-Flo* 179A está calibrado de fábrica para medir vazão de óxido nitroso. O Laboratório de Superfícies e Nanoestruturas, onde o CONFOCAL MS está instalado, oferece tomadas de argônio, nitrogênio e oxigênio. É possível ajustar este *Mass-Flo* 179A para medir tanto gás oxigênio quanto gás nitrogênio. A Figura 35 mostra a tela de seleção de gás onde é feita esta configuração.

MGC 647C V3.0				
	CH1	CH2	CH3	CH4
ACT.FLOW	0.000	1.750	1.400	0.000
UNIT	SCCM	SCCM	SLM	SLM
GAS	USER	AIR	CO ₂	He
FACTOR	1.000	1.000	0.700	1.450
STATUS	OFF	ON	ON	ON
00 ERRORS	FLOW ON	INPUT DIRECT		

Figura 35 – Seleção de gás do 647C.
Extraído de (MKS, 2012)

Será necessário ajustar o fundo de escala do *Mass-Flo* 179A conforme o gás medido, o que é feito na tela da Figura 36.

MGC	647C			V3.0
	CH1	CH2	CH3	CH4
ACT.FLOW	0.000	1.750	1.400	0.000
UNIT	SCCM	SCCM	SLM	SLM
RANGE FS.	<u>5.000</u>	5.000	2.000	1.000
STATUS	OFF	ON	ON	ON
00 ERRORS	FLOW ON		INPUT DIRECT	

Figura 36 – Tela de seleção de faixa do 647C.
Extraído de (MKS, 2012)

O Controlador de Gases 647C oferece alguns modos de controle de gás. Neste trabalho, foi utilizado somente o modo Independente (INDEP.), isso é: cada canal é independente dos demais. Mesmo que o estado de cada canal seja ON, é necessário que a “válvula principal” esteja em ON também. Isso é feito com a combinação de tecla <ON> <ALL>. Já a combinação de teclas <OFF><ALL> impede a saída de gás por qualquer canal. O estado atual da “válvula principal” é mostrado como FLOW ON (aberto) e FLOW OFF (fechado). A Figura 37 mostra a tela de seleção de modos, incluindo a estado de cada canal, e o estado da “válvula principal”.

MGC	647C			V3.0
	CH1	CH2	CH3	CH4
ACT.FLOW	0.000	1.750	1.400	0.000
UNIT	SCCM	SCCM	SLM	SLM
MODE INDEX	<u>INDEP.</u>	INDEP.	INDEP.	SLAVE 1
STATUS	OFF	ON	ON	ON
00 ERRORS	FLOW ON		INPUT DIRECT	

Figura 37 – Tela de seleção de modo do 647C.
Extraído de (MKS, 2012)

A Figura 38 mostra a pinagem do cabo para comunicação RS-232 entre o computador e o controlador de gases 647C.

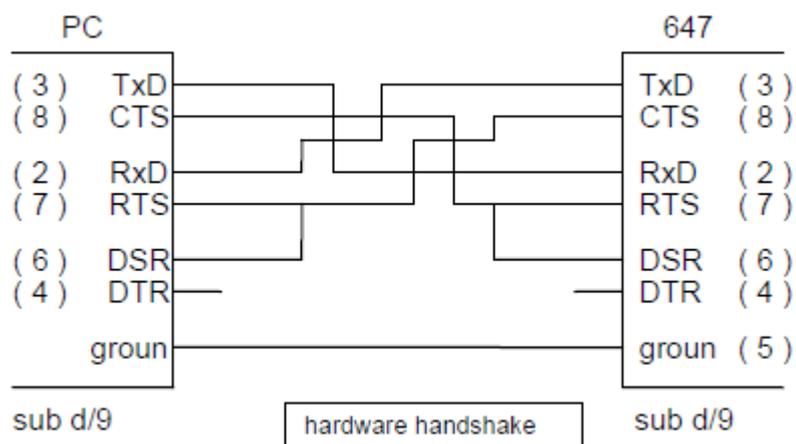


Figura 38 – Pinagem do cabo de comunicação RS-232.
Extraído de (MKS, 2012)

2.11 Válvulas Gaveta Edwards

Duas válvulas do tipo gaveta são usadas durante a operação do CONFOCAL MS (há uma terceira, não usada durante a operação, na parte traseira do CONFOCAL MS). As válvulas são diferentes, tanto em função quanto em forma de atuação.

Uma das válvulas tem atuação pneumática normalmente fechada. Ela está localizada entre a bomba turbomolecular Adixen ATH 1300M e a válvula reguladora de exaustão MKS 653B. Sua função é seccionar a câmara de vácuo das bombas, geralmente com o objetivo de manter a pressão de vácuo na câmara no caso de falhas. Seu limite operacional é de $< 1 \times 10^{-9}$ mbar até 1 bar (absoluto) de pressão. O diferencial de pressão máximo através da válvula é de 30 mbar (22,5 Torr), portanto, antes da operação da válvula, a diferença de pressão nas câmaras separadas por estas válvulas deve ser equalizada até o ponto em que o diferencial de pressão máximo não seja ultrapassado. A pressão de alimentação pneumática deve ser ajustada para 6 bar absoluto.

O diagrama da Figura 39 apresenta o circuito pneumático da válvula por atuação pneumática. A legenda é: 1) Tomada de ar comprimido, 2) Válvula de fechamento, 3) Filtro, 4) Regulador de Pressão, 5) Válvula de verificação, 6) Válvula de controle, 7) Conexões elétricas, 8) Válvula Gaveta, e 9) Controlador de vazão.

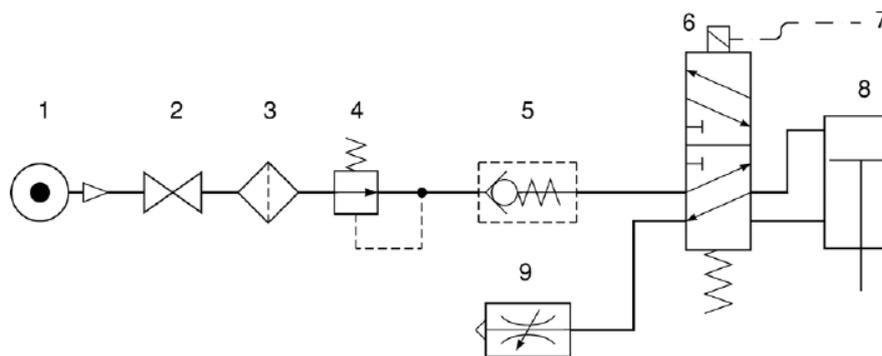


Figura 39 – Diagrama pneumático da Válvula Gaveta Edwards.
Extraído de (EDWARDS, 2014)

A válvula pneumática tem duas chaves de fim de curso para indicação das posições totalmente aberta e totalmente fechada, ambas com contatos normalmente abertos. Com estas duas chaves, é possível identificar ainda se a válvula está parcialmente aberta/fechada, caso em que nenhuma das duas chaves estarão atuadas.

Os contatos das chaves estão conectados em duas entradas digitais da Remota Macronode MKS. Uma das saídas da Remota Macronode MKS está conectada na lâmpada piloto do painel de operação. Esta lâmpada indica a posição da válvula: aberta, entreaberta ou fechada. A lâmpada piloto ficará acesa caso a válvula esteja aberta, piscando lentamente caso esteja fechada, e piscando rápido caso não esteja em nenhuma das duas condições. O Figura 40 mostra o conector e a posição dos contatos que indicam o fim de curso aberto e fechado da válvula.

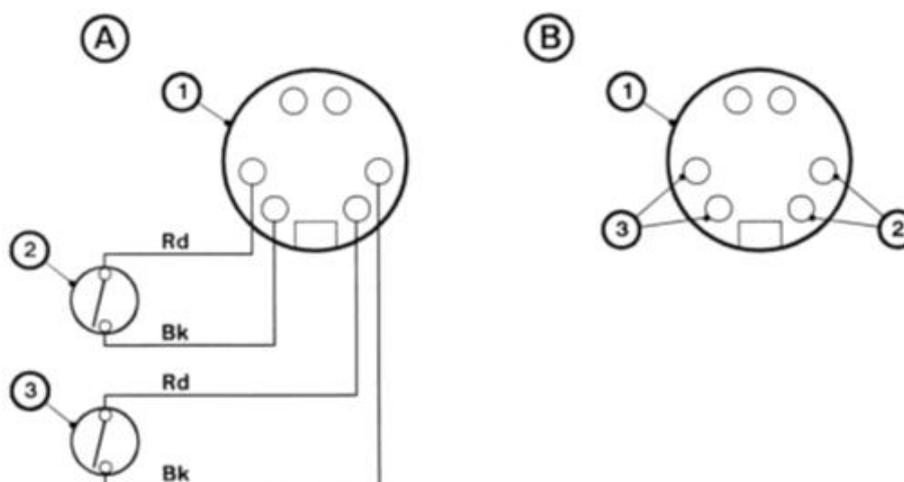


Figura 40 – Conector da válvula gaveta pneumática Edwards. Legenda: A) Conector visto da ponta cabeada Rd-Red (vermelho), B) Conector visto do exterior Bk-Black (preto), 1) Conector elétrico, 2) Contato para abertura da válvula, e 3) Contato para fechamento da válvula.

Extraído de (EDWARDS, 2014)

A operação de abertura e fechamento da válvula pneumática é feita com injeção de ar comprimido com 6 bar de pressão. O ajuste da velocidade da atuação da válvula pode ser feito no manifold pneumático da SMC, estrangulando-se a passagem de ar comprimido. A operação da válvula tende a ser brusca, e causar um impacto ruidoso, principalmente no final da abertura.

Em caso de falha no suprimento de ar comprimido, a válvula continuará fechada se ela estiver fechada no momento da falha. Porém, caso a válvula esteja aberta no momento da falha, a válvula começará a fechar, mas não fechará completamente a ponto de se ouvir o estalo.

A operação da válvula manual é feita através da manopla. A válvula é fechada ao girar a manopla no sentido horário, e é aberta ao girar no sentido anti-horário. Um estalo será ouvido quando a válvula chegar ao fim do curso fechado (“toc”), indicando que a válvula está selada. Caso haja suspeita de vazamento pela válvula não se deve forçar o fechamento da válvula além do ponto do estalo, pois isso poderá aumentar o vazamento e danificar o mecanismo da válvula.

2.12 T-Station 75

A T-Station 75 é uma estação de bombeamento turbomolecular, composto por duas bombas (sendo uma bomba primária e a outra turbomolecular) e pelo sistema eletrônico para acionamento das bombas. A bomba primária está acoplada na bomba turbomolecular, que está acoplada na câmara de inserção de amostra (*Load-Lock*). Esta é uma câmara pequena, cuja

função é inserir e retirar o porta-amostra sem a necessidade de “quebrar o vácuo” da câmara principal. A T-Station 75 não está integrada ao programa, e sua operação é manual e simples, restringindo-se a ligar e desligar suas bombas, e ler a medida de pressão. A Figura 41 apresenta a T-Station 75.



Figura 41 – T-Station 75.
Extraído de (EDWARDS, 2011)

A T-Station 75 possui uma entrada para conexão de algumas opções de medidores de vácuo fabricados pela Edwards. Esta conexão possibilita a T-Station 75 tanto fornecer alimentação elétrica ao sensor quanto mostrar o valor medido pelo sensor. Foi instalado o medidor de vácuo de faixa ampla *Wide Range Gauge* (WRG-S), apresentado na Figura 42.



Figura 42 – Medidor de Pressão WRG.
Extraído de <https://www.idealvac.com/Edwards-WRG-Wide-Range-Gauge/pl/7-33-291>

O Wide Range Gauge (WRG) é tanto um medidor pirani quanto um medidor magnetron invertido (não confundir com o magnetron do *sputtering*) combinados em um único dispositivo. O WRG dispõe de um único mecanismo de partida (emissor de elétrons por efeito termiônico), consistindo em um pequeno filamento incandescente montado dentro do tubo de magnetron. Esse filamento é automaticamente aceso, fornecendo elétrons de emissão suficientes para iniciar a descarga. O sistema de controle do WRG controla diferentes recursos, tais como: 1) controle automático da “magnetron HT voltage” durante a ignição do medidor, 2) redução da “tensão HT” após a ignição para aumento da vida útil do medidor, 3) ajuste automático da leitura de vácuo do medidor pirani, 4) fornecimento de um recurso de monitoramento de erros que ajudará a identificar a causa exata de falhas, 5) ajuste simples do nível do ponto de ajuste (*setpoint*) de indicação de falha.

2.13 Controlador de Temperatura do Porta-Amostra AJA SHQ-15A

O AJA SHQ-15A é o controlador de temperatura do porta-amostra. Ele é composto por um disjuntor, um controlador de temperatura OGDEN 9300 e um sistema de potência para alimentação do sistema de aquecimento AJA SHQ-400.



Figura 43 – Aquecedor do Porta-Amostra SHQ-15A.

O controlador OGDEN 9300 já vem parametrizado de fábrica, e não deve ser alterado, principalmente os parâmetros de sintonia do controlador PID.

Para operação, o disjuntor do SHQ-15A deve estar ligado, e a chave seletora deve estar na posição ON. Em seguida, o ajuste de temperatura é feito no controlado OGDEN 9300, através dos botões do centro e da direita.

O controlador AJA SHQ-15A pode ser integrado ao computador e ao sistema de automação. Neste caso, o SHQ-15A dispõe de um conector DB-9 com entrada e saída analógica de 0-10V para ajuste de ponto de operação (*setpoint*) e leitura da temperatura medida, e ainda uma entrada digital 24Vdc para seleção de operação remota. Em um trabalho futuro, caso o controlador seja integrado ao computador para operação remota, a chave seletora deverá estar na posição REM. Neste trabalho, o controlador estava fora do restante do sistema de automação, e todas as amostras produzidas com porta-amostra aquecido foram feitas com controle manual.

2.14 Aquecedor do Porta-Amostra AJA SHQ400

O SHQ400 da AJA é o dispositivo responsável pelo aquecimento do porta-amostra. O aquecimento é feito por radiação, através de duas lâmpadas de quartzo. A temperatura é medida indiretamente na placa de quartzo que protege as lâmpadas, através de sensores tipo termopar. O bloco de aquecimento do SHQ400 deve ser refrigerado com água gelada. O SHQ400 vem montado em um flange onde constam tomadas de água gelada, os conectores de energia elétrica 220Vac e do termopar. A Figura 44 apresenta o AJA SHQ400.



Figura 44 – Aquecedor do porta-amostra SHQ400.
Extraído de <http://www.ajaint.com/substrate-holders.html>

Algumas precauções devem ser tomadas na instalação e operação do SHQ400: 1) A rotação deve sempre está ligada quando o aquecimento e a polarização do porta-amostra

estiverem ligadas; 2) A rotação não deve ultrapassar 20rpm; 3) A polarização do porta-amostra não deve jamais ultrapassar 50W, independente da fonte ser RF ou DC; 4) a operação das lâmpadas deve sempre ser realizada com fluxo de água gelada, inclusive intertravando o sistema, em temperatura superior ao ponto de condensação; 5) a operação de sputtering jamais deve ser realizada sem o porta-amostra estar corretamente instalado, pois ele cobre a placa de quartzo, evitando deposição de material nesta placa; 6) por estar em região de vácuo, o porta-amostra demora para esfriar, e portanto sua manipulação após o aquecimento apresenta risco de queimadura.

2.15 Acionamento do Motor do Porta-Amostra AJA SXMC

O porta-amostra fica montado no eixo de um motor. Este motor é acionado pelo SXMC. Seu controle é simples, contando somente com uma chave liga-desliga e um knob para ajuste da velocidade de rotação. Para deposição homogênea de filmes, este motor deve estar ligado. Neste trabalho, todas as amostras foram produzidas na rotação máxima disponível pelo SXMC.



Figura 45 – Acionamento do motor do porta-amostra AJA SXMC.

2.16 Magnetron AJA A300

Uma fonte de magnetron sputtering é uma ferramenta para depositar filmes finos que é montado em uma câmara de vácuo através de flanges e conexões elétricas, e consiste em um suporte para o material alvo refrigerado a água gelada com um arranjo de ímãs embarcado e

apropriadamente aterrado (AJA, 2018). O Magnetron é o dispositivo que ioniza os gases na câmara através da descarga elétrica das fontes DC ou RF. A Figura 46 mostra os magnetrons AJA A330 no interior da câmara de vácuo do CONFOCAL MS com todos os obturadores (*shutters*) abertos, estando os alvos aparentes.



Figura 46 – Os magnetrons no interior da câmara de vácuo com os obturadores abertos mostrando os alvos.

A Figura 47 apresenta os componentes do magnetron AJA A330 com exceção do obturador (*shutter*). A chaminé reduz a contaminação do alvo causada pelo sputtering de alvos vizinhos, foca a saída de material ejetado do alvo, e possibilita a redução da pressão de trabalho na câmara (AJA, 2004). A blindagem aterrada (anodo) protege a peça polar (catodo). O gimbal possibilita a inclinação do magnetron. O selo inferior é a peça que separa o que está dentro e o que está fora da câmara de vácuo. O conector coaxial possibilita a conexão da fonte DC ou RF à peça polar (catodo) do magnetron, estando eletricamente isolada do restante do magnetron. Duas conexões hidráulicas possibilitam a entrada e saída de água gelada para refrigeração. O obturador (*shutter*) serve para tampar o magnetron, impedindo a saída do material para deposição no porta-amostra enquanto o plasma estiver ativo. A atuação do obturador é feita por acionamento pneumático, e o comando somente pode ser realizado pelo computador.

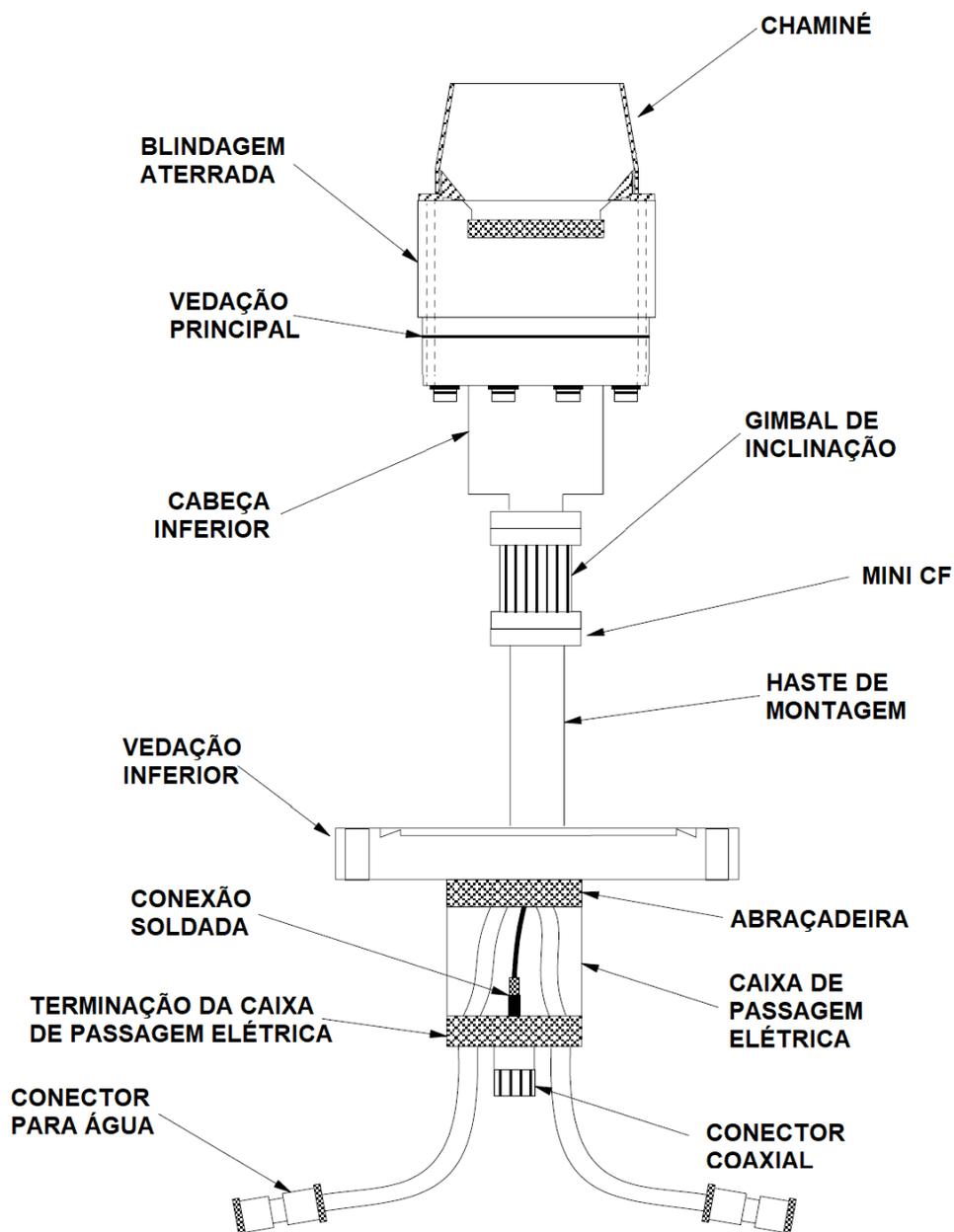


Figura 47 – Componentes do magnetron, excluído o obturador (*shutter*).
 Extraído de (AJA, 2004) e modificado

Após a ionização dos átomos dos gases, deixando-os positivamente carregados, os íons são atraídos em direção ao catodo do magnetron, negativamente polarizado. Na região exposta do catodo é montado o alvo, que é bombardeado pelos íons acelerados. O anodo do magnetron está no mesmo potencial elétrico da carcaça da câmara de vácuo, que deve estar aterrada. O catodo do magnetron (posição onde o alvo é colocado) é construído sobre uma base cerâmica, o que possibilita seu isolamento elétrico do anodo. O magnetron foi projetado e montado de forma que o vão entre a peça polar (catodo) e o restante do magnetron (anodo) esteja dentro da

região do plasma chamada *Espaço Negro de Crookes* (OHRING, 1992), que depende da pressão de vácuo de trabalho, estando entre 0,75mm e 2mm para os níveis de pressão utilizados no CONFOCAL MS, que é entre 1 e 100mTorr. Na região do *Espaço Negro de Crookes* não ocorre *sputtering* e não há formação de plasma. A polarização por fonte RF gera um fenômeno de concentração de cargas (“*self-bias*”), ocorrido devido à geometria ou relação de áreas entre o catodo e o anodo, que polariza o alvo negativamente, sendo por isso chamado de catodo, mesmo com a alternância dos polos induzida pela fonte RF (OHRING, 1992). A Figura 48 detalha os componentes da cabeça do magnetron através de uma vista em corte.

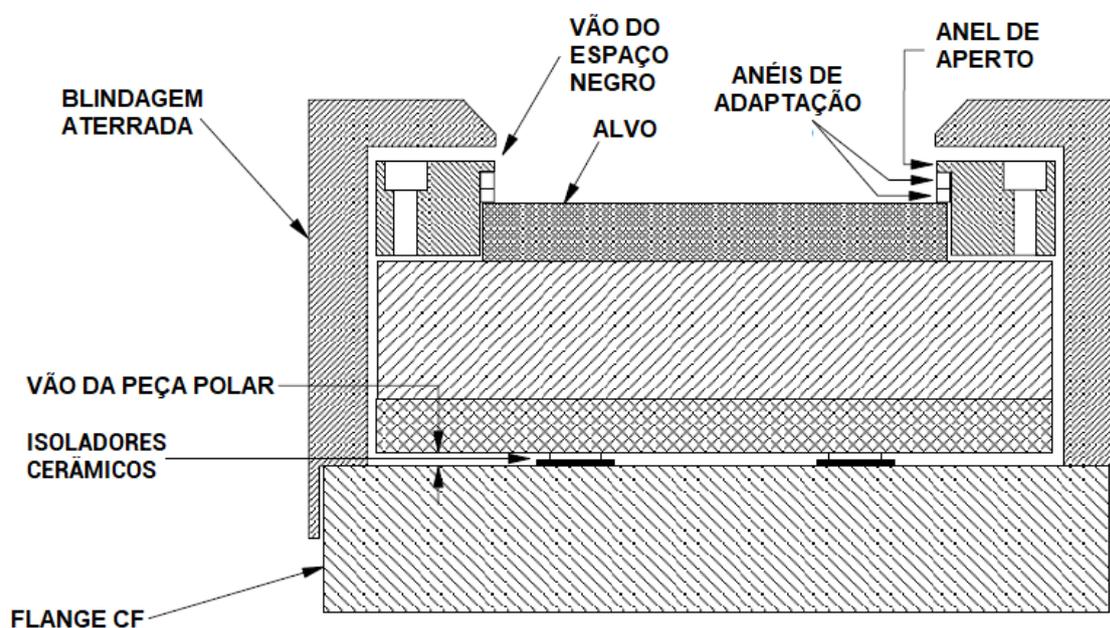


Figura 48 – Vista em corte da cabeça do magnetron.
Extraído de (AJA, 2004) e modificado

Para confinamento dos elétrons, o magnetron AJA A300 dispõe de um conjunto de ímãs montados em um arranjo circular com um ímã no centro. A orientação dos ímãs é a mesma na porção circular do arranjo, e oposta no ímã central. A orientação dos ímãs no magnetron seguinte é a oposta, de forma que o campo magnético se feche entre os magnetrons. O ímã central não deve ser utilizado quando o alvo for ferromagnético, pois estes materiais concentram as linhas de campo magnético, reduzindo a ocorrência de campo magnético acima do alvo, conseqüentemente reduzindo a taxa de *sputtering*. No centro do arranjo, a configuração magnética desbalanceada leva um ímã quando o alvo não é magnético e uma peça de ferrite quando o alvo é magnético. A Figura 49 mostra o magnetron evidenciando a posição dos ímãs. O campo magnético do magnetron pode corromper dispositivos eletrônicos e magnéticos



Figura 49 – disposição dos ímãs do magnetron, e a marca deixada no cobre por excesso de calor devido à refrigeração insuficiente.

A configuração do arranjo magnético altera o confinamento do plasma. A montagem padrão dos magnetrons do CONFOCAL MS é a configuração magnética desbalanceada, objetivando o crescimento de filmes densos, uniformes e com alta taxa de deposição (AJA, 2004). A Figura 50 apresenta um diagrama do campo magnético do magnetron na configuração desbalanceada, tanto para alvos não magnéticos (à esquerda) como para alvos magnéticos (à direita).

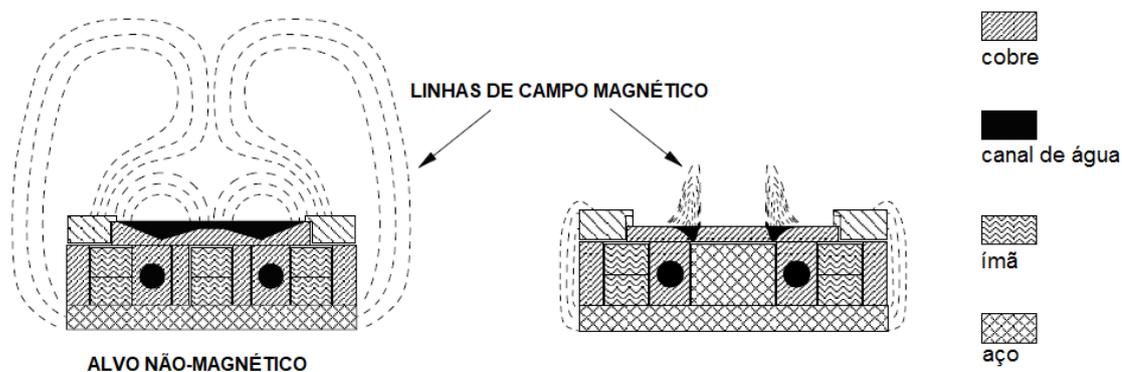


Figura 50 – Vista em corte da cabeça do magnetron.
Extraído de (AJA, 2004) e modificado

A maior parte da energia (em torno de 90%) do bombardeamento iônico é dissipada na forma de calor. Os magnetrons são refrigerados com água gelada para prevenir dano ao alvo e desmagnetização dos ímãs. Na Figura 50 anterior pode-se verificar uma marca deixada na peça devido a uma falha de refrigeração do magnetron, que foi corrigida.

É necessário (des)montar o magnetron para substituição do alvo e/ou limpeza de suas partes que ficam expostas à deposição. Para prevenir danos, deve-se utilizar as ferramentas

adequadas e não usar força excessiva. A primeira peça a ser removida é o obturador (*shutter*), seguida pela blindagem aterrada, e por fim o anel de aperto. Entre o anel de aperto e o alvo pode haver um anel de adaptação, para compensar a diferença na espessura do alvo. Se o espaçamento milimétrico entre o anel de aperto e a blindagem aterrada não for correta para a faixa de pressão de operação, estando fora da região do *Espaço Negro de Crookes*, pode ocorrer tanto curto entre anodo e catodo quanto plasma dentro do espaçamento. Curto não possibilitará a ignição do plasma, e plasma no espaçamento resultará em *sputtering* do material do anel de aperto e a ocorrência frequente de arco voltaico (AJA, 2004). Deve-se verificar com um multímetro a descontinuidade elétrica entre anodo e catodo após a montagem do magnetron. Deve-se ter cuidado ao montar alvo ferromagnético no magnetron, pois o impacto causado pela atração magnética pode ser forte o suficiente para danificar o alvo. A forma correta de montar alvo ferromagnético é deslizando-o pela lateral, evitando força excessiva para não danificar os isoladores cerâmicos. A parte superior do magnetron tem sua angulação ajustável. De forma geral, a angulação de todos os magnetrons devem apontar para o centro do porta-amostra – configuração confocal.

Como todos as peças que vão dentro da câmara de vácuo, o magnetron e o alvo devem ser manipulados com luvas. Além de ser um equipamento de proteção individual (EPI), prevenindo o contato com o pó formado sobre o alvo, o uso da luva previne a contaminação por gordura do magnetron e do alvo.

Antes de descarregar energia elétrica no magnetron é necessário que haja uma pressão de vácuo mínima na câmara. No CONFOCAL MS, a fonte e leitor MKS PDR-900 está com uma de suas saídas digitais configurada para atuar abaixo desta pressão mínima de vácuo, atuando um contator para alimentação elétrica das fontes DC e RF. Jamais descarregue energia elétrica no magnetron se a pressão estiver acima de 1 Torr.

Para ignição do plasma a pressão na câmara deve ser aproximadamente 10mTorr, caso seja usado fonte DC, e 30mTorr, caso seja usado fonte RF. A potência inicial de descarga das fontes deve ser de 30W. Porém, a fonte DC-XS 750 é controlada, e irá dar um pulso para ionizar o gás, ajustando a saída para nível desejado de potência após a detecção da ignição do plasma. Já a fonte RF receberá parte da potência refletida devido a descasamento de impedância. A descarga inicial de 30W é tanto suficiente para a ignição do plasma quanto seguro para a fonte RF, desde que não exceda por mais de um minuto sem a ignição do plasma. O CONFOCAL MS dispõe de um circuito automático de casamento de impedância. Com o plasma formado,

pode-se alterar a pressão de trabalho e a potência dissipada pela fonte dentro dos limites seguros e do processo desejado.

Faz parte da preparação para operação do CONFOCAL MS a conexão dos cabos entre as fontes e os magnetrons que serão usados. Certifique-se de que as fontes estão desligadas ao fazer este procedimento. Jamais manipule o cabo do magnetron com a fonte ligada, descarregando energia elétrica em sua saída.

No que diz respeito à operação, as seguintes considerações podem ser usadas como diretrizes.

Potência – 1) a potência dissipada no magnetron é aproximadamente proporcional à taxa de deposição; 2) dissipando a mesma potência, as taxas de deposição para alvos condutores são maiores em fonte DC que em fonte RF; 3) os materiais tem diferentes limitações de potência devido às suas características de dissipação de energia e de expansão térmica; 4) o excesso de dissipação de energia pode derreter, rachar ou descolar o material do alvo, assim como danificar o magnetron.

Distância de trabalho – 1) A taxa de deposição varia com o inverso do quadrado da distância; portanto, dobrando a distância de trabalho, a taxa de deposição será de um quarto; 2) a distância recomendada entre magnetron e substrato está entre 50nm e 200nm.

Pressão – 1) Baixa pressão de operação resulta em bombardeamento iônico mais energético, deposição mais energética e menos uniforme (menos colisões no caminho para o substrato), maior bombardeamento de elétrons secundários em superfícies aterradas ou positivamente polarizadas, e maior densidade de filme; 2) pressões de operação mais alta tem os efeitos contrários.

Temperatura do substrato – 1) o aumento na temperatura do substrato ajuda excitar para fora contaminante presentes na superfície do substrato, e reduzir a probabilidade de gases serem incorporados no filme; 2) o aquecimento de substrato também é usado para casamento, ou descasamento intencional, da tensão entre substrato e filme.

Rotação do substrato – 1) a rotação do substrato pode ser utilizada para melhorar a uniformidade do filme; neste sistema, em que o magnetron está angulado em relação ao substrato, é possível obter 1% de uniformidade com a rotação do substrato.

O magnetron AJA A330 usa alvos de 2". A Figura 51 apresenta dois alvos de cobre, sendo um levemente oxidado e ainda sem uso, e outro após o uso, mostrando a região principal de erosão do alvo. Esta região é onde o campo magnético é mais forte, resultando no maior confinamento do plasma, no aumento de energia dos íons, e conseqüentemente em maior quantidade de material removido.



Figura 51 – Alvos de cobre OFHC.

O *sputtering* produzido, para uma mesma condição, varia conforme o material do alvo. A Tabela 1 apresenta a razão da taxa de *sputtering* produzido por diferentes materiais em relação ao cobre (AJA, 2004).

Tabela 1 – Taxas de *sputtering* produzido comparadas ao cobre.

Al	0.77	Mo	0.51	SiC	0.39
Al ₂ O ₃	0.16	Mn	1.07	SiO ₂	0.49
Ag	2.24	Nb	0.48	Sm	1.21
Au	1.90	Ni	0.70	Su	1.41
Be	0.19	Os	0.54	Ta	0.46
Bi	1.76	Pb	3.76	Th	0.90
C	0.05	Pd	1.41	Ti	0.41
Co	0.62	Pt	0.97	U	0.81
Cr	0.65	Rb	4.89	V	0.41
Cu	1.00	Re	0.57	W	0.42
Fe	0.52	Rh	0.97	Y	1.023
GaAs	1.83	Ru	0.71	Zr	0.70
Ge	1.10	Sb	3.96	Y	1.023
Ir	0.66	Si	0.38	Zr	0.70

2.17 Controlador de Temperatura K 49E

O K 49E é um controlador de temperatura. O controlador dispõe de alguns modos de controle, como o PID e o on-off. Neste trabalho, o controlador de Temperatura K 49E foi configurado para modo de controle on-off, acionando um relé de estado sólido na saída, com leitura da medida de temperatura feita a partir de um termopar tipo k. Sua função é controlar a temperatura do aquecimento da câmara (*Bake*).



Figura 52 – Controlador de temperatura K 49E.
Extraído de <https://www.coel.com.br/produto/k49e-controlador-de-temperatura/>

2.18 Fonte DC AJA/Sairem DC-XS 750

A Fonte DC AJA/Sairem DC-XS 750 (Figura 53) é uma fonte controlada de energia elétrica própria para aplicação em *sputtering*, com capacidade para fornecer até 750W de potência, tensão de saída entre 200V e 100V e corrente de 30mA a 1000mA. Seu modo de operação é configurável entre corrente, tensão e potência. O ponto de ajuste (*setpoint*) pode ser definido local ou remotamente, sendo utilizado no CONFOCAL MS o ajuste remoto via comunicação serial RS-232. A fonte tem 4 saídas selecionáveis que devem ser conectadas ao magnetron conforme a aplicação.



Figura 53 – Fonte DC AJA/Sairem DC-XS 750.

A Figura 54 indica os componentes do painel frontal da fonte. Os botões A, B e C apresentam diferentes funções conforme o que é mostrado na tela LCD. A Figura 55 mostra o painel traseiro da fonte.

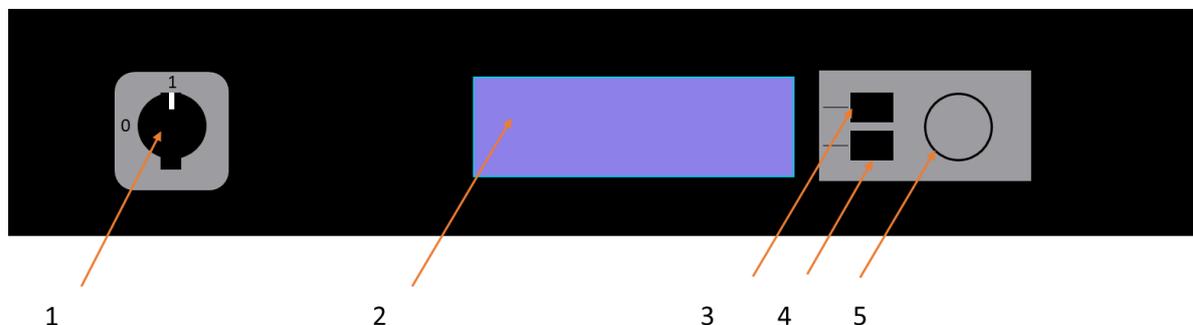


Figura 54 – Painel frontal da fonte DC.

Legenda: 1) chave principal liga-desliga; 2) tela LCD; 3) botão A; 4) botão B; 5) knob e botão C.
Extraído de (AJA, 2007)

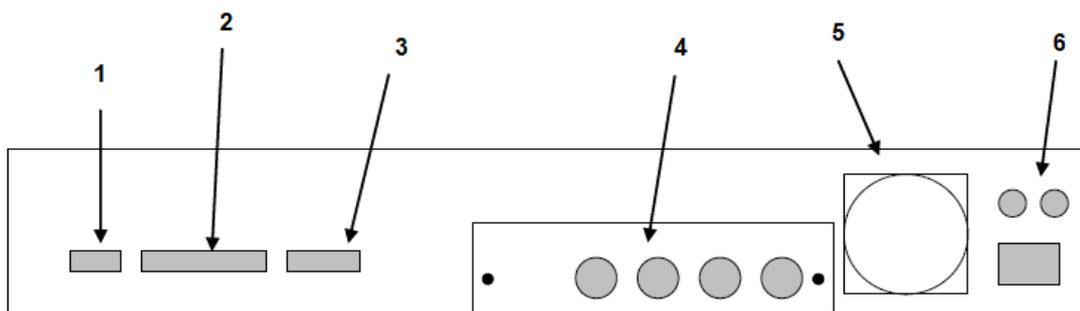


Figura 55 – Painel traseiro da fonte DC.

Legendas: 1) porta RS-232 (DB-9), 2) entradas e saídas analógicas (DB-25), 3) conectores DB-15 dos obturadores (*shutters*), 4) saídas de energia elétrica (para o magnetron), 5) ventilador, 6) entrada de energia elétrica 220Vac e fusíveis.

Extraído de (AJA, 2007) e modificado

A Figura 56 detalha a tela principal, sendo: 1) seleção de saída (*GUN*) atual; 2) indicação de material (não usado); 3) indicação do estado do obturador (não usado); 4) indicação TG (não usado); 5) ponto de ajuste (setpoint); 6) tempo de deposição (não usado); 7) medidas atuais de potência, tensão e corrente elétrica da saída; 8) tempo restante de deposição; 9) indicador de detecção de arco voltaico; 10) indicador de intertravamento (não usado); 11) tempo de rampa (não usado); 12) indicador de plasma; 13) atraso do obturador (não usado); 14) menu.

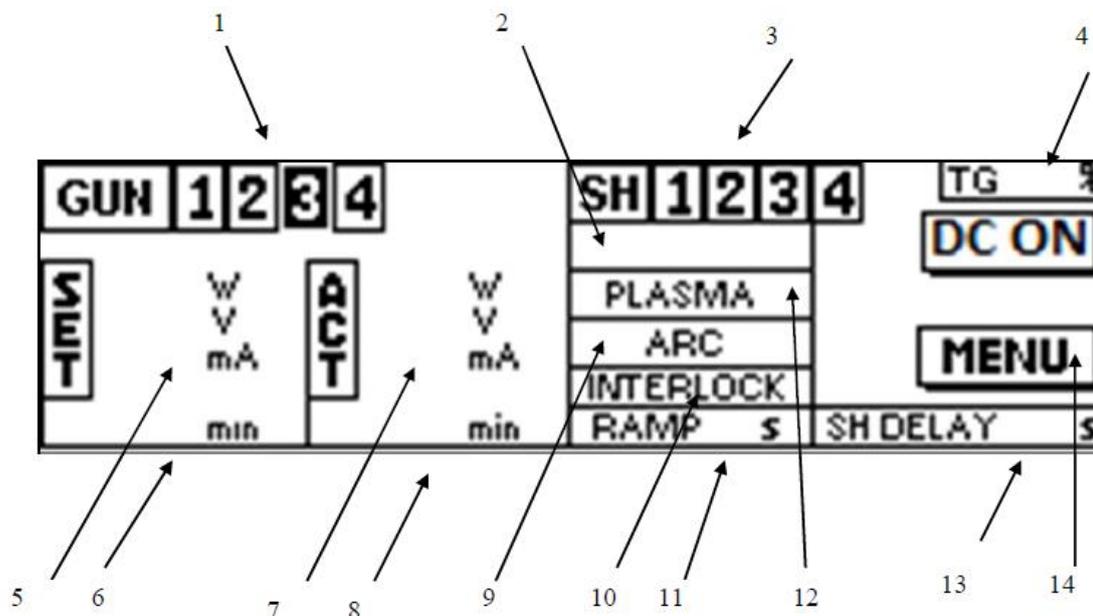


Figura 56 – Tela principal da fonte DC.
Extraído de (AJA, 2007)

A Figura 57 apresenta a tela de menu. Deve-se selecionar a opção desejada com o knob, e apertar o botão indicando “TO GO”. A Figura 58 mostra a tela de seleção local/remoto. O CONFOCAL MS está configurado para controlar a fonte remotamente, via conexão serial RS-232, através do programa desenvolvido em LabVIEW.

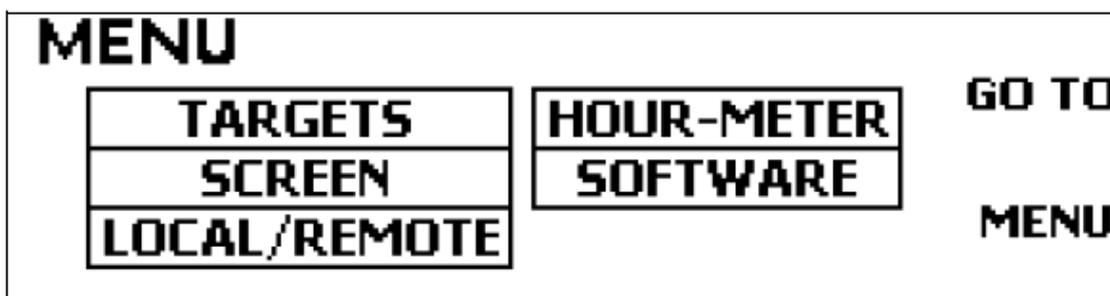


Figura 57 – Tela do menu.
Extraído de (AJA, 2007)

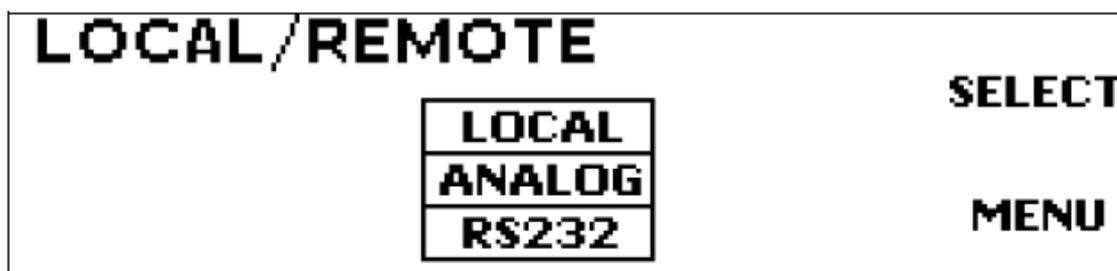


Figura 58 – Tela Local/Remoto.
Extraído de (AJA, 2007)

Por se tratar de uma fonte específica para uso em sistemas de *sputtering*, seu modo automático já prevê um surto de energia inicial para ionizar o gás. Assim que a ionização é detectada, através da formação de plasma que possibilite uma passagem de corrente elétrica maior que 30mA, a potência de saída vai para o nível ajustado. Esta fonte possibilita o controle de rampa de potência, tempo de deposição e de abertura/fechamento dos obturadores (*shutters*), mas nenhum desses recursos da fonte foram utilizados (no CONFOCAL MS, estas funções são controladas pelo programa em LabVIEW). A Figura 59 apresenta o funcionamento da fonte (dissipação de potência x tempo), evidenciando o surto de energia para ignição do plasma.

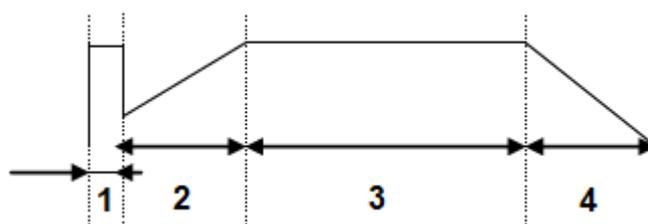


Figura 59 – Dissipação de energia pela fonte DC.

Legenda: 1) surto de energia inicial; 2) rampa de subida; 3) tempo de deposição; 4) rampa de descida
Extraído de (AJA, 2007)

A Figura 60 mostra a pinagem dos conectores DB-9 da comunicação serial RS-232 entre a Fonte DC-XS 750 e o conversor USB-RS232. A pinagem é: 2-Tx; 3-Rx; 5-GND.

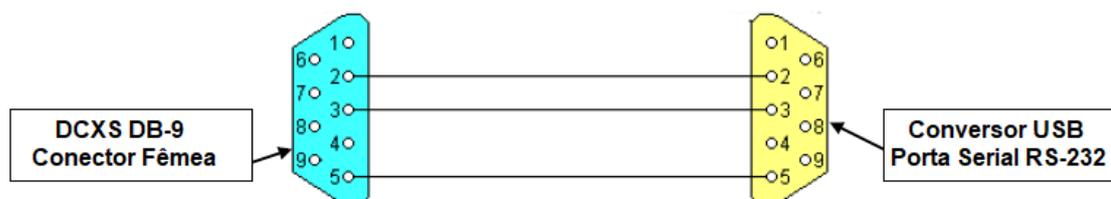


Figura 60 – Pinagem do conector DB-9 da comunicação serial RS-232.
Extraído de (AJA, 2007) e modificado

As entradas e saídas analógicas disponíveis no conector DB-25 não foram utilizadas no CONFOCAL MS, e, portanto, não serão detalhadas aqui. Entretanto, existe uma entrada indicativa de segurança para a fonte. O pino 6 deste conector precisa estar em potencial 0V para habilitar a saída da fonte. Como o CONFOCAL MS não usa essa entrada como segurança, há um conector DB-25 macho colocando o pino 6 em 0V.

Também não foram usadas as conexões com os obturadores disponíveis através do conector DB-15, motivo pelo qual também não serão detalhados aqui.

Como a Fonte DC-XS 750 está integrada ao programa em LabVIEW através da comunicação serial RS-232, toda a operação pode ser feita pelo programa. A única intervenção necessária na fonte é a conexão dos cabos entre fonte e magnetron, que deve ser feita com a fonte desligada na chave principal.

A Tabela 2 apresenta os dados de leitura disponíveis para envio pela fonte, e seu respectivo código ASCII de requisição (AJA, 2007). Ao receber um desses códigos ASCII, a fonte responde com o valor solicitado para o respectivo parâmetro.

Tabela 2 – Códigos ASCII para requisição de leitura dos respectivos parâmetros.

	<i>Ascii code to send to DCXS</i>	<i>Number of byte returned by DCXS</i>	<i>Minimum value returned</i>	<i>Maximum value returned</i>
DC state (ON/OFF)	a	1	0 = OFF	1 = ON
Set point	b	4	0000	1000
Regulation mode	c	1	0=Power, 1=Voltage, 2=Current	
Actual output power	d	4	0000	1000
Actual output voltage	e	4	0000	1000
Actual output current	f	4	0000	1000
Ramp time	g	2	00	99
Shutter delay	h	2	00	99
Deposition time (Min)	i	3	000	999
Deposition time (Sec)	j	2	00	59
Remaining deposition time (Min)	k	3	000	999
Remaining deposition time (Sec)	l	2	00	59
Remaining target capacity	m	3	000	100
Material name	n	?	-	-
Fault	o	1	All bit "0"	All bit at "1"
Shutter state	p	1	All bits "0" = all closed	5 lower bits at "1" = all open
Editing gun number	y	1	4	4
Software revision	z	4	1.00	X.XX
Generator reference	?	9	DCXS750-4	DCXS1500-4

De forma similar, a Tabela 3 apresenta os comandos disponíveis para recebimento pela fonte, e seus respectivos códigos ASCII (AJA, 2007). Ao receber um desses códigos, a fonte executa uma função ou um valor é escrito em sua memória.

Tabela 3 – Códigos ASCII para escrita de comandos e valores na fonte.

	Ascii code to send to DCXS	Number of byte following the command	Minimum value	Maximum value	Action	Condition
DC ON	A	0	-	-	Turn DC On	Must be ready to start DC
DC OFF	B	0	-	-	Turn DC off	-
SET POINT VALUE	C	4	0000	1000	Adjust the set point	-
REGULATION MODE	D	1	0=Power, 1=Voltage, 2=Current		Choose the regulation mode	
RAMP TIME	E	2	00	99	Set the ramp time	DC OFF
SHUTTER DELAY	F	2	00	99	Set the shutter delay	DC OFF
DEPOSITION TIME (Minutes)	G	3	000	999	Set the minutes of the deposition time	DC OFF
DEPOSITION TIME (Seconds)	H	2	00	59	Set the seconds of the deposition time	DC OFF
MATERIAL NAME	I	8	XXXXXXXX	XXXXXXXX	Changes the material name	DC OFF
GUN NUMBER TO EDIT	Z		1	5	Set the gun number to edit	DC OFF

2.19 Fonte RF AJA/Seren R301

A fonte RF AJA/SEREN R301 é uma fonte de corrente elétrica alternada na faixa da frequência de rádio desenvolvida para aplicações em sistema de processamento por plasma. A fonte fornece sinal de 13,56MHz e amplitude controlada para fornecimento de até 300W de potência, podendo ser configurada para ajuste em tensão ou potência. Os parâmetros e medidas da fonte podem ser acessados pela interface ou pela porta serial RS-232.



Figura 61 – Fonte RF AJA/Serem R301

Estão disponíveis três modos de nivelamento do sinal de saída: tensão, potência de saída, e potência de carga. O modo de nivelamento por tensão usa retorno de tensão externo para regular a potência de saída, sendo este retorno derivado de uma sonda de tensão no casador de impedância.

A Figura 62 mostra o painel frontal da fonte R301, e a legenda encontra-se na Tabela 4 (SEREM, 2003).

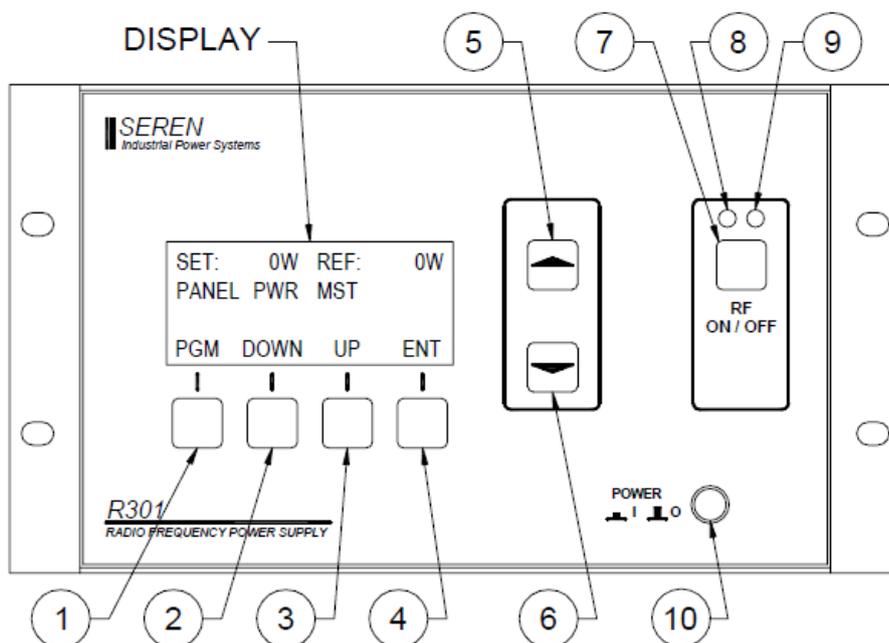


Figura 62 – Painel frontal da fonte R301.
Extraído de (SEREM, 2003)

Tabela 4 – Legenda do painel frontal da Fonte RF.

Item	Nome	Descrição
1	Program/Run	Alterna a fonte R301 entre os modos RUN e PROGRAM
2	Down	Move o menu para baixo
3	Up	Move o menu para cima
4	Enter	Grava alteração do parâmetro
5	Value Up	Altera o valor do parâmetro - incremento
6	Value Down	Altera o valor do parâmetro - decremento
7	RF ON/OFF	Desliga a saída RF, liga/desliga se operando em modo Local
8	RF ON Lamp	Brilha vermelho quando a saída RF está habilitada (on)
9	RF OFF Lamp	Brilha azul quando a saída RF está desabilitada (off)
10	Power	Liga/Desliga a fonte

A Figura 63 mostra o painel LCD da fonte. A linha 1 mostra o setpoint de potência e a potência refletida na fonte quando a saída está desabilitada, e potência na carga e potência refletida quando a saída está habilitada. A linha 2 mostra a fonte de controle atual, o modo de controle, o modo de excitação, e alarmes operacionais. A linha 3 é configurável pelo usuário. A linha 4 é o menu do teclado, cuja legenda muda dependendo do modo.

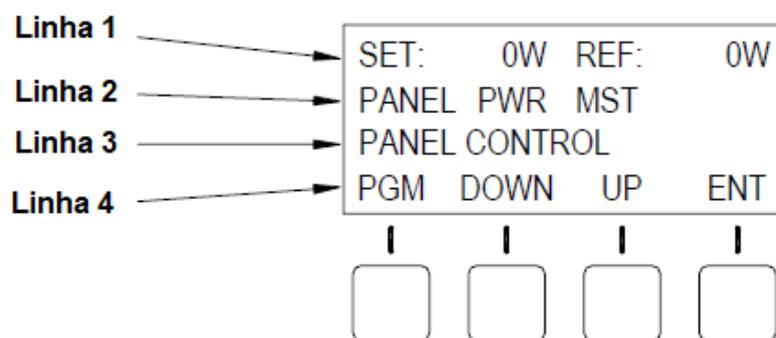


Figura 63 – Tela LCD da fonte RF
Extraído de (SEREM, 2003) e modificado

A Figura 64 mostra o painel traseiro da fonte, sendo: 1) pino de saída de potência de sinal RF; 2) tomada de entrada de tensão 220Vac; 3) disjuntor de entrada; 4) conector DCP, para entrada de sonda de tensão (não usado); 5) conector CEX (Commom EXciter) OUT (não usado); 6) conector CEX IN (não usado); 7) ventilador; 8) conector da interface analógica (não usado); 9) conector DB-9 da interface serial.

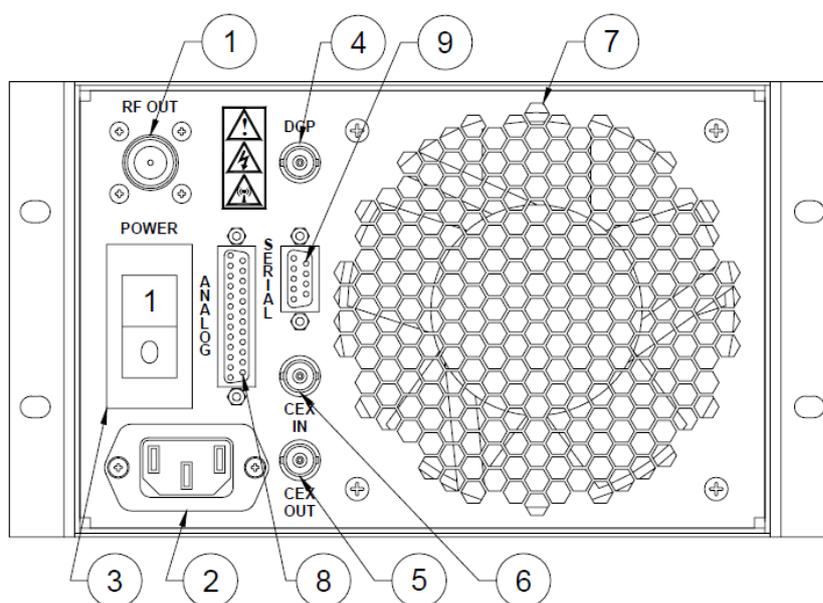


Figura 64 – Painel traseiro da fonte RF
Extraído de (SEREM, 2003)

Como a fonte está conectada via serial RS-232 com o computador, a operação pode ser feita pelo programa LabVIEW. A tabela de comandos encontra-se no manual (SEREM, 2003). A Figura 65 mostra a pinagem do conector DB-9 da comunicação RS-232. A pinagem deve ser: 1) sem conexão; 2) Tx (transmite dado); 3) Rx (recebe dado); 4) sem conexão; 5) Comum (GND); 6) sem conexão; 7) Clear To Send (CTS); 8) Request To Send (RTS); 9) comum (GND).

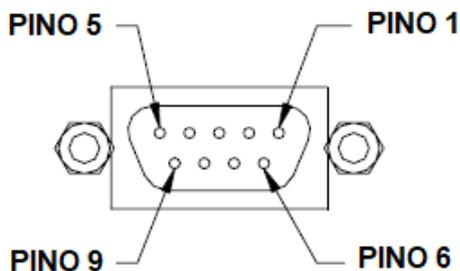


Figura 65 – Pinagem do conector DB-9 da comunicação serial RS-232.
Extraído de (SEREM, 2003) e modificado

Por se tratar de um sinal na faixa de rádio, deve haver um casamento das impedâncias do circuito. Este casamento é feito automaticamente, pelo casador de impedância AJA/Serem AT-3 e o controlador do casador de impedância MC2. A Figura 66 apresenta como a Fonte RF deve ser instalada juntamente com o casador de impedância.

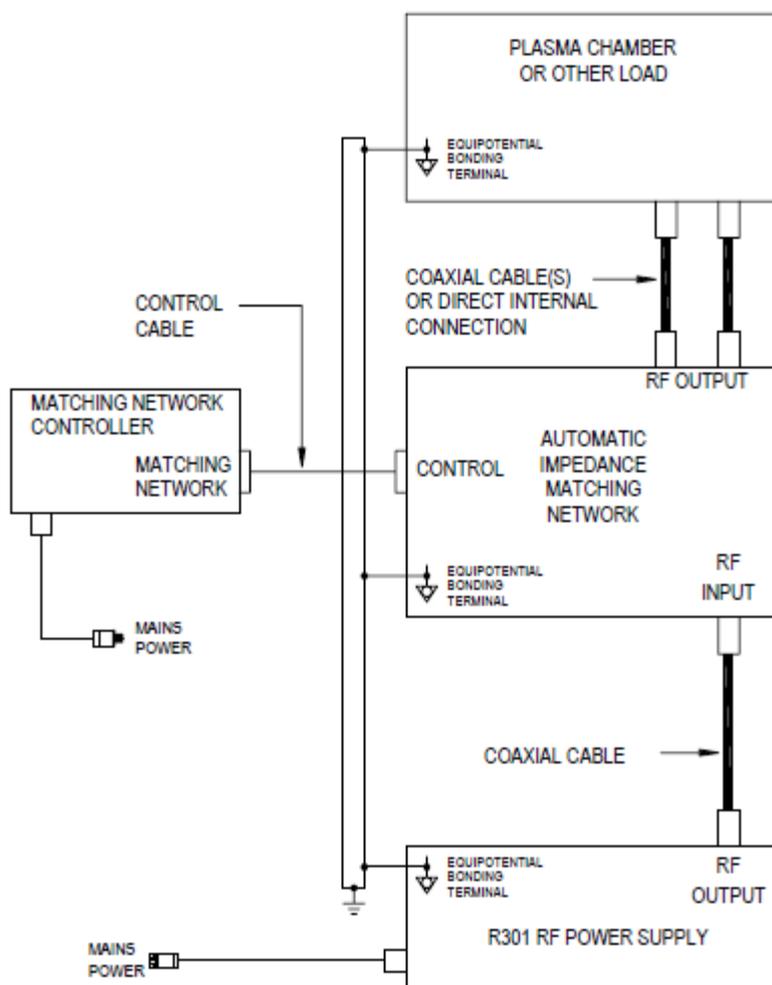


Figura 66 – Configuração do sistema de potência entre a fonte RF e o magnetron.
Extraído de (SEREM, 2003)

2.20 Casador de Impedância AJA/SEREN AT-3

O Casador de Impedância AJA/Seren AT-3 consiste em dois capacitores variáveis e um único indutor fixo, formando uma topologia tipo “L”, que fornece uma ampla faixa de sintonia com baixa perda, entregando máxima transferência de potência para a carga (plasma). Os capacitores variáveis são acionados pelos servomotores do controlador do casador de impedâncias MC2. O Casador de Impedância AJA/SEREN AT-3 e o Controlador do Casador de Impedância AJA/SEREN MC2 foram projetados para trabalhar em conjunto. A Figura 67 mostra uma fotografia do Casador de Impedância AJA/SEREN AT-3.



Figura 67 – Casador de Impedância AT-3

No modo de operação manual os capacitores variáveis podem ser posicionados usando os botões MIN/MAX no painel frontal do controlador MC2, controlando a rotação do servomotor, permitindo que o operador sintonize a rede manualmente para casar a impedância do circuito. No modo de operação automático, o sensor interno do controlador AT-3 detecta fase e magnitude, e gera um sinal de erro. O controlador MC2 reage ao sinal de erro e aciona o servomotor, sintonizando automaticamente a rede para a impedância apropriada (SEREM, 2003).

O Casador de Impedâncias AT-3 não tem controles de operação. Toda operação é feita pelo Controlador MC2. O Casador de Impedâncias AT-3 tem dois potenciômetros de ajuste, localizado em sua lateral esquerda, para anular o sensor de erro interno. A Figura 68 mostra sua lateral esquerda, e a Figura 69 mostra sua vista traseira.

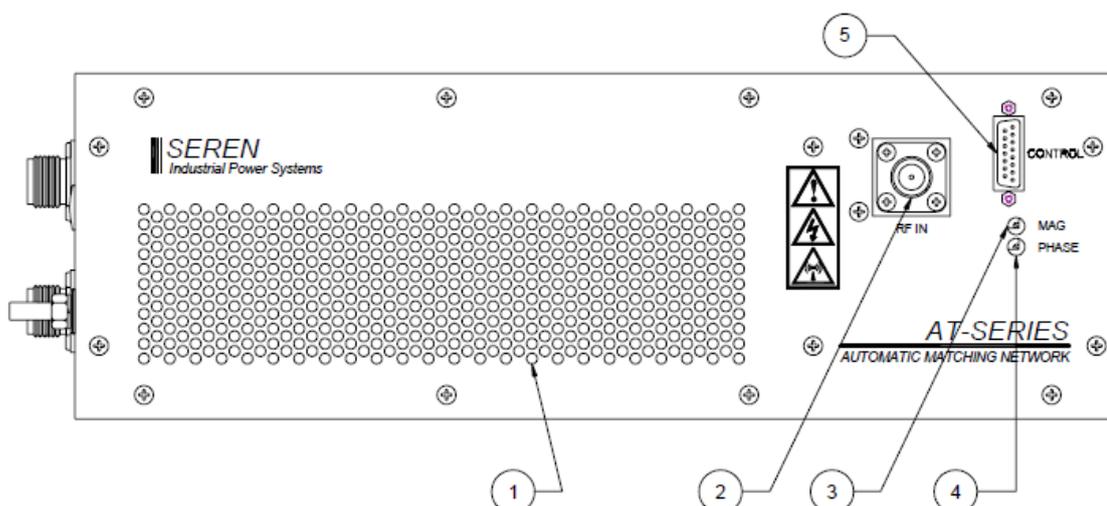


Figura 68 – Vista lateral esquerda do casador de impedância AT-3

Legenda: 1) saída de ar; 2) conector de entrada RF; 3) potenciômetro de ajuste de do sensor de magnitude; 4) potenciômetro de ajuste de do sensor de fase; 5) Conector de controle (DB-15)

Extraído de (SEREM, 2003)

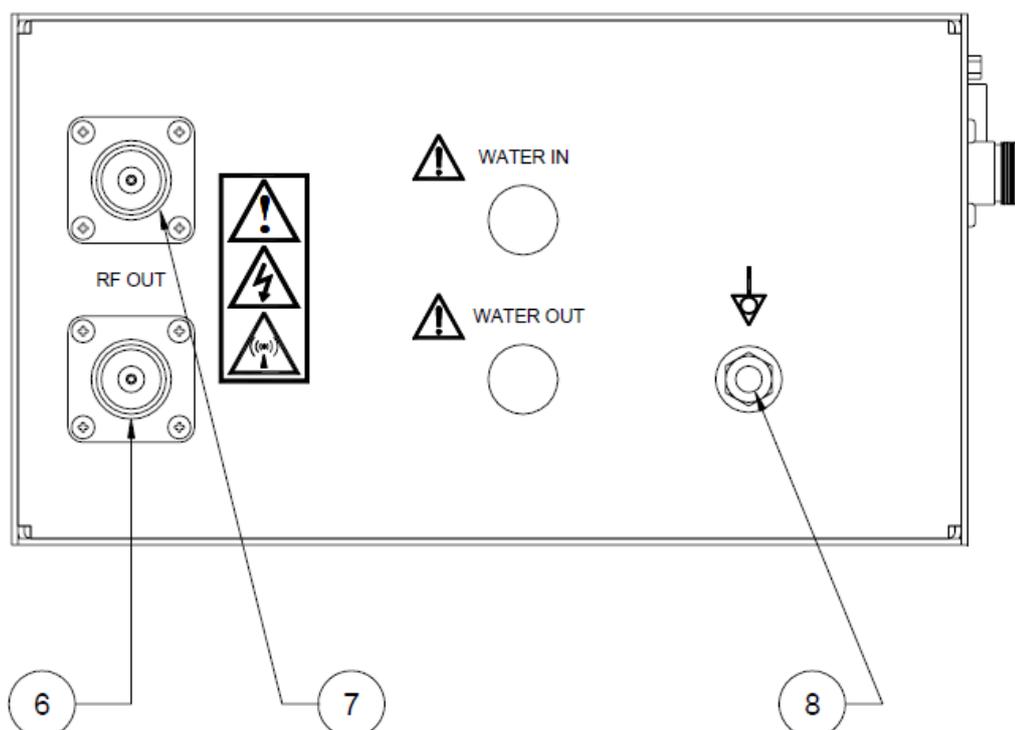


Figura 69 – Vista traseira do casador de impedância AT-3.

Legenda: 6) conector de saída de RF #1; 7) conector de saída de RF #2; 8) Terminal de equipotencialização.

Extraído de (SEREM, 2003)

2.21 Controlador do Casador de Impedância AJA/SEREN MC2

O Controlador do Casador de Impedância MC2 aciona e controla o casador de impedâncias AT-3. O controlador MC2 fornece controle acessível ao usuário, visualização do estado do casador de impedância, e uma interface de controle para o sistema do usuário.

A Figura 70 apresenta o painel frontal do controlador MC2, sendo que os botões da legenda tem as seguintes funções: 1) alterna o MC2 entre os modos RUN e PROGRAM; 2) Move o menu para baixo; 3) Move o menu para cima; 4) Grava alteração do parâmetro; 5) Altera o valor do parâmetro – incremento; 6) Altera o valor do parâmetro – decremento; 7) Manualmente posiciona o capacitor de carga em direção à mínima capacitância; 8) Manualmente posiciona o capacitor de carga em direção à máxima capacitância; 9) Seleciona o modo do capacitor de carga para automático ou manual; 10) Manualmente move o capacitor de sintonia para a mínima capacitância; 11) Manualmente move o capacitor de sintonia para a máxima capacitância; 12) Seleciona o modo do capacitor de sintonia para automático ou manual; e 13) Liga/desliga a fonte. O *display* mostra o estado da posição dos capacitores do casador de impedância, o sinal de erro de fase e magnitude, e outras informações, além de fornecer legendas para o teclado. Duas das quatro linhas do *display* são configuráveis pelo usuário (SEREM, 2003c).

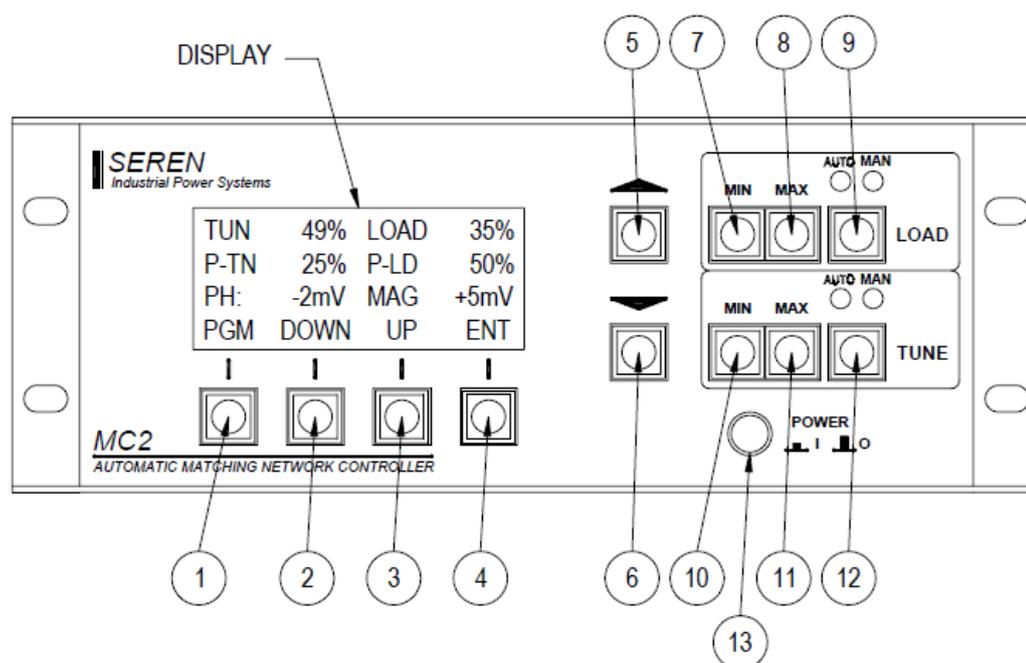


Figura 70 – Painel Frontal do Controlador do Casador de Impedâncias MC2.
Extraído de (SEREM, 2003)

A Figura 71 apresenta o painel traseiro do controlador MC2, sendo: 1) furo roscado; 2) tomada de entrada e gaveta do fusível; 3) seletor de tensão; 4) conector DB-9 para interface RS-232; 5) Ponto de teste COM; 6) potenciômetro de ajuste do ganho do erro de fase; 7) potenciômetro de ajuste do ganho do erro de magnitude; 8) ponto de teste do sinal de erro de fase; 9) ponto de teste do sinal de erro de magnitude; 10) conector do casador de impedância; 11) conector de controle analógico; 12) conector loop-through “para o gerador”; 14) conector loop-through “do sistema”.

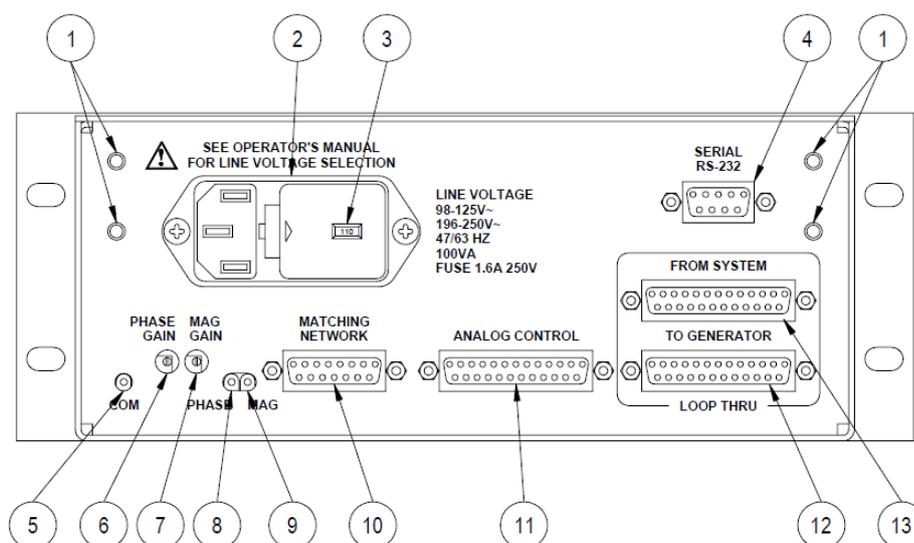


Figura 71 – Painel traseiro do controlador do casador de impedância MC2.
Extraído de (SEREM, 2003)

O Controlador do Casador de Impedância MC2 tem dois modos de controle dos capacitores: automático e manual. O modo automático responde a um sinal de erro do sensor de fase e magnitude do casador de impedância, ajustando automaticamente os capacitores do casador de impedância para minimizar potência refletida à fonte RF. O modo manual desabilita o controle, deixando o ajuste a cargo do operador. O MC2 deve operar no modo automático.

2.22 Remota MKS MacroNode I/O

O MacroNode I/O (Figura 72) é um dispositivo de entrada e saída (I/O) analógica e digital com suporte às redes Ethernet/IP e Modbus/TCP. O dispositivo possibilita rodar localmente programas em C para aplicações que exigem controle local e imediato, como é o caso do intertravamento do CONFOCAL MS. O dispositivo possibilita ainda monitoramento adicional de dados através de um web browser padrão e da interface TOOLweb™ (XML sobre HTTP).



Figura 72 – MacroNode I/O.
Extraído de (MKS, 2011)

O MacroNode I/O é fornecido com diferentes opções de expansão de entradas/saídas (I/O) analógicas e digitais, todas utilizando conector tipo D 37 pinos (“DB-37”). As entradas e saídas da expansão analógica não foram utilizadas no CONFOCAL MS, e por isso não serão detalhadas. Na expansão digital há dois conectores tipo D 37 pinos – um superior e o outro inferior. O que define se um ponto é entrada ou saída é a forma como está conectada. A Figura 73 apresenta o painel frontal de um modelo diferente do instalado no CONFOCAL MS, porém, os itens apontados são os mesmos.

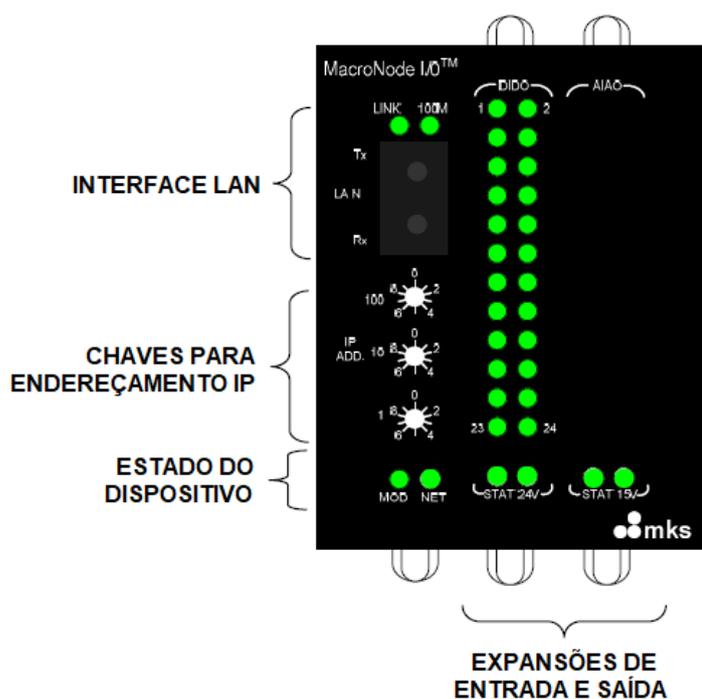


Figura 73 – Painel frontal de um modelo do MacroNode I/O.
Extraído de (MKS, 2011) e modificado

A Figura 74 apresenta a pinagem do conector tipo D 37 pinos (“DB-37”) superior da expansão digital, e a Tabela 5 relaciona o que está ligado nas entradas/saídas (DIO). Foi utilizada a configuração tipo “*sourcing input/sinking output*”. Para essa configuração os pinos 19 e 37 devem estar conectados. A Figura 75 mostra um exemplo de uma montagem *sourcing input* e *sinking output*.

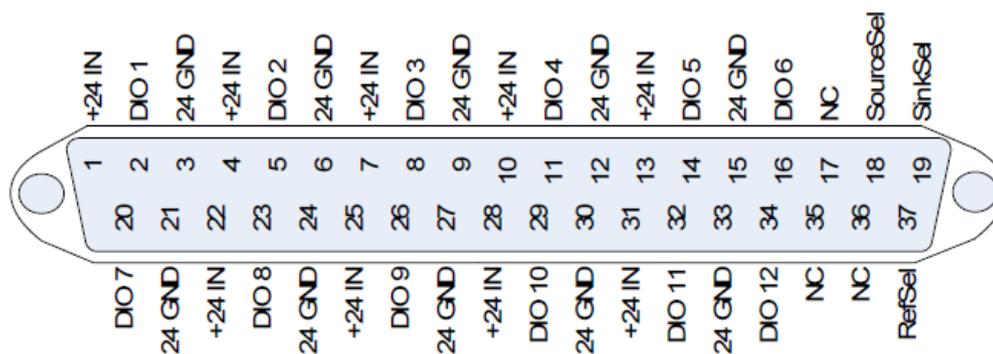


Figura 74 – Pinagem do conector tipo D 37 pinos superior da expansão digital.
Extraído de (MKS, 2011)

Tabela 5 – Descrição das entradas e saídas digitais.

DIO n°	Configuração	Tag	Descrição
1	saída	V11	Válvula 11
2	saída	V9	Válvula 9
3	saída	V7	Válvula 7
4	saída	V5	Válvula 5 - Obturador 5
5	saída	V3	Válvula 3 - Obturador 3
6	saída	V1	Válvula 1 - Obturador 1
7	saída	V12	Válvula 12
8	saída	V10	Válvula 10
9	saída	V8	Válvula 8
10	saída	V6	Válvula 6 - Obturador 6
11	saída	V4	Válvula 4 - Obturador 4
12	saída	V2	Válvula 2 - Obturador 2

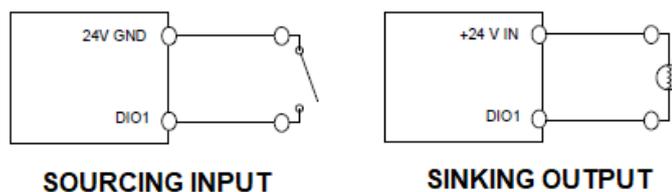


Figura 75 – Exemplo de montagem sourcing input e sinking output.
Extraído de (MKS, 2011)

Os circuitos digitais devem ser alimentados com 24Vcc através do conector de 37 pinos da expansão (+24IN e 24 GND). O cabo com terminal de 37 pinos é conectado em uma placa que faz a interface com as solenóides do manifold pneumático SMC. Esta placa é alimentada com 24Vcc, que alimentam os circuitos digitais. A Figura 76 apresenta o circuito elétrico da placa de interface.

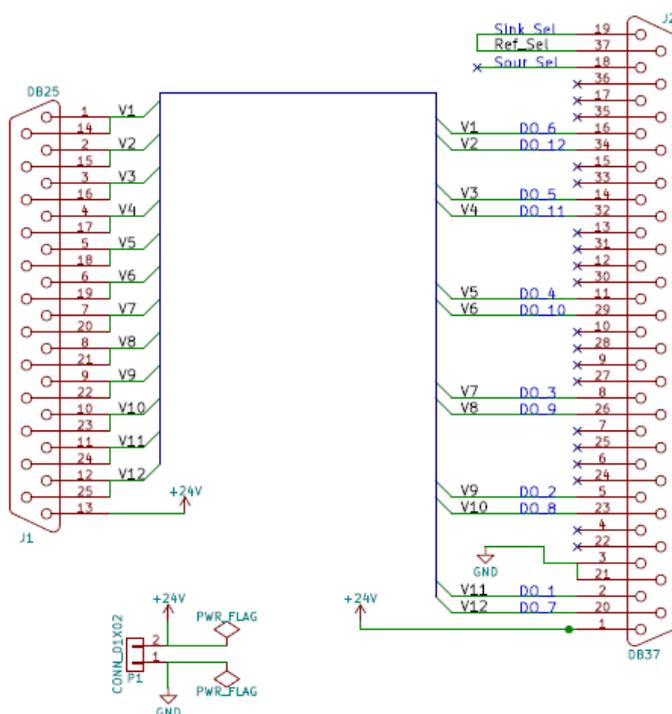


Figura 76 – Circuito elétrico da placa de interface.
Elaborado por Diego González Chávez

A Figura 77 apresenta a pinagem do conector tipo D 37 pinos (“DB-37”) inferior da expansão digital, e a Tabela 6 relaciona o que está ligado nas entradas/saídas (DIO). Foi utilizada a configuração tipo “*sinking input/sourcing output*”. Para essa configuração os pinos 18 e 37 devem estar conectados. A Figura 78 mostra um exemplo de montagem *sinking input* e *sourcing output*.

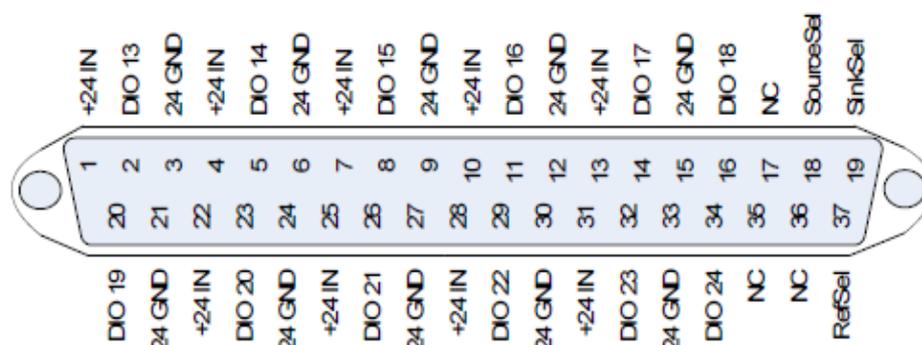


Figura 77 – Pinagem do conector tipo D 37 pinos inferior da expansão digital.
Extraído de (MKS, 2011)

Tabela 6 – Configurações de entradas e saídas digitais.

DIO n°	Configuração	Tag	Descrição
15	saída	INT_RELAY	Relé de intertravamento
16	entrada	NVT	Monitor de tensão trifásico
17	entrada	Water_Sensor	Sensor de vazão de água
18	saída	GateValve_LED	Led de posição da GateValve
19	saída	Reset_LED	Led de reset
20	entrada	EMO	Botão de emergência
21	entrada	GateValveControlSwitch	Seletora da Gate Valve
22	entrada	ResetButton	Botão de reset
23	entrada	GateValveFullyClosedSwitch	Chave fim-de-curso Gate Valve fechada
24	entrada	GateValveFullyOpenSwitch	Chave fim-de-curso Gate Valve aberta

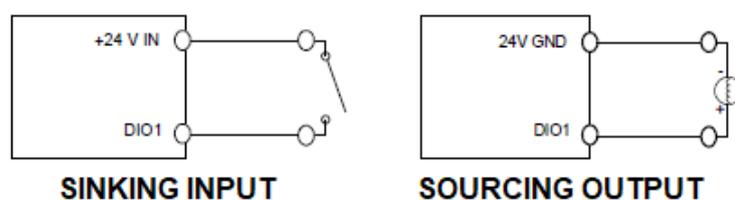


Figura 78 – Exemplo de montagem sinking input e sourcing output.
Extraído de (MKS, 2011)

Os circuitos digitais devem ser alimentados com 24Vcc através do conector de 37 pinos da expansão (+24IN e 24 GND). O cabo com terminal de 37 pinos é conectado em uma borneira, onde suas entradas e saídas são conectadas. Nesta borneira está conectada a fonte 24Vcc que alimenta os circuitos digitais. A Figura 79 apresenta o diagrama de conexão entre a expansão digital inferior e a borneira onde são conectados as entradas e saídas digitais.

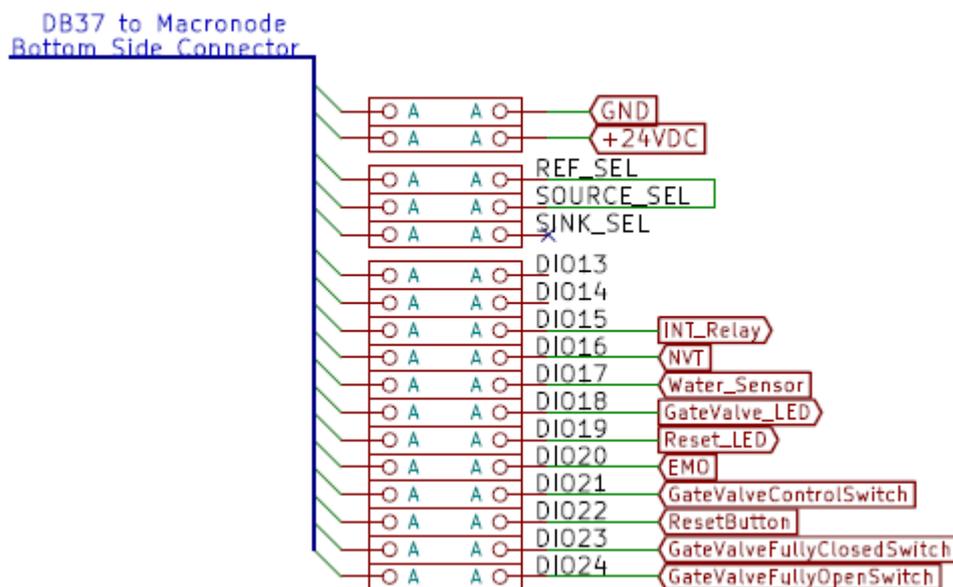


Figura 79 – Conexão entre expansão digital inferior e borneira.
Elaborado por Diego González Chávez

O MacroNode I/O tem três chaves para endereçamento IP em seu painel frontal. Estas chaves também são usadas para definição do modo de operação do dispositivo e para habilitação/deshabilitação do watchdog, e devem ficar posicionadas em 0, para que a atribuição de IP seja feita por DHCP, para colocá-lo no “modo de produção”, e deixar o watchdog habilitado.

Os LEDs do painel frontal indicam status do MacroNode e status da rede. O funcionamento do LED de indicação de status da rede se adapta ao protocolo que está comunicando. A Tabela 7 relaciona as cores dos LEDs com o status indicado.

No CONFOCAL MS, o MacroNode I/O está configurado para comunicar por rede Modbus/TCP. A configuração da rede é feita no LabVIEW.

Tabela 7 – Correspondência dos LED de Status para rede Modbus/TCP.

COR	STATUS LED	NETWORK LED
Desligado	Sem energia	Sem energia
Vermelho	Não suportado	Sem resposta da rede (desconectado)
Âmbar	Booting	Iniciando rede, configurando DHCP
Alternado: vermelho e verde	Falha de Watchdog, saídas desligadas	Erro de configuração de rede
Alternado: vermelho e âmbar	Falha de entrada/saída	Rede inválida, erro de configuração de endereço IP
Alternado: verde e âmbar	Não suportado	Não suportado
Piscando âmbar	Ok, modo diagnóstico, watchdog inativo	Esperando conexão do mestre do Modbus
Piscando verde	Ok, modo produção, watchdog ativo	Mestre Modbus presente e ativo

2.23 Manifold pneumático SMC

O Manifold Pneumático SMC é uma base valvulada para distribuição de ar comprimido. Ele é alimentado em um único ponto, e cada válvula solenóide atua na passagem de ar de um único ponto. O manifold deve ser alimentado com ar comprimido em 6bar. A Figura 80 apresenta o mesmo modelo do manifold usado no CONFOCAL MS, porém com número menor de válvulas.



Figura 80 – Manifold pneumático SMC.
Extraído de (SMC, [s.d.])

A base é composta de 12 válvulas solenóides, que atuam com 24Vcc. Sua atuação é do tipo 5/2, ou seja, cinco pontos de conexão pneumática (portas) e duas posições, conforme Figura 81. Como o retorno é por mola, a falta de tensão 24Vcc coloca a válvula em posição de repouso.

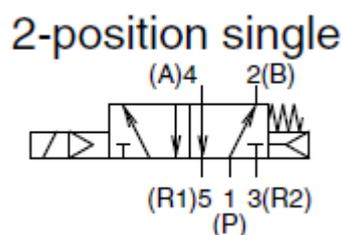


Figura 81 – Válvula atuação 5/2.
Extraído de (SMC, [s.d.])

O comando de abertura e fechamento das válvulas é feito pela Remota MKS MacroNode I/O, através da conexão DB-25. A Figura 82 mostra pinagem do conector DB-25 para as solenóides de cada válvula (SMC, [s.d.]). A tensão das válvulas é de 24Vcc, fornecida através de uma placa de interface entre o manifold SMC e a Remota MKS MacroNode I/O. Foi utilizada a polarização comum positivo.

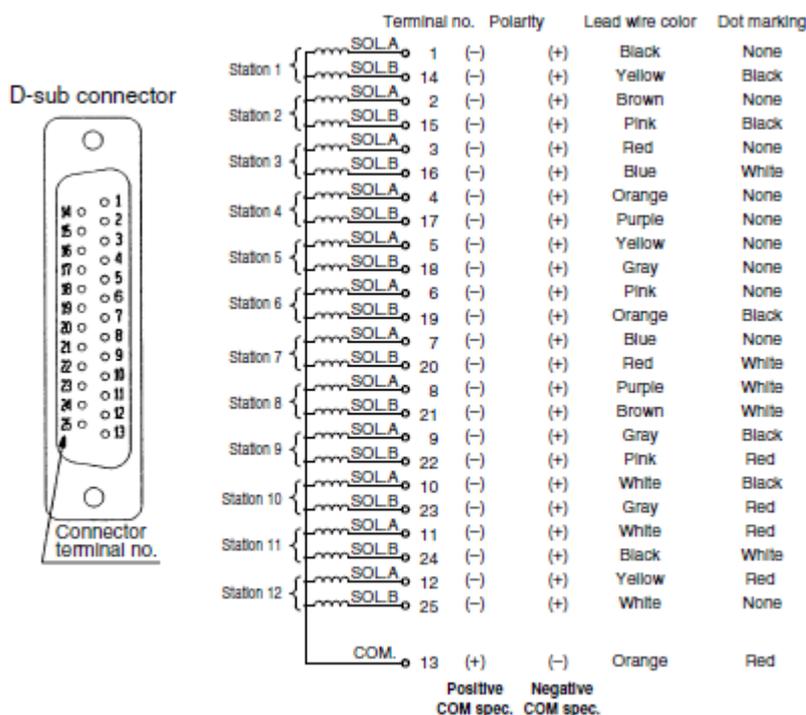


Figura 82 – Pinagem do conector DB-25 do manifold.
Extraído de (SMC, [s.d.]

2.24 Painel de Operação

A montagem do sistema demandou a instalação de alguns botões, sinaleiros e chave seletora. Portanto, foi desenvolvido um painel de operação simples para o suporte mecânico destes dispositivos. A Figura 83 mostra o painel de operação.

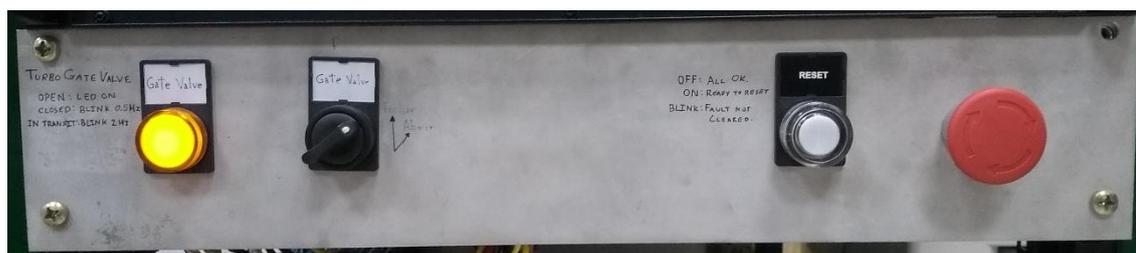


Figura 83 – Painel de Operação.

O painel é composto por uma lâmpada de sinalização, uma chave seletora, um botão iluminado e um botão cogumelo. A chave seletora tem a função de comandar a abertura e fechamento da Válvula Gaveta Pneumática Edwards. A lâmpada de sinalização tem a função de sinalizar a posição da válvula gaveta - caso esteja acesa, indica que a válvula está aberta; se piscando lentamente, a válvula está fechada; e não estará nem aberta e nem fechada se estiver piscando rapidamente. O botão iluminado tem função de reset do sistema de intertravamento.

Ele piscará enquanto houver condições que impeçam o sistema de iniciar, que são: o botão de emergência pressionado, a falta de qualidade de energia, e a falta de água do sistema de refrigeração. Atendendo a todas estas condições, o botão de reset ficará aceso, indicando que basta apertá-lo para iniciar o sistema. Neste caso, após pressionar o botão, o sistema está pronto para partir, e o botão de reset ficará apagado. O botão de emergência desliga todo o sistema, colocando o CONFOCAL MS em condição segura, e deve ser usado por questões de segurança ou de condição de funcionamento anormal de causa desconhecida.

2.25 Computador

O computador utilizado está equipado com processador Intel Core i5-4590 de 3,30GHz 8GB de memória RAM. 8 Portas USB estão disponíveis, sendo que uma está ocupada com mouse e outra com teclado. As restantes, estão conectadas aos conversores de protocolo USB-RS-232 similares ao exposto na Figura 84. Sua porta ethernet está conectada à remota MKS Macronode I/O. Ambos os protocolos de rede são configurados no LabVIEW.



Figura 84 – Conversor de protocolo USB - RS-232.

Extraído de <https://www.techpowerup.com/161371/trendnet-intros-tu-s9-usb-to-serial-converter#g161371>

2.26 LabVIEW

O programa de operação do sistema foi desenvolvido na plataforma LabVIEW. O LabVIEW é um software de engenharia de sistemas criado pela National Instruments especificamente para aplicações que requerem teste, medição e controle, com rápido acesso ao hardware e às informações obtidas a partir dos dados. O LabVIEW oferece uma abordagem de programação gráfica que ajuda a visualizar cada aspecto da aplicação, incluindo a configuração de hardware, dados de medição e depuração. Essa visualização simplifica a integração de

hardware de medição de qualquer fabricante, a representação de lógica complexa no diagrama, o desenvolvimento de algoritmos de análise de dados e a criação de interfaces de usuário.

Os programas do LabVIEW são chamados Instrumentos Virtuais (*Virtual Instruments – VI*) porque muitas vezes são similares em aparência e modo de operação aos instrumentos físicos, como osciloscópios e multímetros. O LabVIEW possui um conjunto abrangente de ferramentas para a aquisição, análise, apresentação e armazenamento de dados, além de ferramentas para ajudar a resolver problemas nos códigos. O VI é dividido em Painel Frontal e Diagrama de Blocos, sendo que ambos são programados e configurados simultaneamente. A conexão das entradas e saídas dos nós das funções do programa é feita tela do diagrama de blocos. O diagrama de blocos contém fios, ícones e funções, podendo também ter *subVIs* e outros objetos do LabVIEW. A interface com o usuário é feita na tela do painel frontal. O painel frontal contém controles e indicadores. A Figura 85 mostra um exemplo de interface e painel frontal correspondentes.

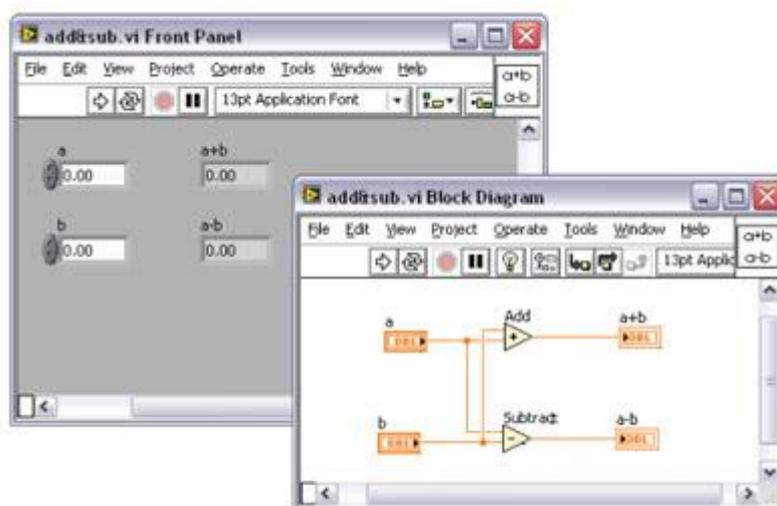


Figura 85 – Painel frontal e diagrama de blocos correspondentes.
Extraído de www.ni.com

Um VI chamado a partir de um diagrama de blocos de outro VI é chamado de *subVI*. Um nó de *subVI* corresponde à chamada de uma sub-rotina nas linguagens de programação baseadas em texto. O nó não é o *subVI* propriamente dito, da mesma forma que uma declaração de chamada de sub-rotina em um programa não é a sub-rotina. Os controles e indicadores do *subVI* recebem dados do diagrama de blocos do VI chamador e devolvem dados a ele.

Para cada VI é mostrado um ícone no canto superior direito da janela do painel frontal e na janela do diagrama de blocos. O ícone é uma representação gráfica de um VI. Ele pode ser formado por texto e imagens. Quando se utiliza um VI como um *subVI*, o ícone identifica o

subVI no diagrama de blocos do *VI* principal. A Figura 86 mostra um exemplo de ícone padrão de um *VI*.



Figura 86 – Ícone do *VI*.
Extraído do software LabVIEW

Para criar um *subVI* é necessário construir um painel de conectores e criar um ícone. O painel de conectores é um conjunto de terminais no ícone que corresponde aos controles e indicadores deste *VI*, de maneira similar à lista de parâmetros de um chamado de função nas linguagens de programação baseadas em texto. O acesso ao painel de conectores é feito clicando com o botão direito do mouse no ícone localizado no canto superior direito da janela do painel frontal. O painel de conectores não é acessado a partir do ícone da janela do diagrama de blocos. O ícone de um *subVI* tem fundo na cor branca. A Figura 87 mostra o painel de conectores.



Figura 87 – Painel de conectores.
Extraído do software LabVIEW

Para que o funcionamento do programa, o LabVIEW precisa trocar dados com os componentes do sistema. A troca de dados foi realizada por duas maneiras: comunicação serial RS-232 e comunicação Ethernet Modbus/TCP.

2.27 Detalhamento Construtivo

A câmara de vácuo é construída em aço inox austenítico (para não ser ferromagnético), com janelas de inspeção de borosilicato (pyrex), diversos acessos para instalação de sensores, duas válvulas globo para entrada de gases, uma tampa superior com vedação por o-ring, 5 magnetrons instalados, espaço para mais 2 magnetrons, e 4 acessos para o processo. Olhando o sistema pela frente, o acesso à esquerda é onde estão instaladas as bombas de vácuo; no acesso à direita fica a *Load-Lock*; e dois acessos reservas sem uso, sendo um por baixo e o outro por trás. As janelas de borosilicato bloqueiam tanto raios UV como raios X, o que garante segurança para a inspeção visual do plasma do processo. Na tampa está instalado um motor para rotação, assim como conexões elétricas para polarização, e conexões de água para

refrigeração, do porta-amostra. A tampa é erguida manualmente através de uma roldana instalada no teto da sala. A câmara está envolta em fitas térmicas que possibilitam seu aquecimento para fins de melhoria do nível do vácuo. Durante a troca dos alvos do magnetron, além da limpeza nos magnetrons, recomenda-se uma limpeza na câmara, através da esfregação de bucha seca e posterior limpeza com papel que não solte resíduo embebido em acetona ou álcool isopropílico.

Na tampa consta também um mecanismo manual para elevação do porta-amostra. Para a inserção da amostra no porta-amostra, a posição do porta-amostra deve ser alta o suficiente para a inserção da haste com o porta-amostra.

3 – Sistemas do CONFOCAL MS

O CONFOCAL MS consome os seguintes insumos durante seu funcionamento: energia elétrica, ar comprimido, água gelada e os gases do processo. O CONFOCAL MS dispõe de sistemas adequados para fornecimento desses insumos. Este capítulo descreve cada um desses sistemas.

3.1 Sistema Elétrico

O sistema elétrico é a base para a instalação de todo o restante do sistema. É através dele que todos os dispositivos são conectados e energizados. O sistema elétrico abrange dois circuitos que se complementam – o circuito de potência e o circuito de comando. O circuito de potência funciona em 220Vac, e é responsável pela alimentação dos dispositivos. O circuito de comando funciona em 24Vac, e sua função é a atuação do sistema de potência. A Figura 88 mostra o painel elétrico.

A conexão do sistema elétrico do CONFOCAL MS com a instalação elétrica do laboratório é feita através de uma tomada pentapolar (3 fases, neutro e terra). Os cabos dessa tomada são conectados ao painel elétrico, que fica atrás do CONFOCAL MS. A Figura 89 apresenta o diagrama da entrada do sistema. DR1 é um dispositivo DR (Diferencial Residual), e D0 é o disjuntor de entrada.

A Figura 90 mostra mais uma parte do sistema elétrico, abordando 5 circuitos. O disjuntor D1 e o contator K1 separam o primeiro circuito. O contator K1 atua somente caso as condições de intertravamento sejam satisfeitas, ligando a maioria dos dispositivos do CONFOCAL MS. Com a atuação do contator K1, o contator K3 atua, energizando as bombas de vácuo. Após o vácuo na câmara chegar a um nível definido no MKS PDR 900, o contator K3 atua, energizando as fontes DC e RF. O disjuntor D4 disponibiliza 127Vac. O transformador abaixa a tensão de 220Vac para 24Vac, uma tensão de comando segura.

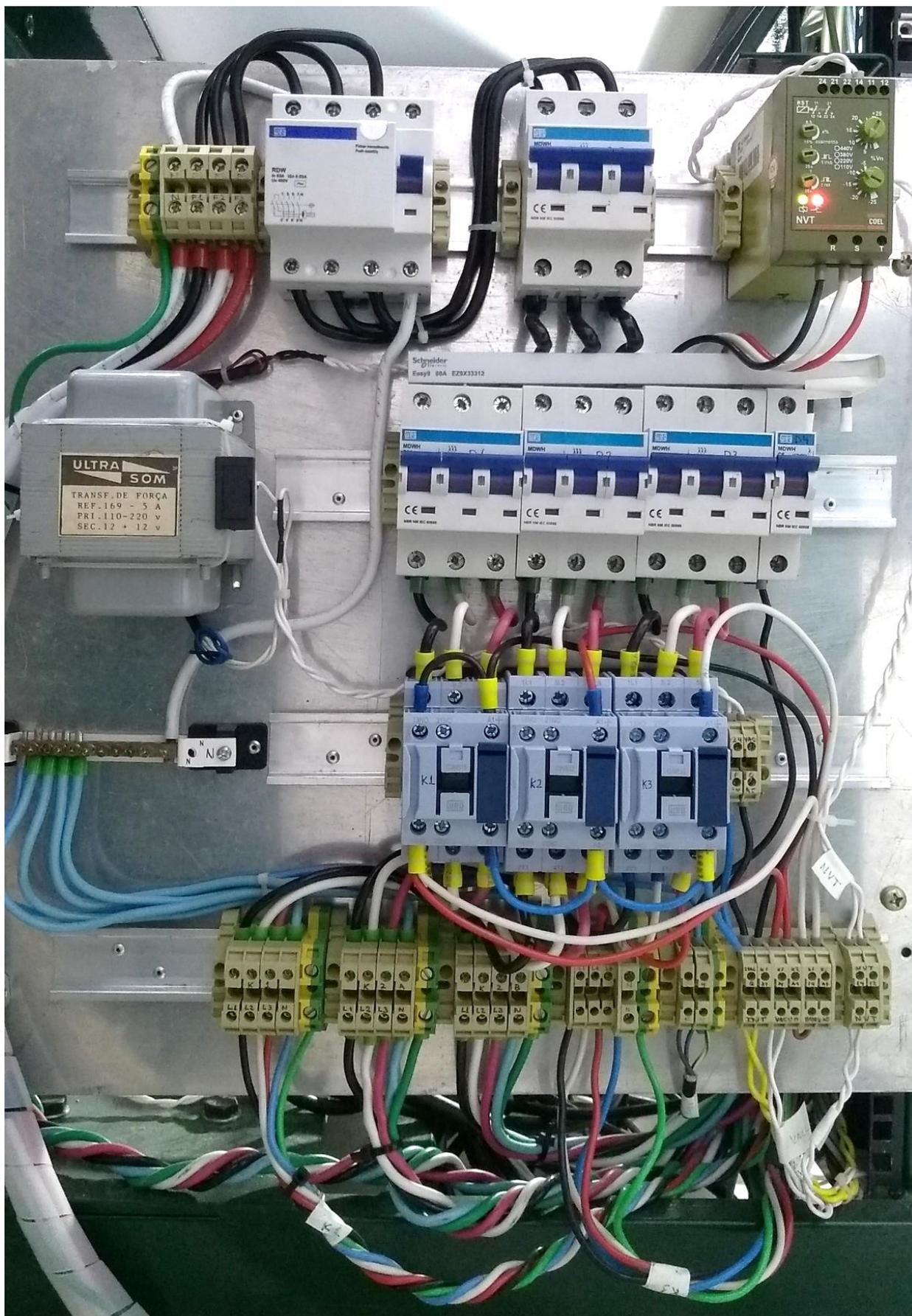


Figura 88 – Painel elétrico.

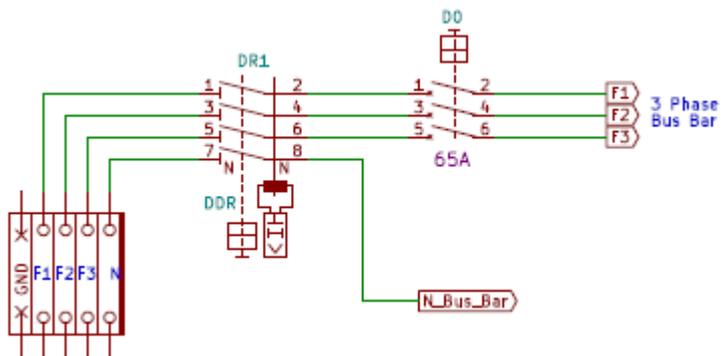


Figura 89 – Entrada do sistema elétrico.
Elaborado por Diego González Chávez

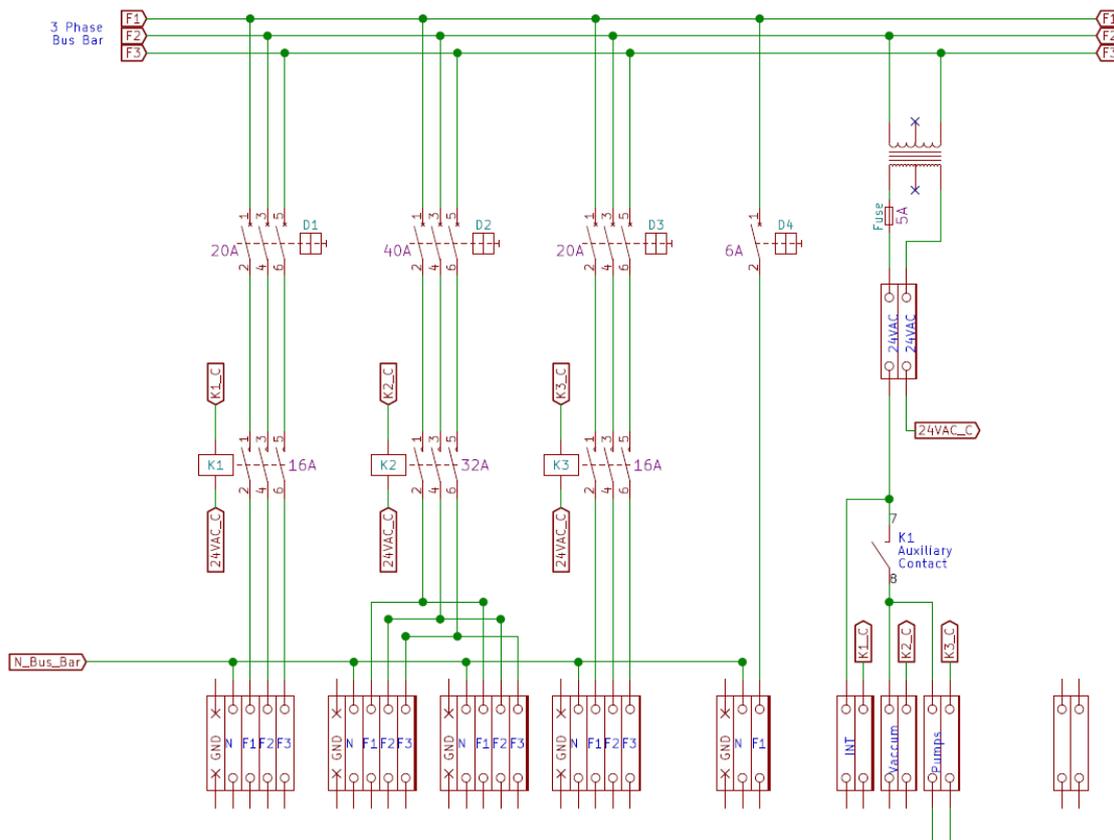


Figura 90 – Diagrama do sistema elétrico.
Elaborado por Diego González Chávez

A Figura 91 mostra o circuito conectado ao contator K3. Ele energiza todas as bombas: o controlador da bomba turbo Adixen ACT1300M, a bomba espiral Adixen XDS 35i, e a T-Station 75. A figura mostra ainda um circuito de comando para atuação da válvula de entrada de ar da bomba turbomolecular.

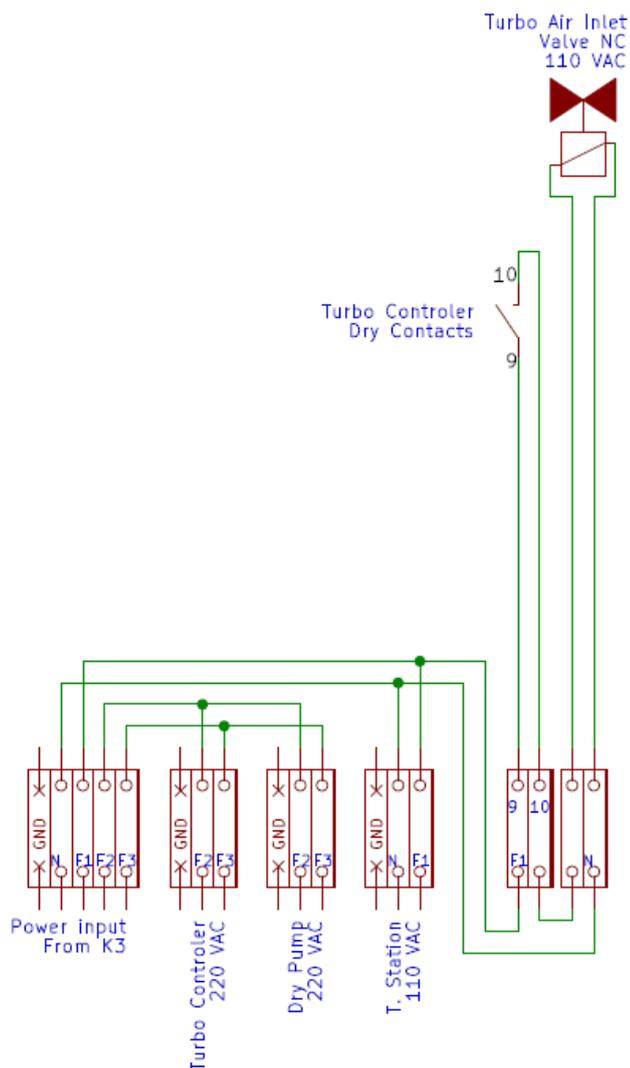


Figura 91 – Circuito do contator K3.
Elaborado por Diego González Chávez

A Figura 92 mostra o diagrama da conexão entre o controlador da bomba turbo molecular Adixen ACT1300M e a bomba espiral Adixen XDS 35i. O fechamento dos circuitos é feito em uma borneira, alimentada por uma fonte em 24Vdc.

A Figura 93 mostra o diagrama da conexão elétrica entre a válvula gaveta pneumática e a remota MKS Macronode.

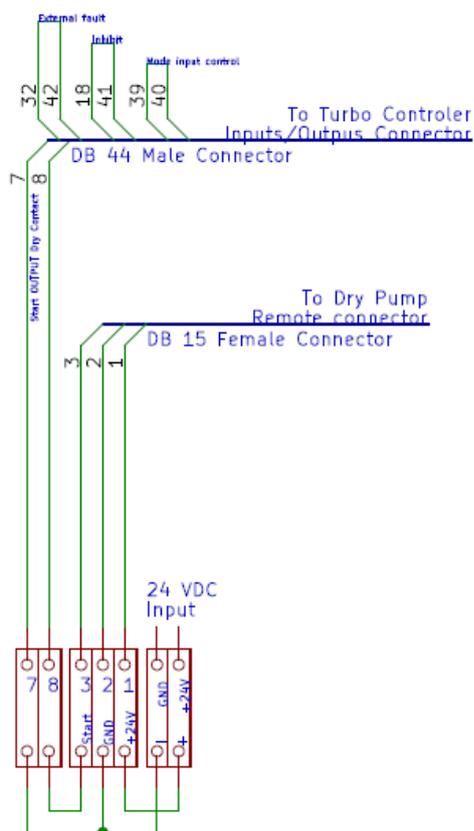


Figura 92 – Conexões entre a controladora da bomba turbomolecular, a bomba espiral e a fonte 24Vdc.
Elaborado por Diego González Chávez

Gate Valve Reel Switches

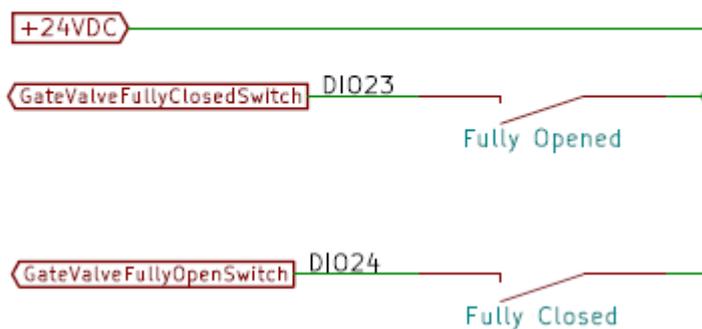


Figura 93 – Diagrama entre a válvula gaveta pneumática e a remota MKS Macronode.
Elaborado por Diego González Chávez

A Figura 94 mostra o diagrama de conexão elétrica entre os dispositivos do painel de controle e a remota MKS Macronode.

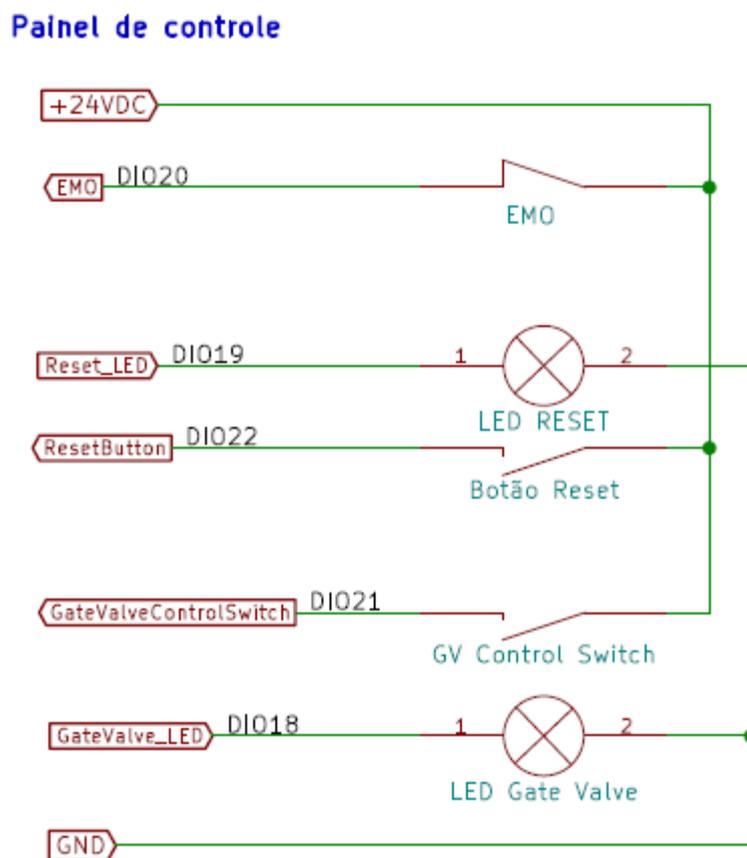


Figura 94 – Diagrama de conexão elétrica entre os dispositivos do painel de controle e a remota Macronode.
Elaborado por Diego González Chávez

A Figura 95 mostra a conexão de 3 circuitos: VAC, INT e NVT. VAC é o contato do relé do MKS PDR 900, que atua quando o vácuo chega ao nível definido no dispositivo. INT é o contato de intertravamento, que faz o contator K1 atuar. NVT é o relé de qualidade de energia elétrica. A figura mostra também a conexão entre o sensor de vazão de água e a remota MKS Macronode I/O.

A Figura 96 mostra o diagrama do circuito de aquecimento da câmara (“Bake”). Somente uma das fases está seccionado pelo relé de estado sólido. O aquecimento ocorre pelas fitas térmicas. A Figura 97 detalha o circuito de aquecimento da câmara.

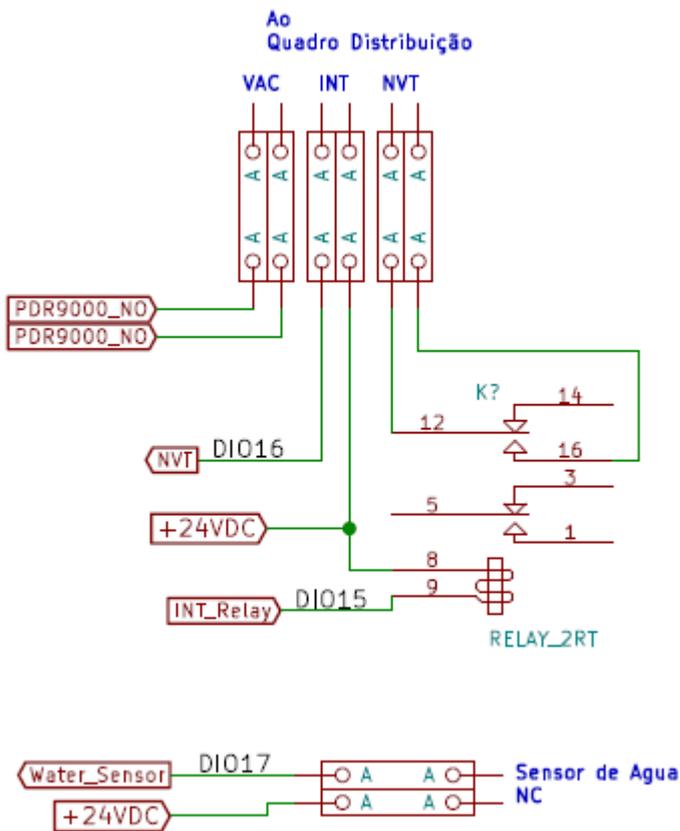


Figura 95 – Conexões de comando.
Elaborado por Diego González Chávez

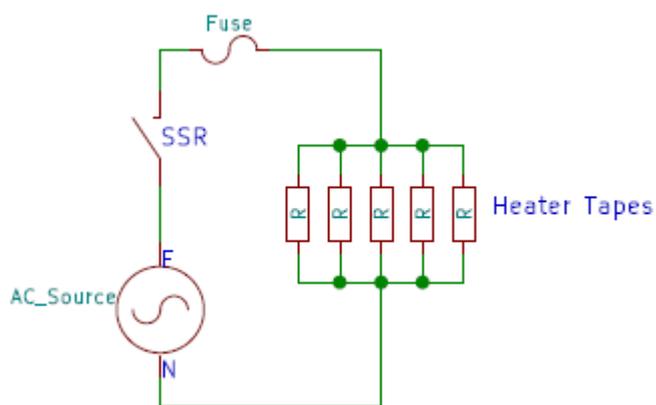


Figura 96 – Diagrama do circuito de aquecimento da câmara (Bake).
Elaborado por Diego González Chávez

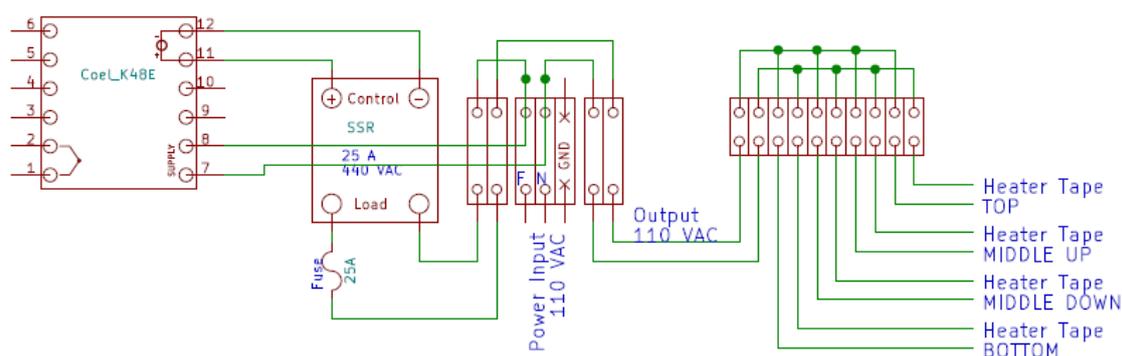


Figura 97 – Circuito de aquecimento da câmara.
Elaborado por Diego González Chávez

3.2 Sistema Pneumático

A válvula gaveta GVC080P e os obturadores (*shutters*) dos magnetrons A300 atuam por ação pneumática. O acionamento pneumático é feito através de válvulas solenóides, montadas na base manifold SMC, que deve ser suprida com ar comprimido à pressão de 0,6MPa. A Figura 98 mostra o diagrama do sistema pneumático.

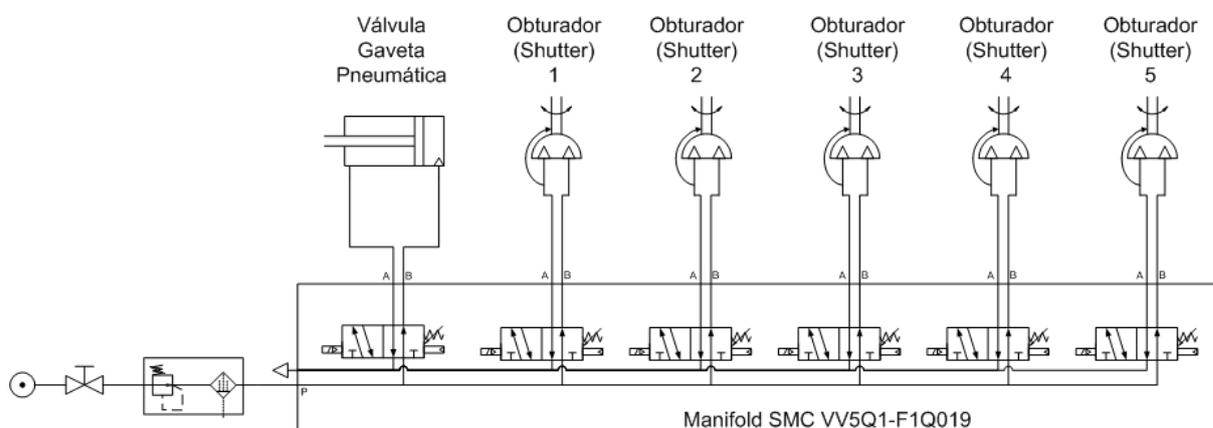


Figura 98 – Diagrama do sistema pneumático.

As válvulas solenóides são controladas pela remota MKS Macronode. Devido tanto a necessidade de alimentar a base manifold com uma tensão de 24Vdc, como pela diferença entre o conector da base manifold (DB-25) e da remota MKS Macronode (DB-37), foi necessário desenvolver uma placa de circuito impresso para a interface entre estes dois dispositivos. A Figura 99 apresenta o diagrama da placa.

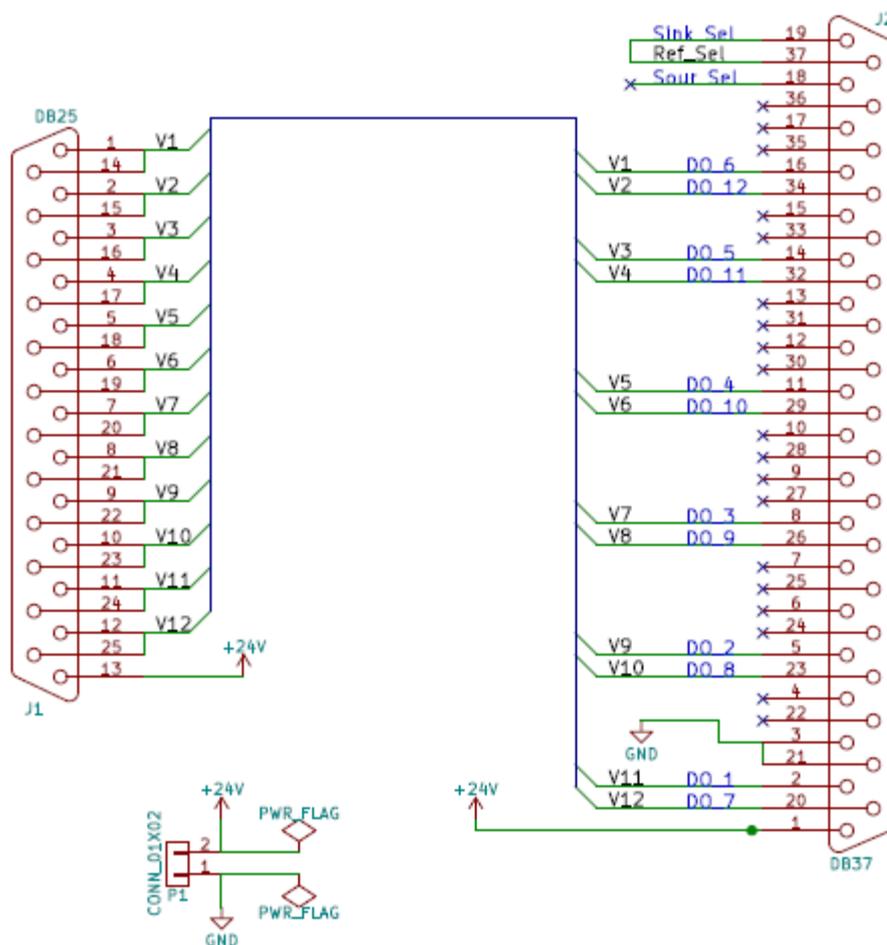


Figura 99 – Conexão da placa de circuito impresso de interface entre a base manifold e a remota MKS.
Elaborado por Diego González Chávez

3.3 Sistema de Refrigeração

O sistema de refrigeração por água gelada foi projetado e montado para resfriar os seguintes componentes: bombas turbomolecular, porta-amostra e os magnetrons. A água circula por um circuito fechado, e é resfriada por um *chiller*. Para fazer a distribuição da água, foi desenhado e fabricado um *manifold* em latão. Uma chave de vazão é responsável por indicar a passagem de vazão, e é um componente de intertravamento no sistema, que não pode funcionar se não houver água gelada circulando. O ajuste da chave de vazão é feito apertando um parafuso, que atua no deslocamento de uma mola, conectada ao contato elétrico. A temperatura da água deve ser ajustada entre 15°C e 25°C, devendo-se observar que a temperatura da água muito baixa pode ocasionar condensação de vapor d'água nos componentes refrigerados dentro da câmara, e ainda que a refrigeração insuficiente dos magnetrons pode deteriorar o campo

magnético de seus ímãs ou danificar o alvo. A Figura 100 mostra o diagrama do sistema de refrigeração.

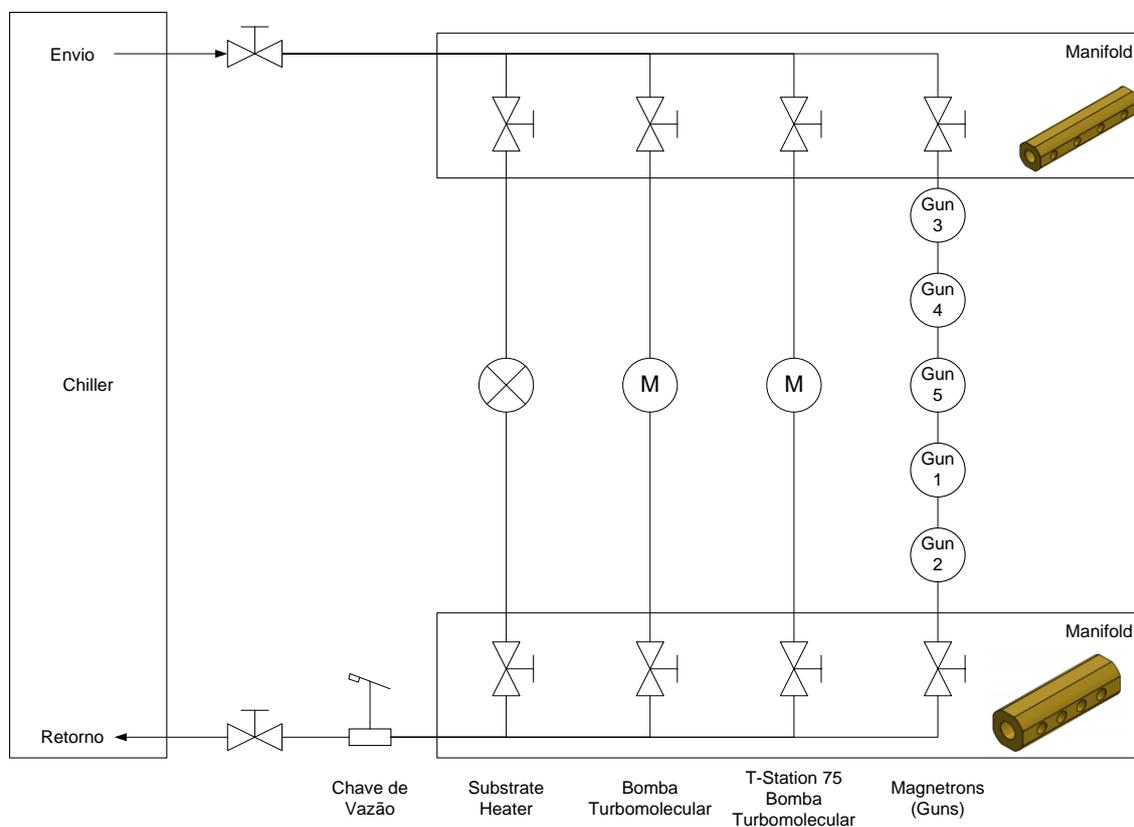


Figura 100 – Diagrama do sistema de refrigeração.

3.4 Sistema de Intertravamento

As seguintes condições são essenciais para o funcionamento do sistema: 1) deve haver circulação de água gelada no sistema de refrigeração; 2) a qualidade de energia tem que estar normal; e 3) o botão de emergência não pode estar pressionado. Estas condições são monitoradas por sensores conectados à Remota MKS MacroNode I/O, formando um sistema de intertravamento. Caso alguma destas condições não seja atendida, o sistema de intertravamento atua nos contadores do sistema elétrico, removendo a energia elétrica de todo o sistema.

O sistema de intertravamento é composto por: botão de emergência, chave de vazão, monitor de qualidade de energia, botão de reset, remota MKS MacroNode I/O e o programa de intertravamento escrito em C. O programa escrito em C roda na Remota MKS MacroNode I/O,

monitorando mudança de estado do botão de emergência, da chave de vazão, e do monitor de qualidade de energia. Já que a Remota MacroNode I/O tem a possibilidade de executar programas em C, optou-se por fazer o programa do sistema de intertravamento na remota, tanto para a resposta do sistema ser mais rápido, quanto para o sistema de intertravamento não depender do computador.

Após restabelecida a condição de funcionamento, deve-se pressionar o botão de reset. Sua função é fazer o operador reconhecer manualmente que o sistema está pronto para ser energizado novamente, e o resultado de sua operação é atuar o contator principal do painel para energizar todo o sistema CONFOCAL MS.

3.5 Sistema de Aquecimento da Câmara (Bake)

Um sistema controlado de aquecimento da câmara de vácuo (*Bake*) foi desenvolvido para melhorar a qualidade do vácuo na câmara, reduzindo a pressão interna para níveis ainda mais baixos. O sistema é composto por: 1) fitas resistivas que aquecem com a passagem da corrente elétrica; 2) um transdutor de temperatura Pt-100 instalado entre a fita térmica e a câmara; 3) um controlador de temperatura COEL K48E, que fornece a leitura da temperatura medida e aciona o relé de estado sólido conforme o valor de ajuste (*setpoint*) definido no controlador; 4) um relé de estado sólido, que, a partir do comando do controlador, liga/desliga as fitas térmicas em 220Vac. A Figura 101 mostra o diagrama do sistema de *Bake*.

Para melhor eficiência do sistema, e ainda caso seja interessante atingir maior temperatura de aquecimento da câmara, recomenda-se que a câmara seja coberta, reduzindo a troca térmica com o ambiente. O papel alumínio é uma cobertura barata, disponível e de fácil instalação. Com a cobertura de papel alumínio, o sistema de aquecimento pode alcançar e controlar temperatura até 150°C. A experiência dos usuários deste tipo de sistema recomenda deixar o *Bake* ligado por uma noite para melhorar a qualidade do vácuo.

Foi utilizado um relé de estado sólido para interrupção de somente uma fase, ao invés de seccionar ambas as fases. Logo, a fita térmica estará sempre com potencial de 127Vac em relação à massa. Desgaste no isolamento da fita poderá causar correntes de fuga para a terra.

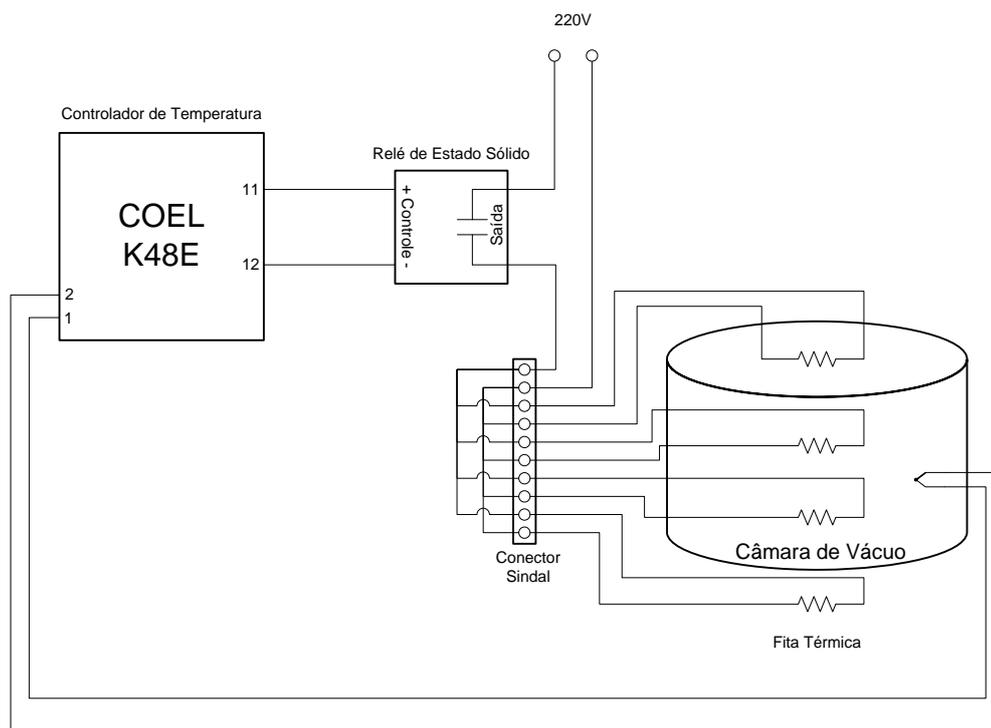


Figura 101 – Diagrama do sistema de aquecimento da câmara (*Bake*).

3.6 Sistemas de Condicionamento do Porta-Amostra

O porta-amostra pode ser aquecido, polarizado e/ou rotacionado, aumentando as possibilidades de condições para produção de amostras. A condição do porta-amostra deve ser definida pelo usuário, conforme os objetivos a serem alcançados.

Os componentes que condicionam o porta-amostra já foram previamente apresentados, mas é no porta-amostra que eles atuam: 1) Controlador de Temperatura do Porta-amostra AJA SHQ-15A; 2) Aquecedor do Porta-amostra AJA SHQ400; e, 3) Controlador do Motor do Porta-Substrato AJA SXMC.

A altura do porta-amostra é ajustável. Os magnetrons devem ser posicionados todos com a mesma angulação, e o porta-amostra deve ficar na altura do ponto focal comum – ou, ponto Confocal. Ou seja, traçando uma linha imaginária a partir dos magnetrons, o ponto Confocal é onde as linhas se cruzam. A montagem da câmara oferece dificuldade para medida dos ângulos dos magnetrons, então o posicionamento deve ser visual, e necessariamente as taxas de deposição devem ser recalibradas sempre que as angulações dos magnetrons forem alteradas, como ocorre quando os alvos são substituídos. A Figura 102 apresenta um diagrama simplificado da câmara de vácuo.

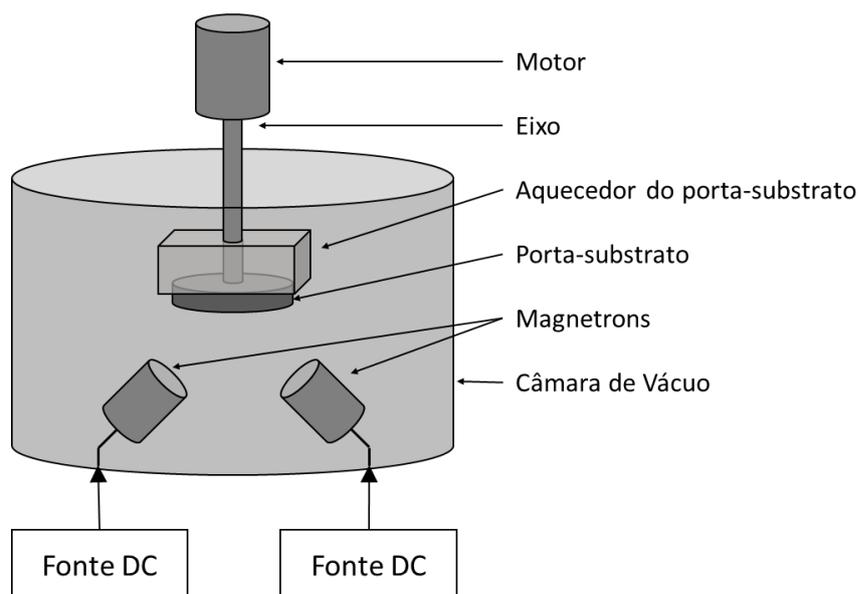


Figura 102 – Diagrama interno simplificado da câmara.
Extraído de (GERK; MELLO, 2019)

Para aquecimento do porta-amostra o Controlador de Temperatura do Porta-amostra AJA SHQ-15A atua em conjunto com o Aquecedor do Porta-amostra AJA SHQ400. O método de aquecimento do porta-amostra é por radiação. É possível alcançar até 1000°C, porém é importante ressaltar que este sistema jamais deve ser operado acima de 800°C, pois há uma limitação de dissipação de energia.

A rotação deve estar sempre ligada quando o porta-amostra está polarizado ou aquecido, sem jamais exceder 20 RPM. A polarização RF ou DC do porta-amostra jamais deverá ser superior a 50W.

O porta-amostra é uma peça feita de uma liga especial (*inconel*) não magnética que suporta altas temperaturas (até 1200°C). Ele tem uma estrutura mecânica para encaixe no eixo do motor, e furos para entrada de parafusos. A Figura 103 mostra o porta-amostra com o suporte para fixação mecânica de amostras.

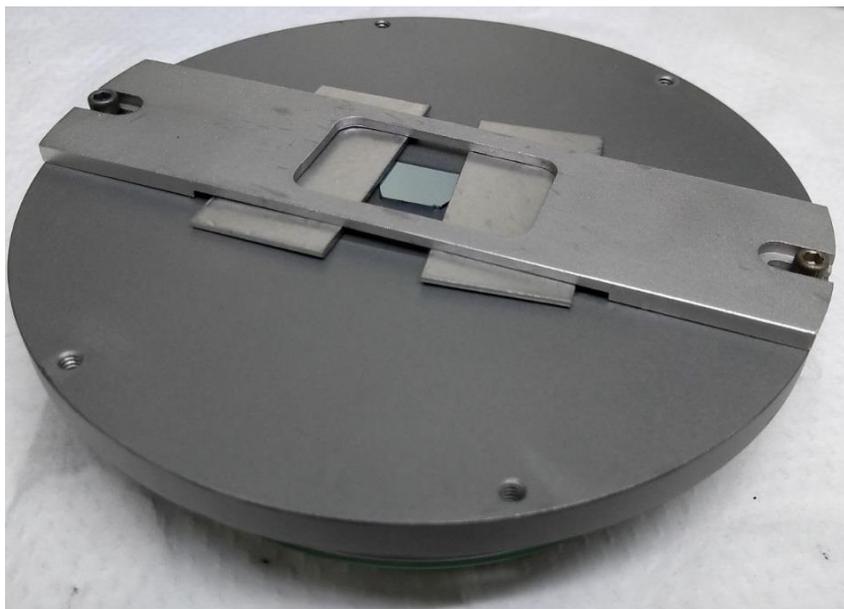


Figura 103 – Porta-amostra.

3.7 Sistema de Gases

O sistema de gases de processo é responsável por controlar o conteúdo de gases dentro da câmara de vácuo. É dentro da câmara de vácuo que acontecem todos os processos relacionados à produção de filmes finos.

Por ser necessário controlar o conteúdo de gases dentro da câmara é primordial que seja feito vácuo na câmara, retirando o máximo possível o conteúdo de ar atmosférico da câmara – o *vácuo de base*. O ar atmosférico é composto de uma mistura de gases, porém o objetivo é obter uma atmosfera controlada e conhecida. A *qualidade do vácuo*, ou seja, a menor pressão de base obtida, minimiza a influência de gases contaminantes na câmara. Este sistema usa um duplo sistema de bombeamento de gases, obtendo valores de pressão na região do ultra alto vácuo (10^{-8} Torr). A medida de pressão do vácuo de base é feita pelo Transdutor Multi-Sensor MKS 999 Quattro em conjunto com Fonte e Leitor MKS PDR900.

Acoplada à entrada da bomba turbo molecular está a Válvula Gaveta Edwards, cuja função é principalmente de segurança operacional, fechando em caso de interrupção das condições de funcionamento do sistema de intertravamento. Este fechamento protege a bomba turbo molecular, evitando a entrada de ar atmosférico na câmara, e mantendo algum nível de vácuo.

Acoplada à Válvula Gaveta Edwards está a Válvula Reguladora de Exaustão MKS 653B. Esta válvula é o atuador da malha de controle de pressão na câmara, cujo controlador é o MKS 651C, e o sensor de pressão é o Transdutor de Pressão Absoluta MKS 627B *Baratron*.

Se, por um lado, o Transdutor Multi-Sensor MKS 999 Quattro, em conjunto com Fonte e Leitor MKS PDR900, mede a pressão do vácuo de base; por outro, o Transdutor de Pressão Absoluta MKS 627B *Baratron* mede a pressão de vácuo de trabalho. O motivo do uso de dois sensores de pressão diferentes é que, se por um lado, o Transdutor Multi-Sensor MKS 999 Quattro tem uma ampla faixa de medida, por outro ele é calibrado para nitrogênio; já o Transdutor de Pressão Absoluta MKS 627B *Baratron*, apesar de sua faixa de medida ser mais limitada, ele é indiferente ao gás medido.

Ao operar com somente um gás na câmara (Argônio), o Controlador de Pressão MKS 651C ajusta a posição da Válvula Reguladora de Exaustão MKS 653B para que a leitura do Transdutor de Pressão Absoluta MKS 627B *Baratron* acompanhe o valor desejado (*setpoint*) de pressão.

Ao operar com mais de um gás na câmara, a Válvula Reguladora de Exaustão MKS 653B deve ficar fixa, parcialmente fechada, e o controle de pressão ser feito pelo Controlador de Gases MKS 647C, através da variação da vazão mássica dos gases inseridos na câmara, por meio da atuação dos *Mass-Flo* - o Controlador de Vazão MKS 1179A (Ar) e o Medidor de Vazão MKS 179A (N₂ ou O₂). Existe duas formas de fazer o controle de pressão na câmara ao usar mais de um gás no processo. A primeira forma é conectar o Transdutor de Pressão Absoluta MKS 627B *Baratron* no Controlador de Gases MKS 647C, e por ele fazer o controle de pressão, atuando da injeção dos gases. A segunda forma é, a partir de uma posição fixa da Válvula Reguladora de Exaustão MKS 653B, injetar primeiro o argônio em uma vazão fixa até atingir determinada pressão, para, em seguida, injetar o segundo gás também em vazão fixa até a pressão final desejada. Todas as amostras feitas para validação do sistema CONFOCAL MS foram feitas desta segunda forma.

O diagrama da Figura 104 apresenta o sistema de gases do CONFOCAL MS.

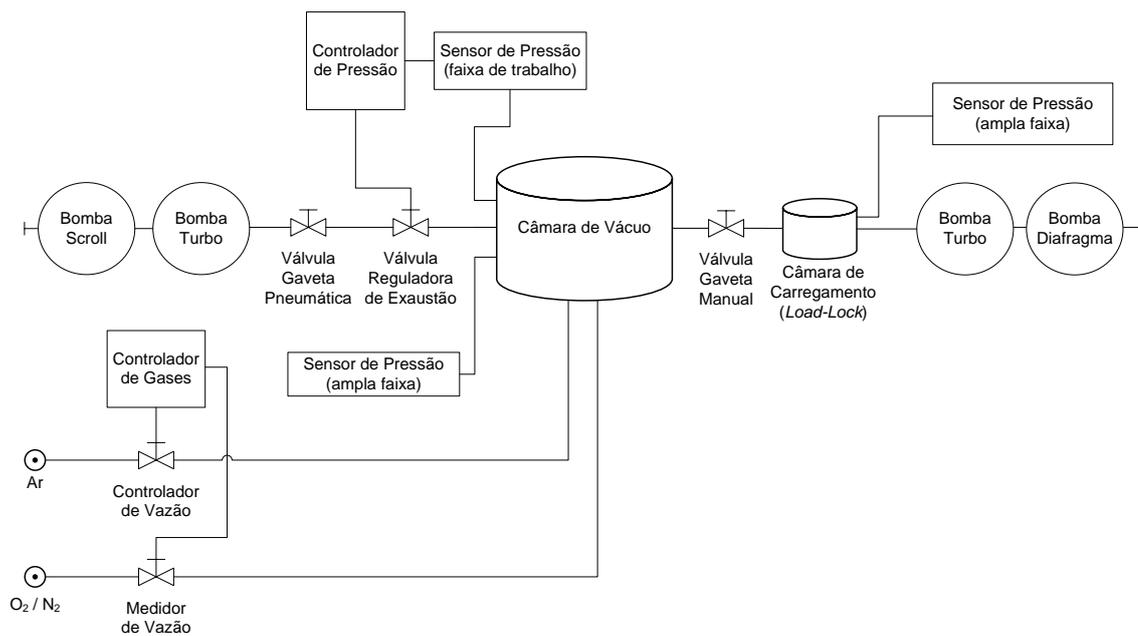


Figura 104 – Diagrama de gases do CONFOCAL MS.
Extraído de (GERK; MELLO, 2019)

4 – Integração dos Sistemas e Programação

Todos os sistemas descritos anteriormente foram integrados para atuar de forma coordenada com o objetivo de produzir amostras de filmes finos por *sputtering*. Para isso, os dispositivos precisam se comunicar. O computador é onde está rodando o programa que coordena todos os sistemas, trocando dados com os dispositivos. As comunicações de dados usam dois protocolos: RS-232 e o Modbus/TCP. As comunicações foram configuradas no LabVIEW, que também é onde roda o programa e a interface. Uma característica do LabVIEW que facilita o desenvolvimento é que a interface é elaborada concomitantemente com o programa. O desenvolvimento do programa seguiu as seguintes etapas: primeiramente, as comunicações foram configuradas; tendo todos os dispositivos trocando dados com o computador, foi desenvolvido um programa que possibilite o monitoramento e controle pelo usuário de todos os dispositivos conectados; Em seguida, foram desenvolvidas rotinas que possibilitem a execução automática do programa a partir de uma receita, onde constam os parâmetros a serem configurados nos dispositivos durante a execução do processo. A Figura 105 apresenta um diagrama da integração do CONFOCAL MS. A caixa tracejada no Transdutor de Pressão Absoluta *Baratron* é para indicar que existe a possibilidade de conectá-lo ao Controlador de Gases MKS 647C.

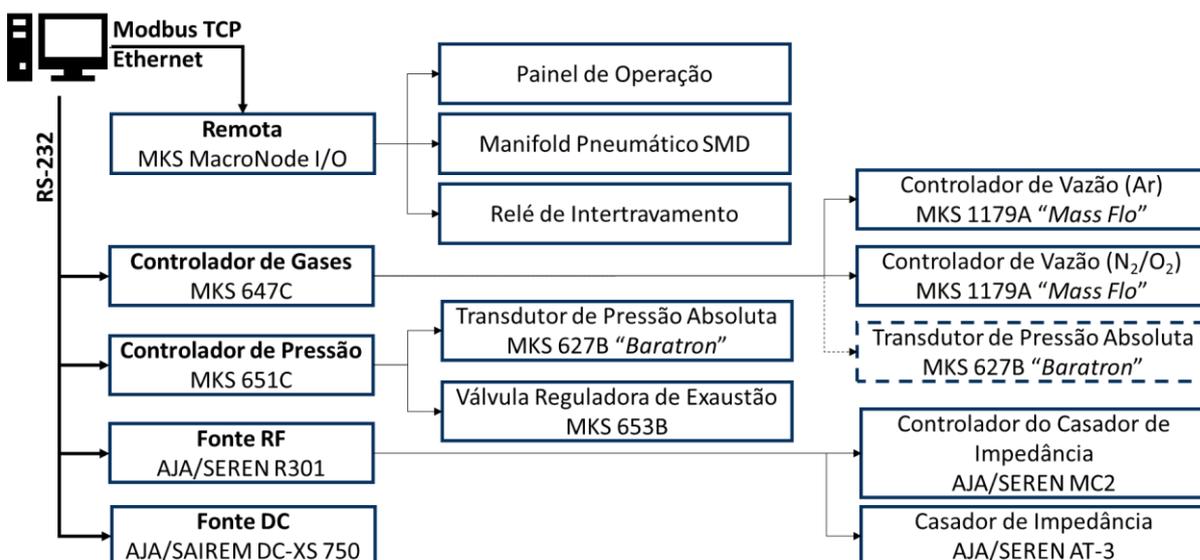


Figura 105 – Integração do CONFOCAL MS.

4.1 Comunicação

O RS-232 é um protocolo para troca de dados ponto a ponto serial. A forma de troca de dados é através de perguntas (*query*) e respostas (*acknowledge*). O computador envia uma pergunta em um formato de caractere ASCII e recebe uma resposta do dispositivo, que pode ser um valor booleano, byte, ponto flutuante, etc. Como existe um tempo entre a pergunta e a resposta, o programa tem uma interrupção de 250ms, que é tempo suficiente para os dispositivos receberem as perguntas e disponibilizarem as respostas. Uma vez que o computador não tem porta serial RS-232 disponível, foram usados conversores de protocolo USB-RS232 para cada dispositivo que se comunica pela porta serial: Controlador de Gases MKS 647C, Controlador de Pressão MKS 651C, Fonte RF AJA/SEREN R301 e Fonte DC AJA/SAIREM DC-XS 750.

MODBUS é um protocolo de mensagens da camada de aplicação, posicionado no nível 7 do modelo OSI, que fornece comunicação cliente-servidor entre dispositivos conectados em diferentes tipos de barramentos ou redes. MODBUS é um protocolo de solicitação-resposta e oferece serviços especificados por códigos de função. O Modbus é mais comumente implementado usando TCP / IP sobre Ethernet ou por Transmissão serial assíncrona em uma variedade de mídias, como RS-232 e rádio. (“Modbus Application Protocol Specification V1.1b3”, 2012)

Somente a Remota MKS MacroNode I/O se comunica com o computador via Modbus/TCP. A configuração da comunicação é feita colocando ambos os dispositivos na mesma faixa de IP (Internet Protocol). Essa configuração pode ser feita na página do dispositivo, acessado via browser, conforme instruções em seu manual. (MKS, 2011)

4.2 Fluxograma

De forma geral, o programa funciona conforme o fluxograma da Figura 106. É um programa que roda em loop, cuja primeira verificação é o modo de operação do programa. Se o modo de operação for manual, o programa lê os comandos da interface; se o modo de operação for automático, o programa lê os parâmetros do processo no arquivo da receita, e interpreta o que esses parâmetros significa em comandos para os dispositivos conectados por comunicação de dados. Em seguida, o programa escreve nos dispositivos. Neste ponto, o programa faz uma pausa de 250ms que não consta no fluxograma. Esta pausa serve para que todos os dispositivos

do CONFOCAL MS processem os comandos recebidos. Depois da pausa, o programa lê os dados enviados pelos dispositivos, e em seguida, atualiza a interface com estes dados.

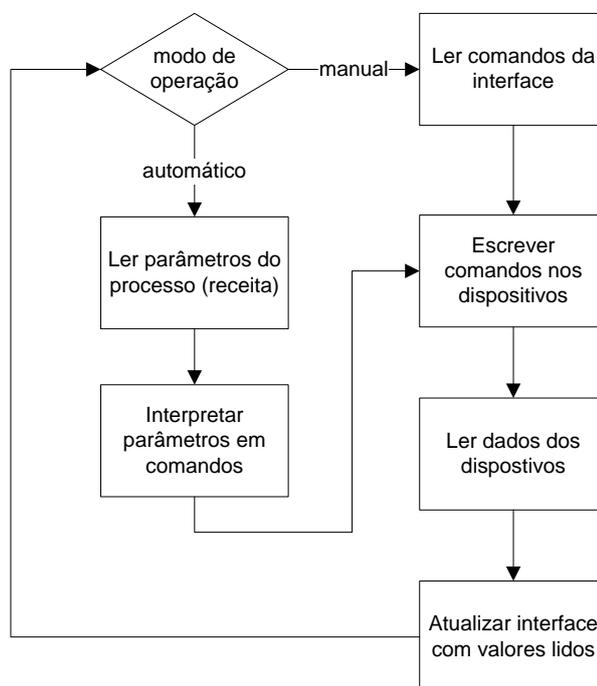


Figura 106 – Fluxograma do programa.

4.3 Programa e Sub-rotinas (*Virtual Instruments*)

O programa roda em loop o *Virtual Instrument (VI)* principal, que chama outros *VI* (sub-rotinas). O programa principal recebe como entrada a saída da sub-rotina de configuração (CONFIG), que é o ambiente de configuração das comunicações RS-232. Os seguintes dispositivos têm um *VI* (sub-rotina) específico para troca de dados: 651C, 647C, Fonte DC e Fonte RF. Uma sub-rotina controla o funcionamento dos obturadores (*shutters*), incluindo a possibilidade de temporalizá-lo durante a operação manual. Uma sub-rotina é específica para o controle automático do processo

4.4 Interface

A Figura 107 mostra a interface do programa. Na parte superior está o local de entrada do caminho para o arquivo da receita, o botão de seleção de modo de operação, e o botão STOP que para o programa. Na linha seguinte, há um campo para indicação da etapa atual do processo quando em funcionamento automático, o tempo total decorrido, o botão para iniciar a operação automática, e o botão CONFIG para ajuste de configurações. Nas quatro caixas centrais estão

os comandos e leituras referentes a cada um dos dispositivos da caixa. A caixa inferior é para comando e controle de tempo de cada um dos obturadores (*shutters*).

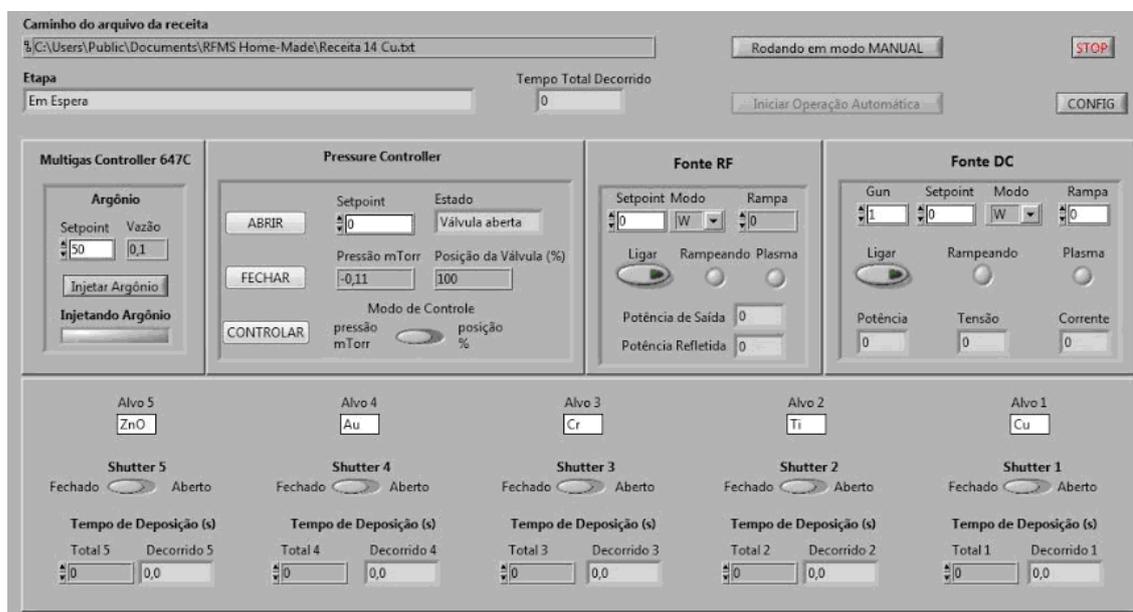


Figura 107 – Painel de operação principal do software desenvolvido em LabVIEW.

4.5 Parâmetros do Processo de Deposição (Receita)

A receita é um arquivo .txt para inserção dos parâmetros do processo de deposição. A Figura 108 apresenta um exemplo de arquivo de receita aberto no bloco de notas. O exemplo da figura seria para produzir um filme de 3 camadas: a primeira camada feita no magnetron 3, com 600s de tempo de deposição e com a fonte DC dissipando 100mA pela *Gun* 1; a segunda camada feita no magnetron 5, com 1200s de tempo de deposição e com a fonte DC dissipando 150mA pela *Gun* 2; e a terceira camada feita no magnetron 4, com 600s de tempo de deposição e com a fonte DC dissipando 100mA pela *Gun* 1.



Figura 108 – Exemplo de receita.

Os seguintes parâmetros são referentes a todo processo: V_Ar é o *setpoint* da vazão de argônio; SP_Tr é o *setpoint* da pressão de trabalho em mTorr; T_Limp é o tempo de limpeza do alvo, que é o tempo em que o plasma ficará aceso com o obturador (*shutter*) fechado; Qtd_Camadas é a quantidade de camadas que será depositada.

Os seguintes parâmetros são referentes a cada camada: Camada é o número da camada; que deve ser um valor sequencial; Shut é o número do Obturador (*shutter*), numerados em sentido anti-horário; T_Dep é o tempo de deposição, o tempo em quem o *shutter* ficará aberto; Fonte define se será usado DC ou RF; Gun é a saída da fonte DC que será usada (não é usado se for usada fonte RF); STPT é o *setpoint*, e Modo define como o *setpoint* será empregado (mA, V ou W); Rampa define se a saída da fonte deve subir/descer gradativamente, e é configurado valor em segundos.

O programa é sensível à correta leitura do arquivo de receita, e qualquer erro de leitura impedirá o CONFOCAL MS de fazer a deposição conforme esperada. Deve-se atentar aos parâmetros esperados (como valores de tempo em segundos, ou DC/RF para o caso das fontes) e à correta tabulação dos dados.

5 – Procedimentos para Produção de Amostras

Para uso do CONFOCAL MS deve-se seguir alguns procedimentos que vão desde a montagem do sistema, passando pela limpeza das amostras, até o processo de deposição ou reação assistida a plasma. Inicialmente, a câmara deve ser preparada. Isso inclui a abertura e fechamento da câmara de vácuo, a limpeza da câmara de vácuo e a montagem dos alvos nos magnetrons. As amostras, antes de serem inseridas na *Load-Lock* devem estar limpas. Com o sistema rodando, e já obtido um bom nível de vácuo de base na câmara, existe um procedimento para inserção das amostras na câmara de vácuo via *Load-Lock*. Com o porta-amostra posicionado, pode-se iniciar a produção da amostra. Esta produção pode ser uma simples deposição monocamada em atmosfera inerte, ou pode envolver mais de uma camada, com atmosfera reativa, com porta-amostra polarizado, aquecido e rodando. A produção também poderá ser um desbaste iônico por argônio ou uma reação assistida a plasma, sendo o procedimento o mesmo, porém o argônio não reage com o material da amostra.

5.1 Abertura da Câmara de Vácuo

Para abrir a câmara de vácuo é necessário retornar a pressão na câmara para a pressão atmosférica. Isso é feito através da *Load-Lock*, que tem uma válvula para “quebra de vácuo”. Deve-se equalizar as pressões na câmara de vácuo e na *Load-Lock*, mediante comparação da medida de pressão mostrada no PDR-900 e na T-Station 75 e ressalvadas as diferenças de unidades de pressão nas medidas apresentadas (mTorr, Pa ou mBar), para em seguida abrir a válvula gaveta que separa câmara de vácuo e a *Load-Lock*. Depois, deve-se desligar as bombas – espiral, turbomolecular e T-Station 75 – e aguardar até que a rotação de todas as bombas seja zero. Quando a rotação das bombas for zero, deve-se abrir esta válvula da *Load-Lock* para “quebrar o vácuo”, circulada na Figura 109.

Após a equalização da pressão da câmara com a pressão atmosférica, observada na medida de pressão no PDR-900, a tampa da câmara poderá ser suspensa. A suspensão da tampa deve ser realizada manualmente através de roldana instalada no teto da sala, Figura 110. Antes de suspender a tampa, deve-se desconectar o cabo coaxial usado para polarizar o porta-amostra. A circulação de água gelada deve ser desligada, para evitar condensação de vapor d’água no interior da câmara de vácuo.



Figura 109 – Válvula para "quebra de vácuo" na *Load-Lock*



Figura 110 – Roldana instalada no teto para suspensão da tampa da câmara de vácuo

5.2 Preparação da Câmara de Vácuo

Durante o processo de *sputtering*, o material do alvo é ejetado em várias direções, sujando a câmara de vácuo. Esta sujeira precisa ser removida para evitar a contaminação das amostras seguintes. A câmara de vácuo deve ser limpa com bucha seca, e posteriormente, com pano embebido em álcool isopropílico ou acetona.

Os magnetrons e o porta-amostra devem ser desmontados e submetidos à abrasão por jato de microesferas de vidro. Deve-se ter cuidado especial com os obturadores (*shutters*), pois o jato de areia é forte o suficiente para empená-los. Em seguida, as peças devem ser lavadas com água filtrada e bucha com detergente convencional. Depois, devem ser submetidas à lavagem por ultrassom por 5 minutos em solução de água deionizada e detergente *Extran* neutro. Por último, as peças devem ser lavadas novamente por ultrassom durante mais 5 minutos em álcool isopropílico. Por fim, recomenda-se a secagem em estufa.

Deve-se observar a orientação dos campos magnéticos dos ímãs ao montar o magnetron. Os ímãs devem ser montados de forma que a orientação do campo magnético no arranjo circular apontem para o mesmo sentido, e o ímã central aponte para o sentido oposto. O magnetron adjacente deve ser montado com a configuração magnética invertida, possibilitando o fechamento do campo magnético entre os magnetrons. A Figura 111 apresenta a correta configuração magnética dos magnetrons adjacentes, e a fotografia da Figura 112 mostra o confinamento do plasma acompanhando o fechamento do campo magnético entre os magnetrons.

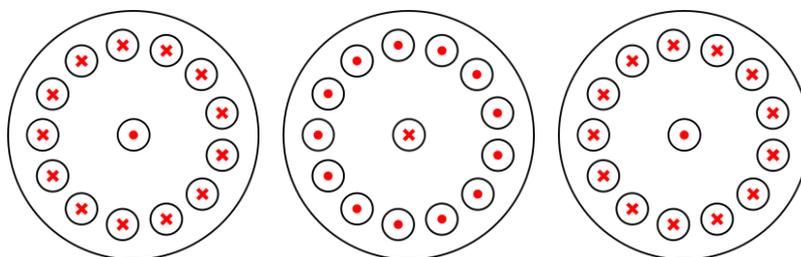


Figura 111 – Configuração magnética dos magnetrons



Figura 112 – Confinamento do plasma no campo magnético entre os magnetrons

No caso de usar alvos ferromagnéticos, o ímã central deve ser substituído por um anel de material diamagnético. E ainda, ao posicionar alvos ferromagnéticos deve-se tomar cuidado com o forte campo magnético dos magnetrons. Esta atração é forte suficiente para danificar o alvo. O posicionamento de alvos ferromagnéticos deve ser feito com cautela, preferencialmente deslizando o alvo sobre o magnetron. Depois de posicionado o alvo sobre o magnetron, deve-se colocar uma argola, e em seguida as demais peças. Existem algumas opções desta argola, e deve-se observar se a argola tem a espessura correta, pois a espessura correta desta argola varia conforme a espessura do alvo. Após concluir a montagem do magnetron, deve-se realizar uma medida de continuidade, ou resistência elétrica, com um multímetro, entre o anodo e o catodo, com o objetivo de observar a inexistência de continuidade elétrica (a resistência deverá estar entre quilo e mega ohms). A forma mais fácil de testar é se o alvo for condutor, caso em que basta conectar uma das pontas de prova do multímetro no alvo, e a outra na carcaça do magnetron (ou, da câmara de vácuo). Caso haja continuidade, deve-se remontar o magnetron, identificando a causa da continuidade (provável que seja a argola muito espessa, fazendo contato entre anodo e catodo). A última peça do magnetron a ser montada é o obturador (*shutter*), que deve manter um espaçamento entre 1 e 3 mm com a peça da chaminé do magnetron.

Após montar os magnetrons, deve-se inclinar todos em direção ao centro da câmara, até o limite de inclinação. Em seguida, no programa em LabVIEW, abra o obturador (*shutter*) 5, o que fica na extremidade esquerda, olhando a câmara de frente. Ele provavelmente baterá no

magnetron 4, conforme mostra a Figura 113. Manualmente, o magnetron 5 deve ser elevado até que seu obturador (*shutter*) não bata no magnetron 4, conforme mostrado na Figura 114.

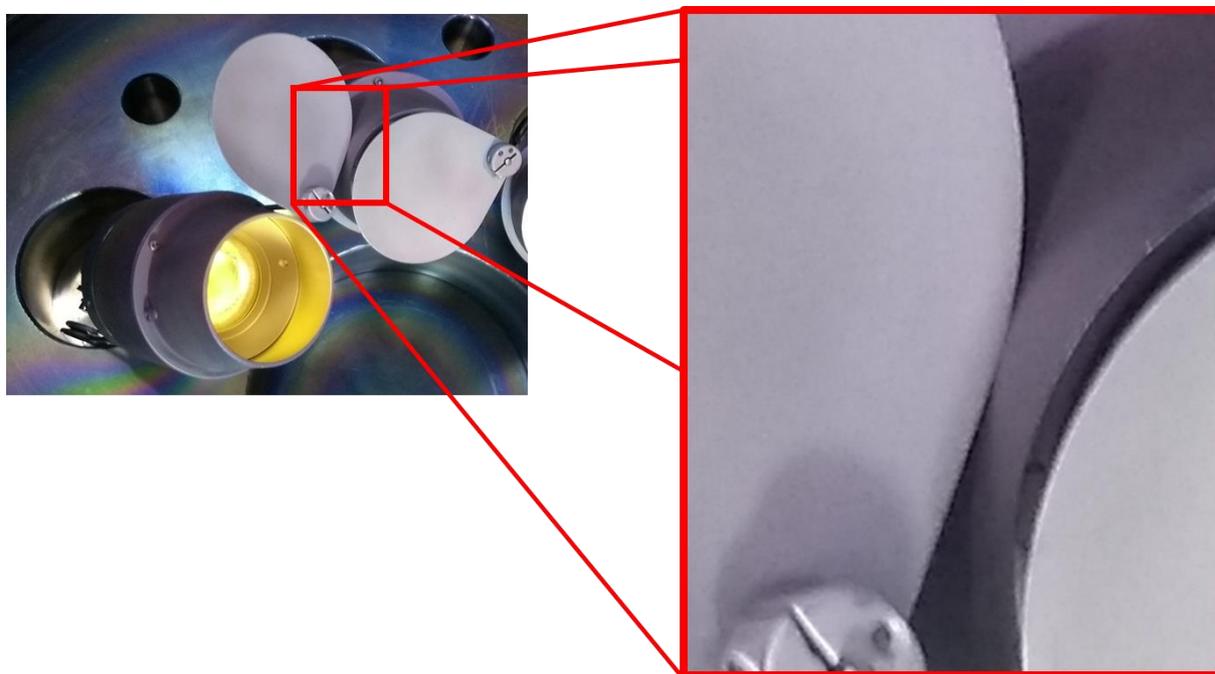


Figura 113 – *Shutter* do magnetron 5 batendo no magnetron 4.

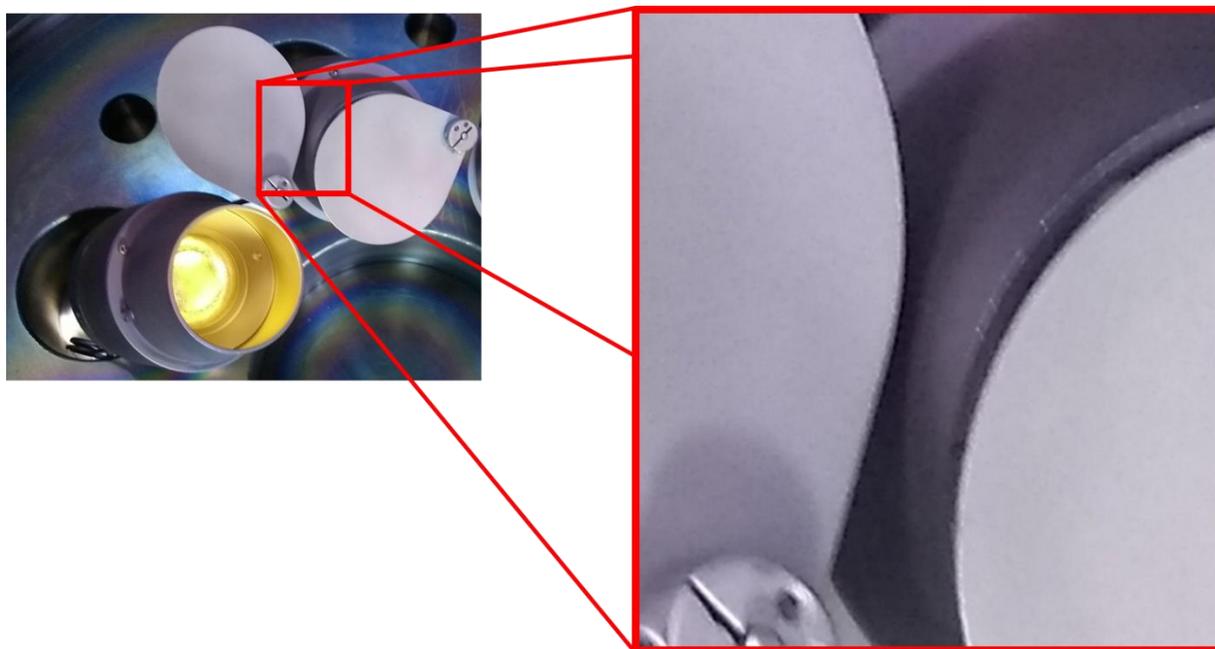


Figura 114: Magnetron 5 com a posição ajustada de forma que seu obturador (*shutter*) não bate no Magnetron 4.

Neste momento, deve-se aproveitar para verificar se o obturador (*shutter*) está bem posicionado, e reposicionar aqueles que não estão. Em seguida, com o magnetron 5 inclinado, deve-se fazer o mesmo procedimento de ajuste de inclinação entre o magnetron 4 e o 3, e assim sucessivamente até estarem todos os magnetrons corretamente posicionados.

Tudo que vai para dentro da câmara de vácuo deve ser manipulado com luvas nitrílicas, para evitar a contaminação da câmara, principalmente com gordura. Deve-se também usar roupa de cobertura para reduzir contato acidental dos braços com peças internas da câmara ou mesmo com a própria câmara. Deve-se, ainda, usar touca para prevenção de queda de cabelo no interior da câmara, assim como para a prevenção de toque acidental da cabeça com a parte interna da tampa, que estará suspensa.

As janelas de inspeção são de borossilicato (pyrex), um material que limita a passagem de radiação ultravioleta. Por este motivo, não é necessário o uso de óculos anti-UV durante a operação do CONFOCAL MS, quando o plasma está aceso. Para conservação das janelas de inspeção, deve-se colocar uma placa de petri de tamanho adequado na parte interna da câmara, cobrindo cada uma das janelas. As placas de petri devem ser substituídas quando estiverem escuras a ponto de atrapalhar a inspeção visual, como é o caso mostrado na Figura 115.



Figura 115 – Placa de Petri escura

Antes de fechar a câmara de vácuo, deve-se usar um aspirador de pó para a remoção final de partículas da câmara.

5.3 Fechamento da Câmara de Vácuo

O correto fechamento da câmara de vácuo demanda inspeção e teste, pois ela deve estar corretamente alinhada com o garfo do sistema de inserção de amostras (*Load-Lock*). Foram feitas algumas marcas na tampa e na câmara de vácuo para facilitar este alinhamento. A tampa deve ser descida vagarosamente pelas correntes que passam pela roldana fixada no teto. A parte superior da câmara de vácuo dispõe de um o-ring para vedação. Não se deve arrastar a tampa sobre este o-ring pois isto o danifica, causando vazamento. A Figura 116 mostra a parte superior da câmara de vácuo. O o-ring é o anel preto posicionado na borda superior.

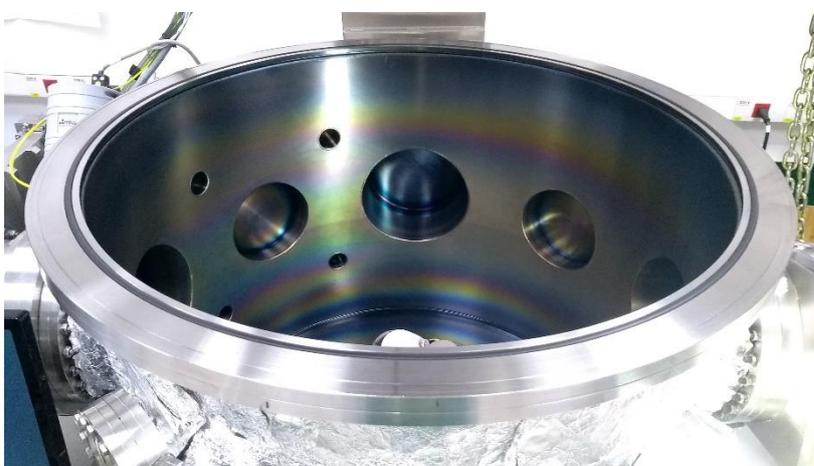


Figura 116 – Parte superior da câmara de vácuo, evidenciando o o-ring.

Com a tampa posicionada, deve-se testar o alinhamento, inserindo o porta-amostra pelo garfo. Para evitar o retrabalho, somente após ter sucesso na inserção do porta-amostra com o garfo é que as bombas devem ser ligadas.

Após o fechamento da câmara de vácuo, com a tampa na posição correta e alinhada com o garfo, deve-se fechar a válvula da *Load-Lock*, e garantir que a válvula gaveta Edwards esteja na posição aberta. Finalmente, deve-se ligar as bombas espiral e turbomolecular no acionamento das bombas Adixen ACT 1300M, pressionando o botão *Start*.

Quanto à *Load-Lock*, há duas opções, a critério do usuário: ou liga-se suas bombas através do T-Station 75, mantendo aberta a válvula gaveta manual entre câmara de vácuo e *Load-Lock*; ou, mantém-se as bombas da *Load-Lock* desligadas, e a válvula gaveta fechada.

Para melhorar a qualidade do vácuo, deixe o sistema de aquecimento da câmara (*Bake*) ligado durante uma noite, ajustado para 130°C. No dia seguinte, o desligue o aquecimento da

câmara (*Bake*) e aguarde o resfriamento da câmara, quando o sistema CONFOCAL MS estará pronto para o uso.

5.4 Preparação do Substrato

O substrato é a peça onde será depositado o filme fino. A definição do material do substrato é feita pelo usuário, e faz parte dos objetivos da produção da amostra. A estrutura cristalina do substrato induz determinados tipos de crescimento de filme, o que impacta na qualidade do filme.

É muito comum o uso de wafer de silício como substrato. O wafer geralmente é grande demais para as aplicações em laboratório, sendo geralmente usado só um pedaço do wafer. Estes wafers costumam ser um monocristal com algo grau de pureza. Por ser um monocristal, há uma tendência de clivagem do wafer seguindo as linhas da estrutura cristalina. Para facilitar a clivagem, usa-se uma ferramenta com ponta de diamante para riscar o lado fosco do wafer, assistido por uma régua, para que o risco siga uma linha reta.

Para melhor adesão e crescimento do filme, o substrato deve estar limpo. Para fazer a limpeza o substrato deve ser colocado em um becker com acetona, e levado ao ultrassom por 5 minutos. O ultrassom limpa a superfície das amostras por cavitação.

Com o substrato limpo o próximo passo é fixá-lo no porta-amostra. A fixação do substrato no porta-amostra depende do processo que o substrato será submetido. Caso não haja aquecimento do porta-amostra, o uso de fita Kapton ou fita carbono são boas opções para fixação, pois não degasam na pressão a que serão submetidas e são fáceis de usar. Entre essas duas opções, a fita Kapton é preferida, uma vez que a fita carbono pode ser difícil de remover (apesar de sair facilmente com acetona), podendo deixar resíduo de carbono, o que contaminaria as amostras produzidas em seguida. Para caso de amostras aquecidas, deve-se utilizar o porta-amostra fabricado em aço na oficina mecânica do CBPF. Este porta-amostra pressiona o substrato contra o porta-amostra, o que aumenta a propagação de calor por condução. O substrato deve ser preferencialmente fixado no centro do porta-amostra.

5.5 Inserção e Remoção de Amostras via Load-Lock

A inserção de amostras é um procedimento totalmente manual, que depende do alinhamento da tampa da câmara de vácuo com o garfo, assim como o alinhamento do eixo do motor com o chanfro do porta-amostra. Deve-se ter cuidado para não forçar o garfo para baixo, evitando seu empenamento. O erro neste procedimento pode também fazer com que a amostra caia dentro da câmara de vácuo, sendo necessário abrir a câmara para limpeza. A câmara de inserção de amostras – *Load-Lock* – possibilita trabalhar com volumes menores, deixando a operação de inserção de amostras mais rápida.

Estando fechada a válvula manual que separa câmara de vácuo e *Load-Lock*, deve-se desligar as bombas da T-Station 75. Quando a rotação chegar a zero, deve-se abrir a válvula da *Load-Lock* para entrada de ar, aumentando a pressão na *Load-Lock* até a equalização com pressão atmosférica, quando será possível abrir a *Load-Lock*.

A porta-amostra, com o substrato limpo e fixado, deve ser posicionado sobre o garfo, com o substrato apontado para baixo. Deve-se atentar para o alinhamento do porta-amostra com o eixo do motor, pois o eixo do motor será encaixado nas ranhuras do porta-amostra. A Figura 117 mostra a correta posição e encaixe do porta-amostra sobre o garfo. Em seguida, deve-se fechar a *Load-Lock* e a válvula de escape para então dar partida nas bombas da T-Station 75.



Figura 117 – Posição de encaixe do porta-amostra sobre o garfo.

Somente com a pressão entre câmara de vácuo e *Load-Lock* equalizada é que a válvula gaveta manual, que separa a câmara de vácuo com a *Load-Lock*, pode ser aberta. Abrir a válvula com um diferencial de pressão acima de 30mTorr pode empenar a válvula, deixando-a permanentemente com vazamento. A equalização da pressão deve ser observada mediante comparação da medida de pressão mostrada no PDR-900 e na T-Station 75, ressalvadas as diferenças de unidades de pressão nas medidas apresentadas (mTorr, Pa ou mBar). Após a equalização, deve-se abrir a válvula gaveta manual para a passagem do garfo.

Para a entrada e saída do garfo na câmara de vácuo deve-se ajustar a altura do Aquecedor do Porta-Amostra SHQ 400, visualizando o procedimento através da janela de inspeção, de forma a evitar que o garfo bata no SHQ400 ou no eixo do motor. A Figura 118 mostra, à esquerda, a manopla para ajuste da altura do SHQ 400, e, à direita, o motor do porta-amostra, e a “janela” de acesso ao eixo, usada para ajuste do alinhamento do eixo do motor com o chanfro do porta-amostra.



Figura 118 – Ajuste da altura do porta-amostra e eixo do motor

Estando o garfo inserido na câmara de vácuo, deve-se descer o Aquecedor do Porta-Amostra SHQ 400 pela manopla até o eixo do motor entrar nas ranhuras do porta-amostra. Para isso, as peças devem estar corretamente alinhadas. A Figura 119 mostra o porta-amostra corretamente alinhado.



Figura 119 – Porta-amostra corretamente alinhado

Baixando mais a peça, a primeira evidência de que o alinhamento está adequado é a inserção do pino do porta-amostra dentro do eixo do motor. A Figura 120 mostra o eixo do motor corretamente inserido no porta-amostra.



Figura 120 – Chanfro do porta-amostra corretamente inserido no eixo do motor

Estando o eixo do motor corretamente inserido no porta-amostra, deve-se continuar descendo o Aquecedor do Porta-Amostra SHQ400 pela manopla até que não haja mais espaço entre o porta-amostra e o SHQ400, conforme mostra a Figura 121. Neste momento, o eixo do motor, mostrado na Figura 118, deve ser rotacionado manualmente, empurrando-o para a esquerda, até “sentir uma resistência”. Não se deve passar além deste ponto, pois o porta-amostra começará a rodar sobre o garfo. Subindo o SHQ400, o porta-amostra deverá estar corretamente posicionado, conforme mostra a Figura 122.



Figura 121 – Porta-amostra em posição de rotação para acoplamento



Figura 122 – Porta-amostra inserido

Deve haver precaução durante todo este procedimento para evitar danos causados por desalinhamentos. A Figura 123 mostra o porta-amostra desalinhado em dois eixos: o garfo passou do ponto, e o eixo do motor não está alinhado com o chanfro do porta-amostra. Com este desalinhamento não é possível a inserção do eixo no chanfro do porta-amostra. A Figura 124 mostra o que ocorre ao continuar descendo a peça desalinhada. Esta condição pode ser percebida pelo pino central, que não entrou no eixo do motor. Descendo mais a peça para baixo, o garfo começa a ser forçado, podendo empenar.



Figura 123 – Porta-amostra desalinhado em dois eixos



Figura 124 – Porta-amostra desalinhado, forçando o garfo.

Feita a inserção, deve-se subir a peça onde o porta-amostra foi encaixado, para poder recolher o garfo de volta à *Load-Lock*. Após o recolhimento, deve-se fechar a válvula gaveta manual que separa a câmara de vácuo e a *Load-Lock*.

Para a remoção da amostra, deve-se verificar se a pressão entre a câmara de vácuo e a *Load-Lock* estão próximas, no máximo em 30mTorr de diferença, antes de operar a válvula gaveta manual. Deve-se verificar também se os sistemas de condicionamento do porta-amostra estão desligados, ou seja, que porta-amostra estava parado e com aquecimento e polarização desligados. A altura do porta-amostra deve ser ajustada para permitir a entrada do garfo, e consequentemente ajustada para o posicionamento do porta-amostra no garfo. Com o porta-amostra posicionado no garfo, e levemente pressionado entre o garfo e o eixo do motor, o eixo do motor deve ser rotacionado manualmente, possibilitando o desacoplamento entre o eixo do motor e o porta-amostra. Feito isso, deve-se subir a peça do eixo do motor até o ponto onde o garfo com o porta-amostra possa ser retirado. Feita a remoção, deve-se fechar a válvula gaveta que separa câmara de vácuo e *Load-Lock*. Em seguida, deve-se desligar as bombas da T-Station 75 e, após a parada completa das bombas, deve-se abrir a válvula para permitir a entrada de ar na *Load-Lock*, “quebrando o vácuo”, e permitindo a abertura da *Load-Lock*.

Recomenda-se que este procedimento de inserção de amostra seja testado após o fechamento da câmara de vácuo, e antes de ligar as bombas, garantindo o alinhamento adequado da tampa da câmara de vácuo com o garfo. A posição da tampa tem que estar alinhada com a posição do porta-amostra no garfo. O desalinhamento das peças impede a inserção e remoção da amostra. Se este procedimento não for realizado antes do fechamento da câmara de vácuo, e for constatado desalinhamento das peças, será necessário “quebrar o vácuo”, reabrir a câmara, alinhar a tampa corretamente, e “refazer o vácuo”.

5.6 Preparação para Produção

Estando o porta-amostra corretamente posicionado no interior da câmara, deve-se ajustar sua altura até a posição de trabalho. A altura padrão é no ponto confocal, ou seja, traçando uma linha imaginária a partir dos magnetrons, é o ponto onde as linhas se cruzam.

Por padrão, o porta-amostra deve ser mantido em rotação durante todo o processo de deposição e reação assistida por plasma, pois isso garante maior homogeneidade nos filmes. A deposição de filmes com o porta-amostra parado deve ser feita com algum propósito específico, como filmes em cunha ou com espessura variável.

Antes do início do processo de deposição, deve-se verificar se a pressão de base na câmara de vácuo está em um nível aceitável. Para este trabalho, a pressão de base foi inferior a $5,00 \times 10^{-7}$ Torr, porém, na literatura, comumente encontra-se valores de $1,00 \times 10^{-5}$ Torr.

Ao aquecer o porta-amostra, a pressão na câmara de vácuo aumenta. Por isso, caso o processo exija aquecimento do porta-amostra, este deve ser realizado antes do início da deposição ou reação assistida a plasma, para dar tempo de a pressão de base atingir o nível aceitável pelo usuário. Após o atingimento tanto da temperatura desejada para o porta-amostra quanto da pressão de base desejada, o processo de deposição de filmes finos, ou de reação assistida a plasma, estará pronto para o início.

5.7 Deposição Manual de Filmes Finos

Antes de prosseguir com este procedimento, o usuário deverá verificar se: 1) o porta-amostra está corretamente encaixado no eixo do motor; 2) se o porta-amostra está na temperatura desejada; 3) se o porta-amostra está na altura de trabalho; 4) se o porta-amostra está rodando; 5) se a pressão de base desejada foi alcançada; e, 6) se válvula manual que separa a câmara de vácuo e a *Load-Lock* está fechada. A operação a seguir será toda feita no computador, na interface LabVIEW.

Inicialmente, deve-se verificar se o botão de modo de controle está escrito “Rodando em modo MANUAL”. Caso não esteja, deve-se clicar no botão.

Para injetar argônio para dentro da câmara de vácuo, dois equipamentos devem ser controlados. Na caixa *Multigas Controller 647C*, o valor desejado de vazão mássica em SCCM deve ser inserido em Setpoint, e, em seguida, deve-se clicar no botão “Injetar Argônio”. A indicação *Injetando Argônio* deve ficar verde enquanto houver injeção de argônio. Em seguida, na caixa *Pressure Controller*, deve-se selecionar o modo de controle pressão, e inserir o valor de 30. Então, deve-se clicar no botão “CONTROLAR”, e observar a Pressão atingir 30mTorr, que a pressão recomendada pelo fabricante do magnetron para ionizar o gás e formar plasma.

O próximo passo é energizar o magnetron usando a fonte DC ou RF. O cabo deve estar conectado entre a fonte e o magnetron a serem usados. A fonte DC tem 4 saídas (*Gun*) para conexão do cabo. A fonte RF deve estar conectada ao circuito intermediário para casamento de impedância, e é a saída do casador de impedância que deve estar conectada ao magnetron.

Caso seja usada a fonte DC, deve-se selecionar a saída da fonte que ficará ativa, que é onde o cabo está conectado (*Gun*). Deve-se também definir o modo de operação (potência, corrente ou tensão) e o setpoint. Ao clicar no botão de *Ligar*, a fonte energizará o magnetron. Com a ionização dos gases, a corrente elétrica flui entre o catodo e o anodo do magnetron, o que é percebido pela fonte, indicando a presença de plasma na interface. Preferencialmente, para ligar o plasma, a fonte deve ser ajustada para 30W, e posteriormente, ajustada conforme a potência desejada pelo usuário.

Caso seja usada a fonte RF, as indicações de LOAD e TUNE do controlador do Casador de Impedância AJA/SEREN MC2 devem estar no modo automático. Esta é uma configuração que deve ser ajustada manualmente, pois o casador não está conectado ao programa do LabVIEW. Na interface LabVIEW, a potência para ligar o plasma será necessariamente de 30W. Mesmo sem plasma, a fonte RF descarrega potência no alvo, mas 30W não é suficiente para danificar nem os componentes da fonte e nem os componentes do magnetron. Porém, se por algum motivo, o plasma apagar durante o processo, a fonte deve ser desligada, pois o fabricante recomenda não descarregar mais de 30W por mais de um minuto sem o plasma estar aceso. Deve-se ter atenção na leitura de potência refletida na fonte. Por se tratar de um sinal em alta frequência, descasamentos de impedâncias refletem o sinal de volta para a fonte, o que pode danificá-la. Então, após ligar o plasma, o próprio controlador do Casador de Impedância AJA/SEREN MC2 deve controlar a impedância a ponto de a leitura de onda refletida ser zero. Caso o Casador de Impedância AJA/SEREN MC2 não esteja conseguindo reduzir a potência refletida, deve-se passar LOAD e TUNE para manual, ajustá-los para 50%, e novamente passá-lo para automático. Somente após o acendimento do plasma e a verificação de que a onda refletida é zero é que se pode alterar a pressão na câmara e a potência na fonte. Caso o alvo seja mau condutor térmico, que é o caso da maioria das aplicações usando fonte RF, é importante o uso da rampa de potência, para um aquecimento mais homogêneo e gradual do alvo, evitando que o alvo seja danificado.

Com o plasma aceso, e após ajustar a pressão na câmara e potência da fonte para os níveis desejados, o obturador (*shutter*) pode ser aberto, para que a deposição aconteça. Caso seja necessário a limpeza do alvo por *sputtering*, deve-se aguardar alguns minutos antes da abertura do obturador (*shutter*). A definição do tempo de deposição na interface LabVIEW fará com que o obturador (*shutter*) seja fechado após a contagem do tempo. A conclusão desta contagem de tempo atuará somente o obturador (*shutter*), mantendo todos o resto do sistema ligado nas mesmas condições – ou seja, a câmara continuará pressurizada e com o plasma aceso.

Para produzir uma amostra multicamadas, deve-se repetir este procedimento, porém usando outros magnetrons.

5.8 Deposição Automática de Filmes Finos

O procedimento para deposição de filmes finos usando o modo automático do programa em LabVIEW torna a deposição mais rápida, fácil e repetível. O programa coordena os componentes dos sistemas para executar as ações necessárias, passo a passo. O modo automático segue uma sequência de instruções, que precisa somente ser alimentado com os parâmetros do processo. Estes parâmetros formam a Receita. A Receita é um arquivo txt que contém os parâmetros do processo. Este arquivo txt tem um determinado formato que não pode ser alterado, sob pena do programa não conseguir ler os parâmetros, e não funcionar. Portanto, é uma boa prática copiar um arquivo de receita existente e funcional, e em seguida alterar o arquivo com os parâmetros desejados.

A mesma lista de verificação apresentada para deposição manual é válida para a deposição automática. Portanto, antes de prosseguir com este procedimento, o usuário deverá verificar se: 1) o porta-amostra está corretamente encaixado no eixo do motor; 2) se o porta-amostra está na temperatura desejada; 3) se o porta-amostra está na altura de trabalho; 4) se o porta-amostra está rodando; 5) se a pressão de base desejada foi alcançada; e, 6) se válvula manual que separa a câmara de vácuo e a *Load-Lock* está fechada. A operação a seguir será toda feita no computador, na interface LabVIEW.

O caminho do arquivo da receita deve ser preenchido no campo específico. E em seguida, somente dois cliques são necessários para que a amostra seja produzida em automático: 1) o botão de modo de controle deve estar escrito “Rodando em modo AUTO”; 2) clicar em Iniciar Operação Automática. As etapas em execução podem ser acompanhadas no campo específico, assim como o tempo total decorrido.

5.9 Desbaste Iônico ou Reação Assistida a Plasma

Precede o desbaste iônico, e a reação assistida a plasma, uma lista de verificação igual à apresentada para deposição. Portanto, antes de prosseguir com este procedimento, o usuário deverá verificar se: 1) o porta-amostra está corretamente encaixado no eixo do motor; 2) se o

porta-amostra está na temperatura desejada; 3) se o porta-amostra está na altura de trabalho; 4) se o porta-amostra está rodando; 5) se a pressão de base desejada foi alcançada; e, 6) se válvula manual que separa a câmara de vácuo e a *Load-Lock* está fechada.

O desbaste iônico, ou a reação assistida a plasma, é feito manualmente pelo usuário. Não foi implementada rotina para execução automática. O procedimento é similar ao da deposição manual. Portanto, os procedimentos aqui descritos serão resumidos.

A fonte deve estar conectada na conexão elétrica do porta-amostra. Desconectado, o porta-amostra não está aterrado, está com potencial flutuante. É possível usar tanto a fonte DC quanto a fonte RF para este processo. Como neste trabalho somente a fonte RF foi utilizada, o procedimento aqui descrito abordará somente a operação com esta fonte, que não estava integrada ao programa LabVIEW, tendo que ser operada na tela da fonte.

O programa deve estar “Rodando em modo MANUAL”. Injeta-se argônio para desbaste iônico, ou outro gás para reação assistida a plasma, inicialmente a uma pressão de 30mTorr. O controlador do Casador de Impedância AJA/SEREN MC2 deve estar no modo automático. A fonte deve ser ajustada inicialmente para 30W. Ao ligar a fonte, o plasma deve acender em volta do porta-amostra. Após a formação do plasma, pode-se ajustar a pressão dos gases na câmara e a potência da fonte, que, para este processo, jamais poderá ultrapassar 50W. O tempo de exposição da amostra ao plasma deverá ser contado manualmente. Após o término do tempo desejado, a fonte e a injeção de gás deverão ser desligadas.

6 – Validação do CONFOCAL MS

Para validação de funcionamento do CONFOCAL MS foram produzidas diversas amostras, explorando a versatilidade do sistema e aproveitando as demandas de diferentes usuários do CONFOCAL MS.

6.1 Funcionalidades Validadas

O CONFOCAL MS tem diversas funcionalidades, sendo a mais básica a deposição de uma única camada de filme fino em atmosfera inerte de argônio. Porém, é um sistema versátil, que pode produzir filmes finos de inúmeras camadas, usando atmosfera inerte ou reativa. O porta-amostra pode ser polarizado, rotacionado e aquecido, aumentando as possibilidades de produção de amostras. A polarização do porta-amostra possibilita formar plasma no porta-amostra, o que pode ser usado para fins de desbaste iônico por argônio ou ainda para reação assistida a plasma, como nitretação e oxidação. O processo de deposição de filmes finos em atmosfera inerte, com qualquer número de camadas, pode ser feito automaticamente. Todos os demais processos devem ser feitos manualmente.

Os resultados apresentados nesta dissertação validam as seguintes funcionalidades:

- Deposição monocamada em atmosfera inerte (modo automático)
- Deposição monocamada em atmosfera reativa (modo manual)
- Desbaste iônico
- Reação assistida à plasma (nitretação)

A funcionalidade seguinte gerou resultados e conclusões suficientes para validação. Porém, por ter objetivo ligeiramente distinto desta dissertação, foi publicada em uma Nota Técnica à parte:

- Codeposição em atmosfera inerte para formação de liga metálica (GERK; MELLO, 2019)

As seguintes funcionalidades foram validadas, mas não serão abordadas nesta dissertação, pois geraram publicações à parte:

- Difusão de nitrogênio assistida à plasma (substrato de aço) (OLIVEIRA, 2018)
- Deposição de cobertura de TiN em ferramenta (OLIVEIRA, 2018)
- Oxidação assistida a plasma (JALIL, 2018)

Além destas, as seguintes funcionalidades foram testadas e validadas, mas não serão apresentadas neste trabalho:

- Deposição monocamada de diversos materiais (Cr, Au, YIG, SiO₂, Si₃N₄ e ZnO)
- Deposição multicamadas de diversos materiais (Co, Ru, Au, Ti e Py)
- Tratamento térmico a vácuo (BFO)

6.2 Objetivos dos Testes

O objetivo dos testes realizados com a deposição do cobre era avaliar a repetibilidade do processo de deposição em modo automático. Em seguida, os testes buscaram avaliar o impacto na espessura (e taxa de deposição) do filme formado com a variação do tempo de deposição, da pressão de trabalho, da potência dissipada pela fonte, e pelo tipo de fonte (DC/RF).

O objetivo da deposição do níquel era identificar a taxa de deposição nas mesmas condições que os filmes de cobre, buscando identificar os parâmetros para a codeposição com mistura relativa controlada (GERK; MELLO, 2019). Os resultados foram também aproveitados para comparar a taxa de deposição do níquel e do cobre, e identificar se a taxa de deposição relativa ao cobre condiz com o que consta no manual do magnetron.

Os objetivos da deposição de nitreto de titânio foram: 1) identificar a influência da pressão de trabalho na taxa de deposição; 2) identificar tanto o impacto da atmosfera reativa quanto da temperatura do porta-amostra na taxa de deposição; 3) confirmar a formação da fase correta do nitreto de titânio no substrato.

O objetivo da nitretação de titânio foi formar nitreto de titânio (TiN) a partir de um filme de titânio (Ti).

O objetivo do teste de desbaste iônico era verificar se a amostra foi desbastada, através de medida de espessura.

6.3 Alvos e Substratos

Diversos substratos foram testados ao longo deste trabalho (aço, silício, óxido de silício, cobre e vidro), mas o substrato mais amplamente utilizado foi o silício com orientação cristalina no plano 100 – Si(100). Os resultados apresentados neste trabalho são de deposições de filmes finos sobre Si(100).

Os alvos utilizados para teste do CONFOCAL MS foram cobre (Cu), níquel (Ni), titânio (Ti) e nitreto de titânio (TiN), com nível de pureza de 99,99%. Os testes realizados com estes materiais apresentaram maior quantidade e qualidade de resultados. O alvo de cobre era do tipo *Oxygen-Free High Thermal Conductivity* (OFHC), ou seja, cobre refinado eletroliticamente para reduzir o nível de oxigênio a menos de 0,001%.

7 – Caracterização das Amostras

As técnicas de caracterização de amostras de filme fino geralmente utilizam a incidência de elétrons, íons ou feixe de fótons, que, interagindo com a superfície, excitam os átomos do material do filme, através de fenômenos de espalhamento e absorção ressonante, com a emissão resultante de elétrons secundários, retroespalhados ou Auger; além de fótons ou íons, que são característicos da estrutura cristalina e/ou química do material. Existem diversas técnicas para a caracterização de amostras na escala nanométrica. A escolha de determinada técnica está associada com alguma característica física ou química que se queira medir.

As caracterizações de interesse deste trabalho foram a espessura da amostra e a identificação da fase cristalina do material da amostra. As medidas de espessura dos filmes produzidos foram obtidas pela técnica de Refletividade de Raios X (RRX). A identificação da estrutura do material das amostras foi realizada com a técnica de Difração de Raios X (DRX).

7.1 Refletividade de Raios X

A técnica de Refletividade de Raios X (RRX) é usada para determinar características físicas de filmes finos através da análise das curvas de intensidade de reflexão de raios X, tais como: espessura, densidade e rugosidade da interface ou da superfície. A técnica pode ser usada para estudar material amorfo, policristalino e monocristalino.

Como resultado da incidência em uma superfície as ondas eletromagnéticas são refratadas ou refletidas de forma especular ou difusa, conforme mostrado na Figura 125. No caso de raios X, o índice de refração é um pouco inferior a 1, sendo, portanto, totalmente refletido quando a incidência da onda em uma superfície lisa de um material em um ângulo rasante é inferior que o ângulo crítico para reflexão total (θ_c). Portanto, a refletividade de raios X é relacionada com os valores do índice de refração e ao comprimento de onda dos raios X – geralmente em equipamentos comerciais é usado o comprimento de onda conhecido de Cu-K α (MIHO, 2010). A Figura 126 mostra uma curva de refletividade de raios X para o silício massivo.



Figura 125 – Refração e reflexão na superfície de um material.
Extraído de (MIHO, 2010) e modificado

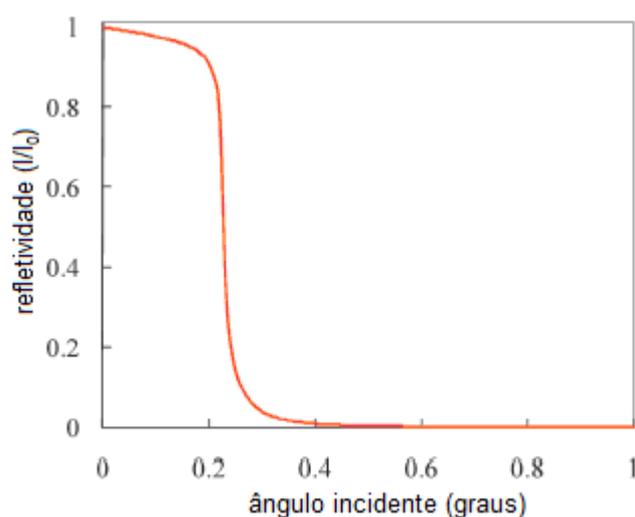


Figura 126 – Onda refletida no silício.
Extraído de (MIHO, 2010) e modificado

A Figura 127 mostra a óptica dos raios X para casos de ondas incidentes menores, iguais e maiores que o ângulo crítico para reflexão total. Ocorre reflexão total quando um feixe de raios X incide com ângulo rasante inferior ao ângulo crítico em uma superfície idealmente lisa de um material. A refletividade de raios X decresce rapidamente com o aumento do ângulo de incidência ($\theta > \theta_c$), em uma taxa de proporcional a θ^4 (MIHO, 2010).

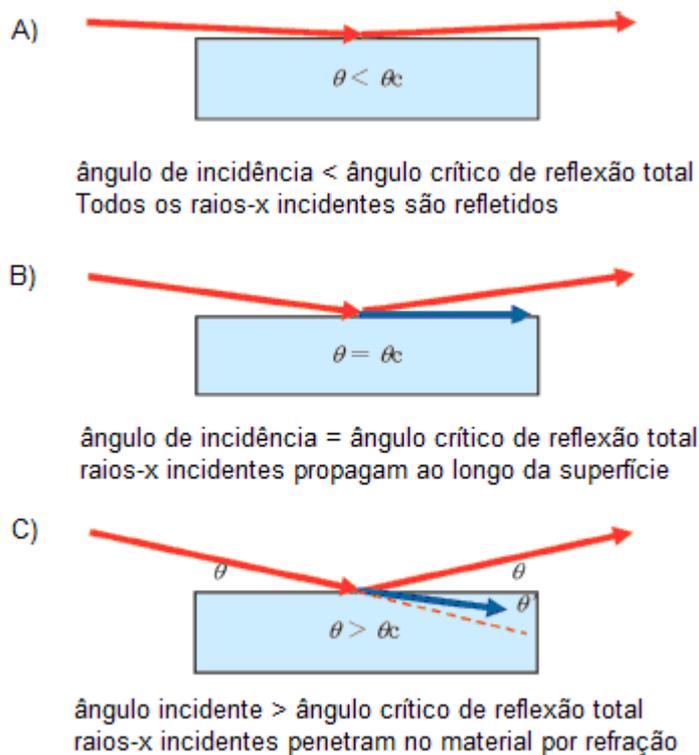


Figura 127 – Reflexão de raios X com diferentes ângulos de incidências.
 Extraído de Extraído de (MIHO, 2010) e modificado

A obtenção de medida de espessura usando a técnica de Refletividade de Raios X é feita através da avaliação das mudanças na intensidade da onda refletida de uma superfície lisa de um material com densidade eletrônica diferente da densidade eletrônica do substrato. O espalhamento de raios X observado é a soma dos espalhamentos individuais dos elétrons. A Figura 128 mostra a curva de refletividade de raios X em um filme de ouro (Au) depositado em substrato de silício (MIHO, 2010). Devido à ampla faixa dinâmica, geralmente o eixo Y da curva refletida é mostrada em escala logarítmica da intensidade normalizada I/I_0 . Entre os raios X refletidos pela superfície do filme de ouro e os raios X emitidos pela interface entre o filme de ouro e o substrato de silício, onde ocorre interferência. O perfil de refletividade mostra oscilações causadas pelas interferências entre estes raios X. Estas oscilações são conhecidas como *Franjas de Kiessig*, e dependem da espessura do filme – quanto mais espesso o filme, menor o período das oscilações (MELLO, 2007).

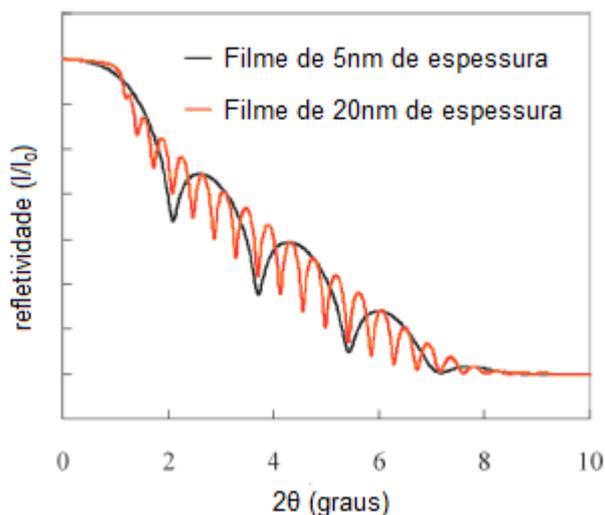


Figura 128 – Refletividade de filme de ouro em substrato de silício.
Extraído de (MIHO, 2010) e modificado

A espessura pode ser obtida através da relação simplificada:

$$t = \frac{\lambda}{2\sqrt{a}}$$

Onde t é a espessura do filme, λ é o comprimento de onda dos raios X incidentes, e a é o coeficiente da variável n^2 do polinômio abaixo, que é a expressão de Bragg modificada, ajustada para redução de erros na medida da espessura (MELLO, 2007).

$$\sin^2 \theta = \left(\frac{\lambda}{2t}\right)^2 n^2 + 2m \left(\frac{\lambda}{2t}\right)^2 n + \left[m^2 \left(\frac{\lambda}{2t}\right)^2 + 2\delta \right]$$

7.2 Difração de Raios X

A Difração de Raios X é uma técnica que possibilita a caracterização de parâmetros de estruturas cristalinas, como constantes e geometria de rede, identificação de materiais desconhecidos, orientação de monocristais, orientação preferida de policristais, defeitos, tensões, etc. É uma técnica que tem a vantagem de não ser destrutiva e não requerer preparação elaborada da amostra ou remoção de filme do substrato.

Os Raios X sofrem difração ao incidir sobre um material sólido cristalino. A estrutura cristalina atômica difrata os raios X pois seus comprimentos de onda são da mesma ordem de grandeza (1 a 100 Å) do espaçamento entre os planos do cristal. A Figura 129 mostra a geometria da incidência e difração dos Raios X (ADACHI et al., 2012).

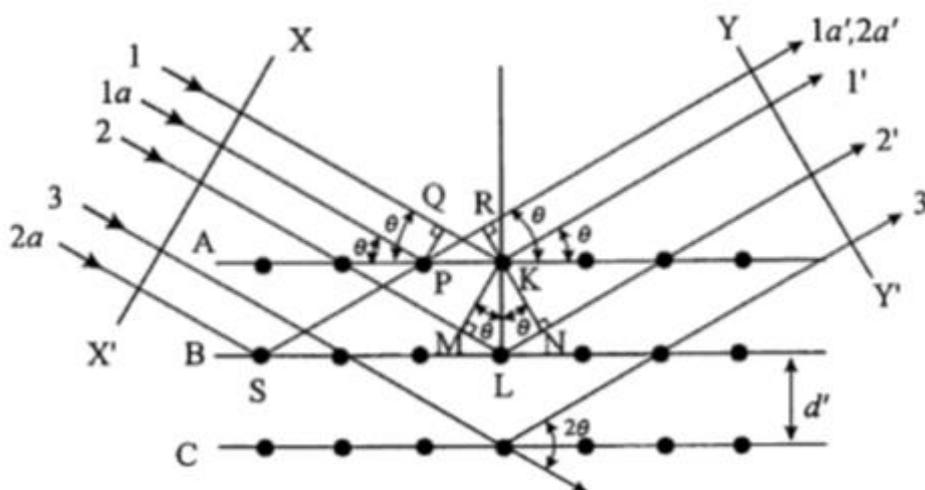


Figura 129 – Geometria da incidência e difração dos Raios X, conhecida como θ - 2θ .
Extraído de (ADACHI et al., 2012)

A análise das diferenças de fase entre duas ou mais ondas com o mesmo comprimento de onda possibilita encontrar informações de distância entre planos a partir do caminho percorridos pelas ondas. Quando duas ondas estão em fase ocorre o fenômeno de interferência construtiva. Estando os Raios X incidentes e difratados em fase, a diferença do caminho percorrido pelas ondas será um múltiplo do comprimento de onda. Esta condição de interferência construtiva, conhecida como “*condição de Bragg*”, ocorrerá quando a equação abaixo for satisfeita:

$$2d \sin \theta = \lambda$$

onde d é a distância interplanar dividida pela ordem da reflexão, θ é o ângulo de incidência dos raios X, e λ o comprimento de onda do Raio X. A ordem da reflexão corresponde à diferença de trajeto percorrido entre a onda incidente e a onda difratada, e é igual a um número inteiro multiplicado pelo comprimento de onda (CULLITY, 1956).

É fundamental que o comprimento de onda λ do Raio X seja um parâmetro conhecido. Existem algumas formas de gerar Raios X com comprimento de onda conhecido. Uma forma bastante difundida é aproveitar os Raios X característicos gerados pelo espalhamento de

elétrons da nuvem eletrônica de um material. Esse decaimento pode ocorrer após o impacto de um elétron acelerado no material alvo, arrancando elétrons da camada mais interna do átomo, deixando-o instável. A energia dos Raios X produzida com o decaimento é igual à diferença nos níveis de energia eletrônico, sendo, portanto, níveis fixos e dependentes do material. Os Raios X produzidos desta forma são chamados de “Raios X Característicos” pois seus níveis de energia dependem do material do alvo. No caso do alvo de cobre, o decaimento de um elétron para $K\alpha$ gera Raios X com comprimento de onda de $1,54 \text{ \AA}$. A Figura 130 mostra uma representação da intensidade dos raios X pelo comprimento de onda quando a energia do elétron incidente no material alvo é suficiente para arrancar elétrons de sua nuvem eletrônica (LADD; PALMER, 2013).

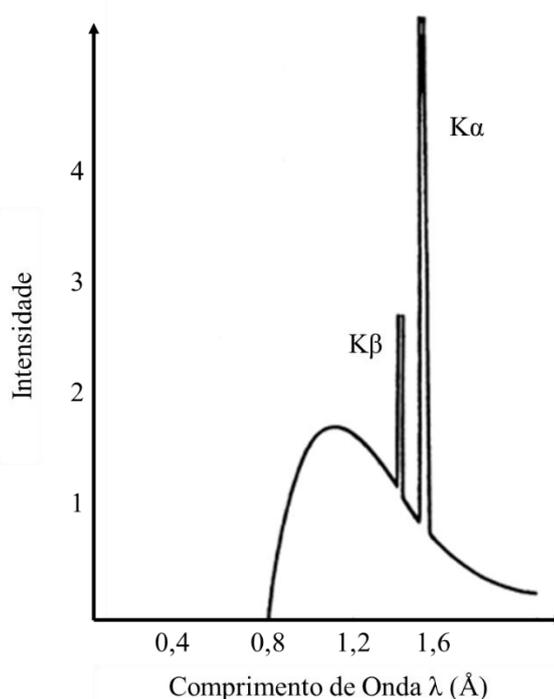


Figura 130 – Representação da intensidade dos raios X gerados a partir do impacto de elétrons acelerados
Extraído de (LADD; PALMER, 2013)

A reflexão de enésima ordem de um certo plano de cristal $(h k l)$ com o espaçamento interplanar de d pode ser considerada a reflexão de primeira ordem de um plano $(nh nk nl)$. Como o plano $(nh nk nl)$ é paralelo ao plano $(h k l)$, a reflexão do plano $(nh nk nl)$ é equivalente à reflexão de primeira ordem dos planos espaçados pela distância interplanar. O ângulo de difração pode ser obtido combinando a equação da condição de Bragg com as equações de espaçamento entre planos, que relacionam distância interplanar planos adjacentes aos índices de Miller e parâmetros de rede para cada sistema cristalino (ADACHI et al., 2012). Se o sistema

cristalino for cúbico com parâmetro de rede a , o espaçamento interplanar d e os índices de Miller são dados por:

$$\frac{1}{d^2} = \frac{(h^2 + k^2 + l^2)}{a^2}$$

Combinada com a equação de Bragg, obtém-se a equação abaixo, que sugere que o ângulo de difração, correspondente às direções de difração, pode ser determinado a partir da forma e tamanho da célula unitária. Este é um ponto importante para a análise estrutural de substâncias. O inverso também é importante, pois é possível determinar uma estrutura cristalina desconhecida medindo os ângulos de difração. Em outras palavras, as direções particulares dos feixes de raios X difratados dados pelos ângulos de difração estão diretamente relacionadas às posições dos átomos na célula unitária.

$$\text{sen}^2 \theta = \frac{\lambda^2}{4a^2} (h^2 + k^2 + l^2)$$

A soma do quadrado dos índices de plano é o parâmetro de rede, correspondente aos picos de difração medidos, e é sempre um número inteiro. O termo λ^2/a^2 é uma constante para qualquer padrão de difração de raios X. A partir destes valores, pode-se obter a sequência característica do padrão de difração. A Figura 131 apresenta a sequência característica para um sistema cúbico de face centrada (ADACHI et al., 2012).

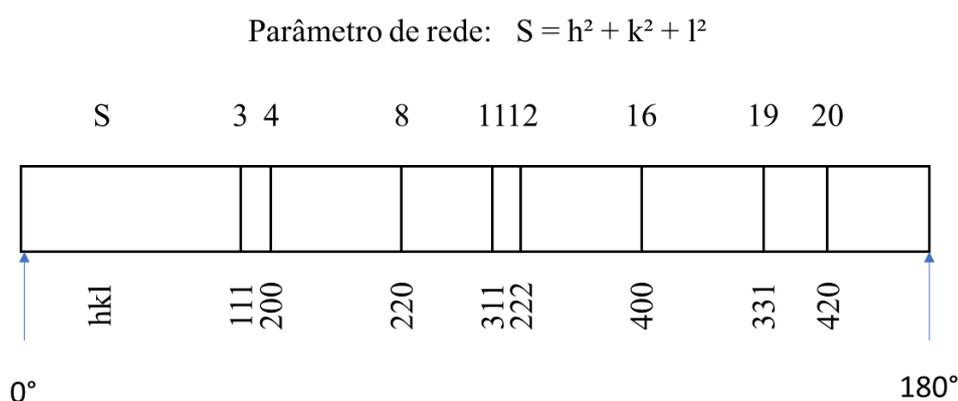


Figura 131 – Sequência característica para um sistema cúbico de face centrada
Extraído de (ADACHI et al., 2012) e modificado

O primeiro passo da análise estrutural para os dados de difração de raios X medidos é encontrar os ângulos de espalhamento correspondente às localizações dos picos de difração. Como os experimentos de difração de raios X são feitos sob controle do computador, os

resultados são geralmente gerados de forma análoga à apresentada no difratograma da Figura 132 (ADACHI et al., 2012). Caso o material analisado por difração de raios X seja conhecido, recorre-se às fichas de bancos de dados onde os valores dos ângulos já estão identificados, e correlaciona-se com os valores encontrados na medida.

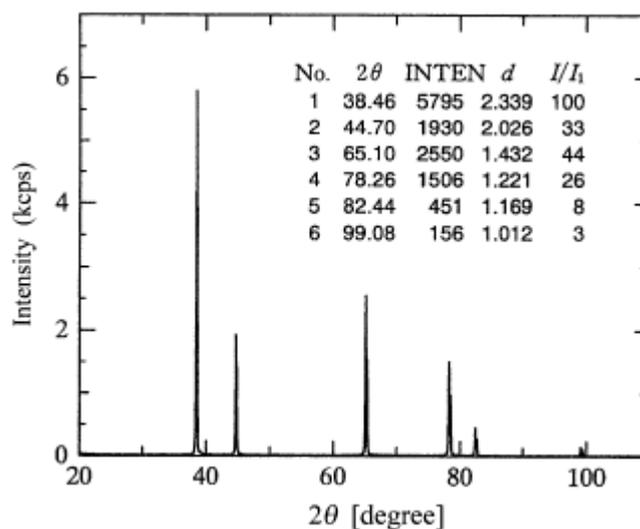


Figura 132 – Difratograma típico
Extraído de (ADACHI et al., 2012) e modificado

A Difração de Raios X é uma técnica que apresenta alguma dificuldade em caracterização de filmes finos. A varredura convencional θ - 2θ , baseada na geometria simétrica para atendimento à *condição de Bragg*, não é adequada para caracterizar filmes finos, pois o caminho do raio X se estende por uma camada de superfície muito curta para produzir intensidades de difração adequadas em relação ao volume massivo do substrato. Sob tais condições, o substrato, em vez do filme, domina o sinal de raios X espalhados; assim, os picos de difração dos filmes requerem longos tempos de contagem. Uma técnica utilizada para melhor caracterização de filmes finos é fazer com que o filme pareça mais espesso do que realmente é empregando um ângulo fixo de incidência rasante, de forma que o comprimento do caminho em um filme pode ser aumentado. Nesta configuração de incidência rasante, os raios X medidos são assimetricamente difratados. (HUANG, 1990)

7.3 Difratômetro

Um difratômetro é um instrumento de precisão com dois eixos de rotação independente. Este equipamento nos permite obter os dados de intensidade de um feixe de raios X difratados

e refletidos em função do ângulo, de modo a satisfazer a *lei de Bragg* sob a condição de raios X de comprimento de onda conhecido. A geometria básica do difratômetro coloca a fonte e o detector de raios X na circunferência de uma trajetória circular, e a amostra a ser caracterizada no centro da circunferência, como apresentado pela Figura 133. O detector faz uma varredura do sinal difratado e/ou refletido, medindo a intensidade dos raios X enquanto a trajetória circular é percorrida ao longo da circunferência. O detector fica sempre apontado para o centro da circunferência, local onde se encontra a amostra. Alguns sistemas de fendas e colimadores são inseridos no caminho dos raios X para redução de dispersão.

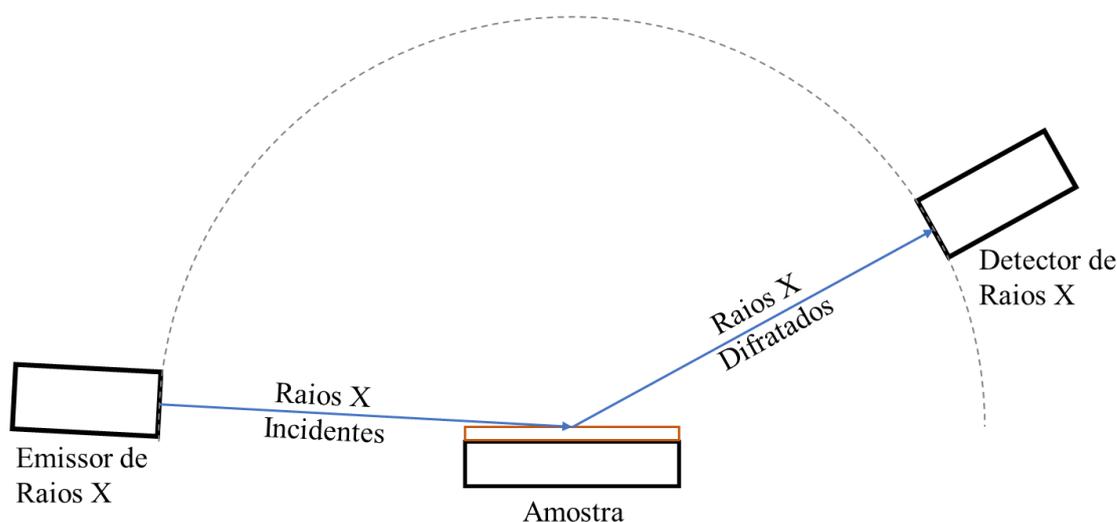


Figura 133 – Geometria típica de um difratômetro

O difratômetro usado neste trabalho foi o PANanalytical X'Pert PRO 3040/60 do Laboratório de Raios X do CBPF, Figura 134. Este equipamento dispõe de um gerador de raios X na faixa do $K\alpha$ do cobre, $1,54 \text{ \AA}$. Os raios X são gerados pelo fenômeno do bremsstrahlung, sendo a corrente e tensão elétrica do gerador ajustável, para controle de intensidade e energia da radiação incidente. O gerador translada sobre uma trajetória circular. No centro desta trajetória circular está o suporte do porta-amostra, uma estrutura fixa para encaixar o porta-amostra. O detector de raios X está também posicionado sobre uma trajetória circular. O difratômetro é refrigerado a água gelada. Um computador registra os valores medidos através do software Data Colector, desenvolvido pela PANanalytical.

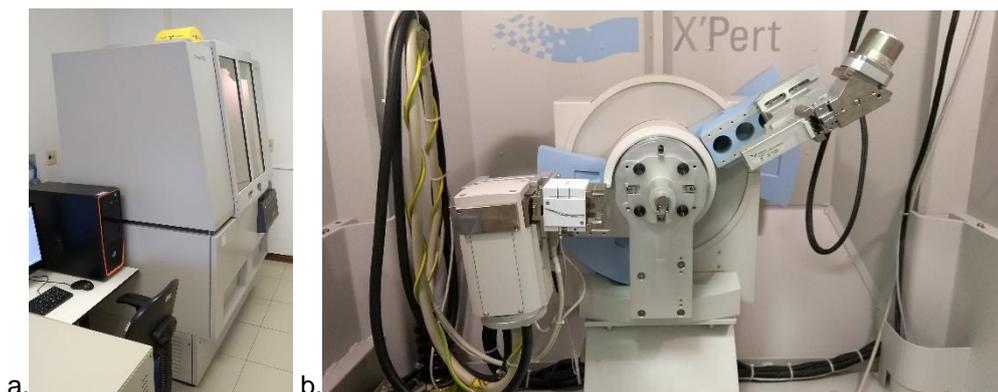


Figura 134 – Difratorômetro a) vista externa b) vista interna.

7.4 Procedimentos para Medida

As amostras foram posicionadas no porta-amostra sobre massa de modelar, que além de ser um material macio, possibilitando o nivelamento da amostra no porta-amostra, é também um material amorfo, não inserindo erros na medida. Em seguida, as amostras foram pressionadas com lamela de vidro, visando alinhá-la com o porta-amostra. A Figura 135 mostra como a amostra é posicionada no porta-amostra do difratômetro, e como fica o porta-amostra com a massa, e com a amostra sobre a massa.



Figura 135 – a) alinhamento da amostra ao porta-amostra do difratômetro; b) porta-amostra, com a massa de modelar, e com a amostra posicionada.

Para preparar o difratômetro para operação deve-se ligar o *chiller*; ligar o difratômetro na chave HT (*high tension*); ligar o computador; e, no programa Data Collector V2.4, ir em *Instruments* na aba superior, e depois em *connect*, na janela que abrir, para conectar o computador ao difratômetro. O difratômetro dispõe de uma configuração óptica que precisa ser ajustada. Do lado do gerador há diversas configurações de fendas. Do lado do receptor, há a opção do uso do colimador. Com o difratômetro ligado, e com a conexão via software estabelecida, deve-se realizar o alinhamento da amostra através de ajuste de offset. No

programa *Data Collector*, ajusta-se a intensidade e a energia dos raios X através da configuração de corrente e tensão, respectivamente.

O ponto de partida para a medida de espessura por RRX é: 1) O difratômetro estar devidamente ligado; 2) com o computador conectado; 3) com a amostra posicionada; 4) com a configuração óptica ajustada; e, 5) com a porta fechada. Para este trabalho, a configuração óptica usada para RRX foi a fenda de 1/2" no gerador e com o colimador no receptor.

Neste trabalho, foram geralmente usados os valores de 15mA e 35kV, ângulo de incidência de 2°, ângulo de medida de 0° a 90°. A configuração óptica utilizada foi: fenda de 1/2" no gerador de raios X e colimador no detector. A Figura 136 apresenta o painel do difratômetro, o colimador e as fendas disponíveis.

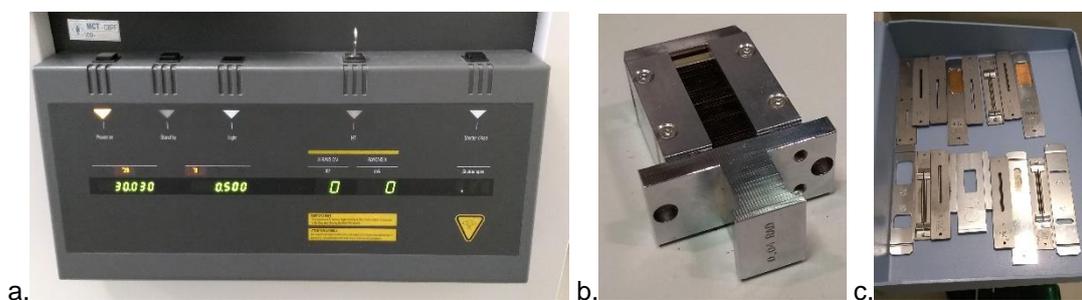


Figura 136 – a) painel do difratômetro, b) colimador, c) fendas.

Com os parâmetros do programa configurados, deve-se executá-lo, fazendo com que o inicie o processo de irradiação de raios X na amostra, e a consequente medida de intensidade de raios X. Os resultados da medida são gravados em um arquivo *.xrxml*.

A obtenção de medidas de espessura foi realizada com o auxílio do software *XRR Easy Thickness*. Este software foi desenvolvido no CBPF (SENDÃO et al., 2013) e está disponível no Laboratório de Cristalografia e Difração de Raios X do CBPF. O software calcula a espessura de um filme fino a partir dos resultados obtidos da intensidade medida dos raios X refletidos pela amostra.

Para uso do software *XRR Easy Thickness* o arquivo *.xrxml* deve ser convertido para o formato *.xy*, que é a extensão do arquivo que o software abre. Após abrir o arquivo *.xy*, é possível fazer um ajuste automático, e rapidamente obter o resultado da espessura da amostra. Por vezes, os valores medidos apresentam picos que o software não consegue resolver, geralmente devido a alguns pontos fora da curva. Neste caso, é possível ajustar os parâmetros manualmente para obter a espessura. O software *XRR Easy Thickness* retorna o resultado da

espessura da amostra, a partir dos valores de intensidade medido pelo difratômetro, assim como apresenta os parâmetros da equação usados para o cálculo. Os procedimentos de operação do software já foram amplamente detalhados por seu desenvolvedor (SENDÃO, 2014). A Figura 137 apresenta a interface do software *XRR Easy Thickness*. A Figura 138 mostra a identificação dos picos de refletividade, e a Figura 139 mostra os parâmetros do *fitting* da equação e a medida de espessura da amostra.

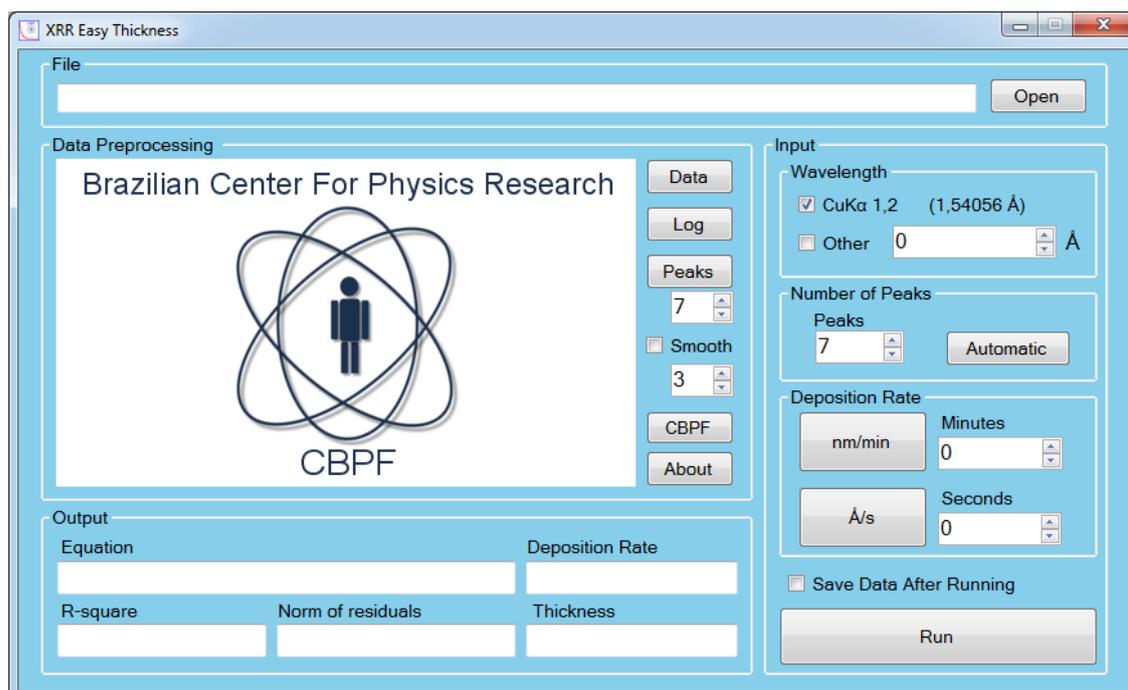


Figura 137 – Interface do software *XRR Easy Thickness*.

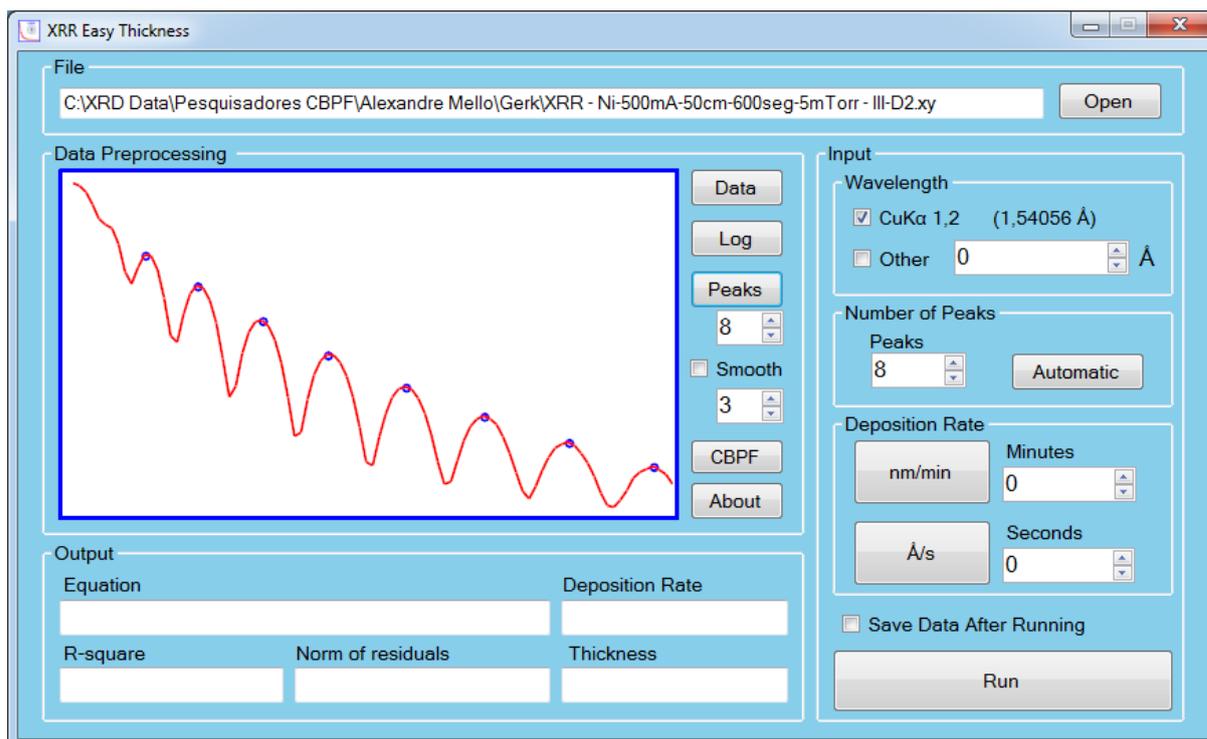


Figura 138 – *XRR Easy Thickness* - Identificação dos picos de reflexão

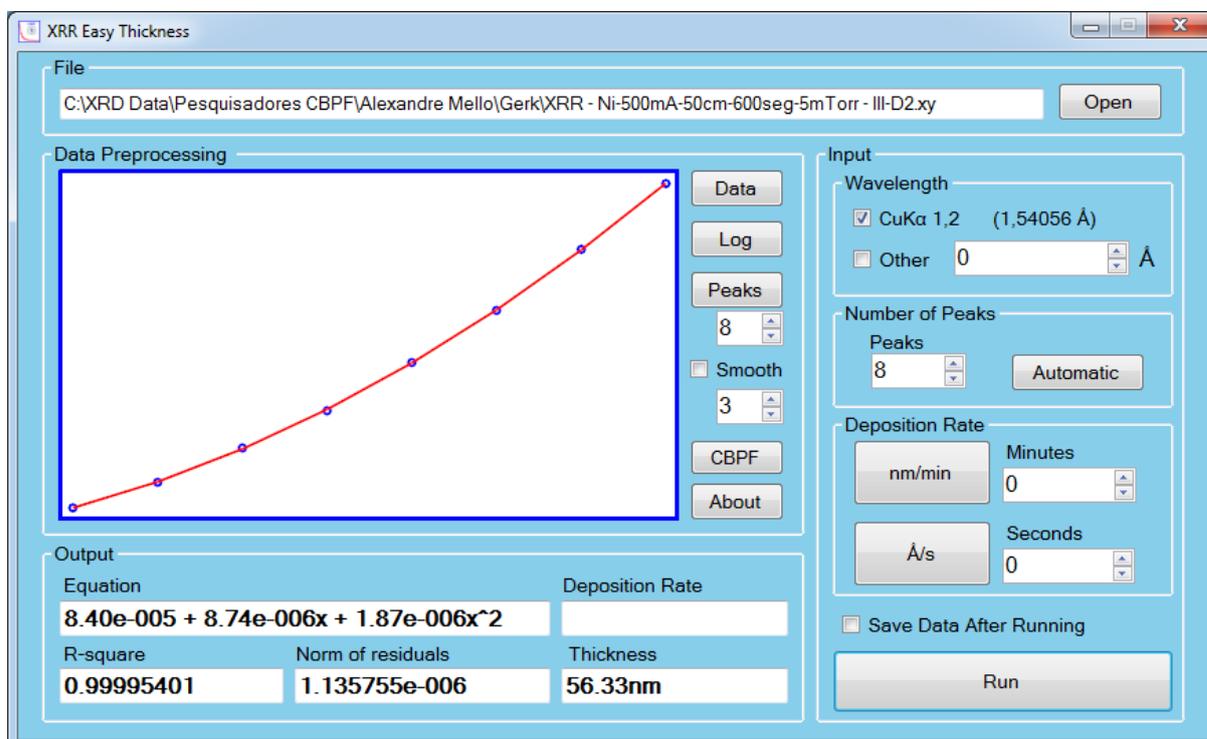


Figura 139 – *XRR Easy Thickness* - parâmetros do *fitting* e resultado da medida da espessura da amostra.

Os dados registrados nos arquivos .xrdml foram plotados no software Origin para análise da Difração de Raios X. Os dados das medidas foram comparados com os dados obtidos em fichas cristalográficas, possibilitando a indexação dos planos cristalinos a partir dos picos de difração registrados. A Figura 140 apresenta a ficha registrada no *Inorganic Crystal Structure Database* (ICSD) com a referência 01-087-0631, indicando as posições previstas para os planos de difração associados ao nitreto de titânio.

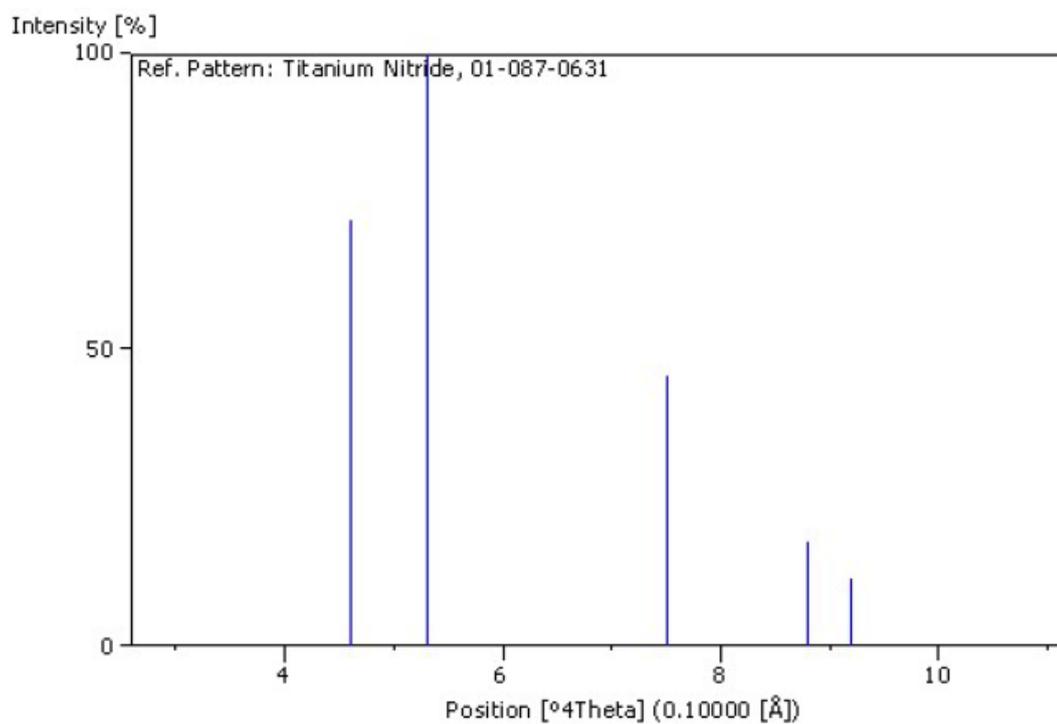


Figura 140 – Posições previstas para os planos de difração associados ao nitreto de titânio - ICSD 01-087-0631. Extraído da *Inorganic Crystal Structure Database* (ICSD)

8 – Resultados

8.1 Deposição de Cobre

Para validar a repetibilidade do processo de deposição, foram produzidas 3 amostras com exatamente o mesmo processo e os mesmos parâmetros. As amostras foram produzidas no mesmo magnetron e em sequência, usando o modo automático e a mesma receita, e com pressão de trabalho de 5mTorr de argônio, com altura na posição de 50mm, e com fonte DC fornecendo 100mA. Em seguida, as amostras foram levadas ao difratômetro para medição de espessura pela técnica de RRX. A Tabela 8 apresenta os resultados.

Tabela 8 – Repetibilidade do processo.

	Espessura (nm)
Amostra Cu 1	29,46
Amostra Cu 2	28,03
Amostra Cu 3	25,23
Média	27,57
Desvio Padrão	1,757
Desvio Padrão Relativo	6,37%

Em seguida, foram produzidas sequencialmente repetidas amostras de cobre com os mesmos procedimentos e parâmetros, alterando somente um parâmetro por vez. O processo de deposição de filmes foi realizado usando o programa no modo automático. Em seguida, as amostras foram levadas ao difratômetro para medição da espessura do filme de cobre depositado sobre o Silício pela técnica de RRX.

Iniciando com a variação no tempo de deposição, foram produzidas 3 amostras com os mesmos parâmetros com exceção do tempo de deposição, que foram 600s, 1200s e 1800s. As medidas foram 29,46nm, 49,15nm e 68,50nm, respectivamente relacionadas às amostras produzidas com 600s, 1200s e 1800s de tempo de deposição. Ligando os pontos, o gráfico com esses valores evidencia um comportamento praticamente linear, conforme pode ser verificado na Figura 141.

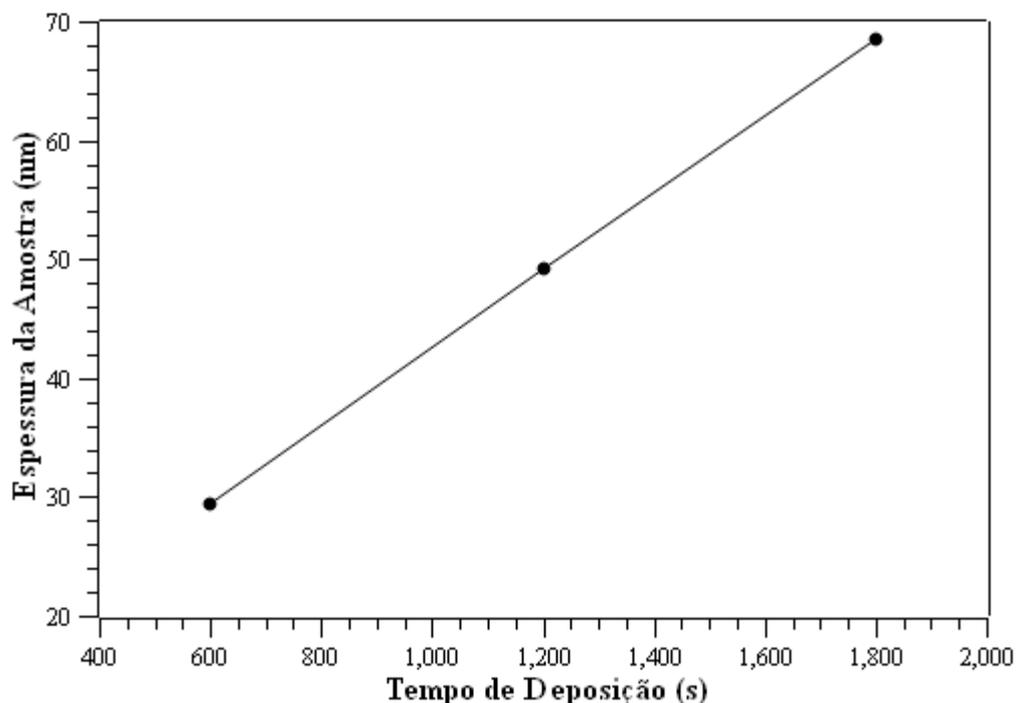


Figura 141 – Gráfico da espessura da amostra em função do tempo de deposição.

Variando em seguida a pressão de trabalho de argônio, que foi ajustado para 2mTorr, 5mTorr e 10mTorr, foram produzidos sequencialmente 3 filmes de cobre depositados sobre Silício, com 600s de tempo de deposição. A espessura dos filmes foram 32,68nm para 2 mTorr, 29,46nm para 5mTorr e 16,36nm para 10mTorr. A espessura do filme fino produzido caiu com o aumento da pressão de Argônio nesta faixa analisada. A Figura 142 mostra o gráfico com os valores obtidos, sugerindo uma variação praticamente linear.

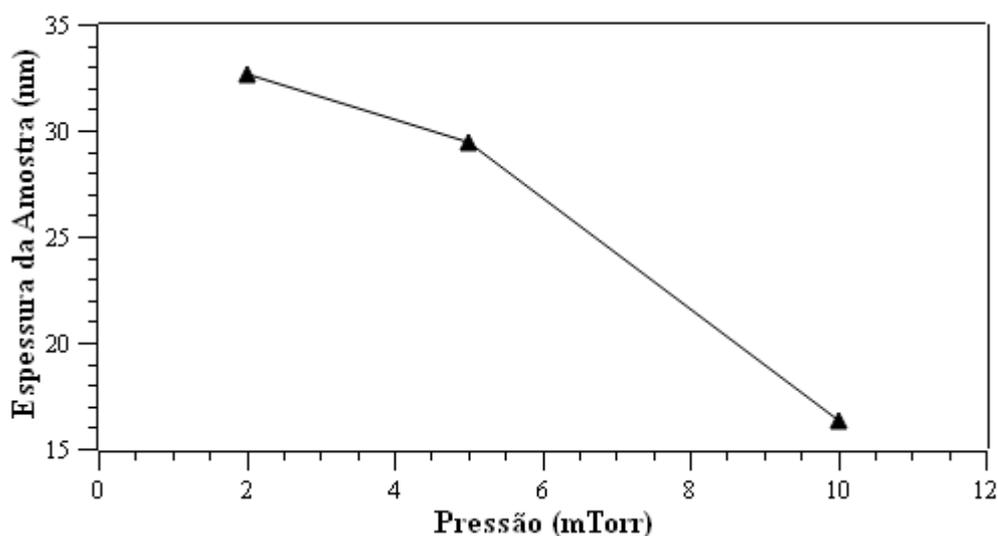


Figura 142 – Gráfico da espessura da amostra em função da pressão de trabalho.

Em seguida, o processo foi repetido, porém, variando-se a corrente elétrica entregue pela fonte ao magnetron, mantendo o tempo de deposição em 600s e a pressão de trabalho de argônio em 5mTorr. Foram produzidas 5 amostras com os seguintes valores controlados de corrente elétrica da fonte DC: 100mA, 200mA, 300mA, 400mA e 500mA. A espessura medida no difratômetro foi de, respectivamente, 29,46nm, 61,90nm, 98,29nm, 142,20nm, e a espessura da amostra produzida com 500mA apresentou uma espessura além da capacidade de medida do difratômetro. A Figura 143 mostra o gráfico desses valores, onde vemos que, para aplicação prática, pode-se considerar que a espessura da amostra variou linearmente na faixa de corrente analisada para alvo de cobre.

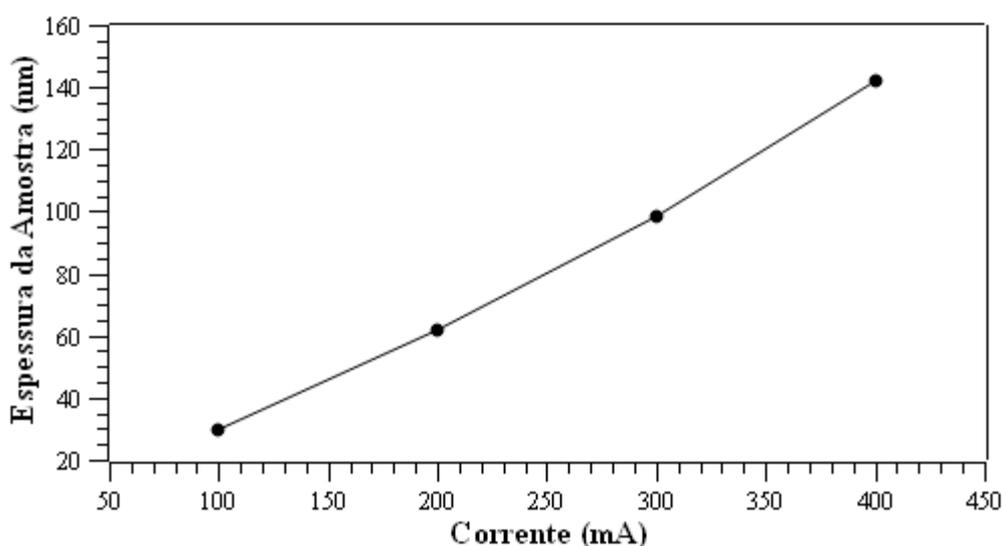


Figura 143 – Gráfico da espessura da amostra em função da corrente elétrica da fonte DC.

O procedimento foi repetido, incluindo todos os parâmetros anteriores, porém usando a fonte RF ao invés da fonte DC. Mesmo configurando para o modo de corrente, a fonte DC fornece leitura de tensão, corrente e potência dissipada no magnetron. Os valores de potência dissipada pela fonte DC foram anotados enquanto as amostras eram produzidas com diferentes *setpoints* de corrente. Então, configurando a fonte RF com os mesmos valores de potência lido na fonte DC, pode-se comparar a deposição de filmes com fonte DC e fonte RF. Concluídas, as amostras foram levadas ao difratômetro para medida de espessura. A Tabela 9 mostra a diferente espessura nos filmes depositados com fonte DC e fonte RF usando os mesmos parâmetros (600s, 5mTorr de Ar, 50cm).

Tabela 9 – Comparação da espessura das amostras usando fonte DC e RF.

Potência (W)	Espessura das amostras produzidas	
	por fonte DC	por fonte RF
31	29,46 nm	12,93 nm
71	61,90 nm	30,53 nm
121	98,29 nm	58,56 nm
164	142,2 nm	80,59 nm

Colocando esses dados em um gráfico, Figura 144, vemos uma tendência de crescimento linear em ambas as curvas para a faixa analisada, porém, com diferente coeficiente angular. A comparação da taxa de deposição de cobre depositado por fonte DC e por fonte RF, mantendo-se todos os demais parâmetros fixos, e entregando para os magnetrons a mesma potência, mostraram que as amostras produzidas por fonte DC apresentaram praticamente o dobro da taxa de deposição que as amostras produzidas por fonte RF.

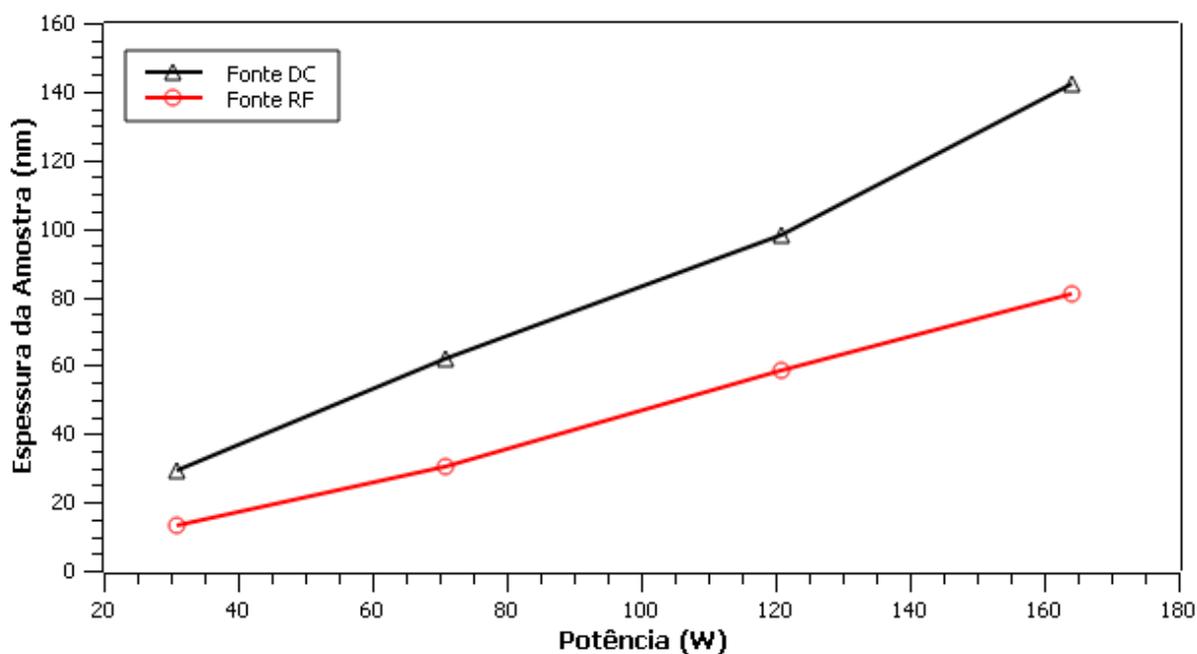


Figura 144 – Gráfico de comparação entre a espessura da amostra produzida na mesma potência, mas com tipo de fonte diferente (DC/RF).

8.2 Deposição de Níquel

Seguindo o mesmo método, foram produzidas também amostras de níquel usando os mesmos procedimentos e parâmetros usados para a produção dos filmes de cobre. As amostras tiveram suas espessuras medidas pela técnica de Refletividade de Raios X (RRX), e os

resultados obtidos constam na Tabela 10. A espessura da amostra produzida com corrente de 100mA ficou inferior à faixa de medida do difratômetro. O mesmo ocorreu para o caso da amostra de cobre produzida com 500mA. Nesta tabela consta também a razão Ni/Cu com a finalidade de comparar este resultado com o que consta no manual do magnetron. O manual diz que a taxa de deposição do níquel é aproximadamente 0,7 da taxa de deposição do cobre (AJA, 2004), mas a taxa de deposição obtida nas mesmas condições para o níquel foi aproximadamente 0,3.

Tabela 10 – Espessura obtida para os filmes de Cu e Ni para os diferentes níveis de corrente.

Corrente (mA)	Espessura (nm)		
	Cu	Ni	Ni/Cu
100	29,46	-	-
200	61,9	18,44	30%
300	98,29	27,37	28%
400	142,1	45,99	32%
500	-	57,08	-

8.3 Deposição de Nitreto de Titânio

Para evitar danos ao alvo, todas os filmes de TiN usaram rampa de potência de 500s antes da abertura dos obturadores (*shutter*) dos alvos para deposição.

Foram produzidas 6 amostras de TiN com todos os parâmetros iguais, com exceção da pressão de argônio na câmara, com fonte RF dissipando 150W por 2.000s de tempo de deposição. As amostras produzidas apresentaram aspecto visual semelhante, conforme pode ser verificado na Figura 145. As medidas de espessuras por RRX estão na Tabela 11, e tiveram variação inferior a 1% na espessura das amostras produzidas entre 2 e 5 mTorr.

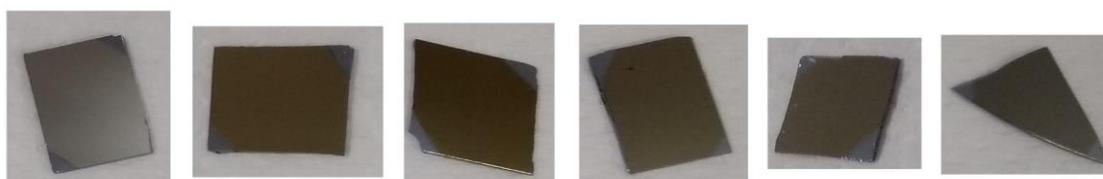


Figura 145 – Amostras de TiN produzidas com 1, 2, 3, 4, 5 e 6mTorr respectivamente.

Tabela 11 – Espessura das amostras de TiN depositadas com diferentes pressões.

Fonte	Potência (W)	Pressão (mTorr)	Espessura (nm)
RF	150	1	25,92
RF	150	2	35,59
RF	150	3	35,85
RF	150	4	35,71
RF	150	5	35,11
RF	150	6	32,95

O gráfico da Figura 146 apresenta estes resultados, cujo perfil é diferente dos resultados registrados para o cobre em faixa de pressão próxima (2, 5 e 10mTorr), conforme abordado anteriormente.

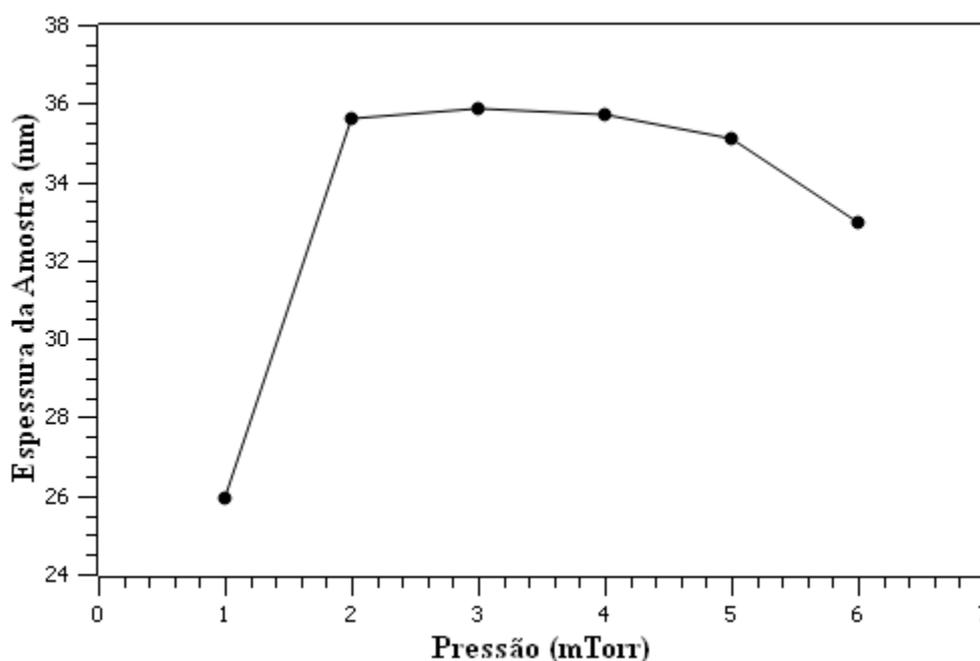


Figura 146 – Gráfico correlacionando a espessura da amostra de TiN produzida com diferentes níveis de pressão de trabalho.

Foram produzidas duas amostras de TiN para fins de comparação da influência da atmosfera da câmara de vácuo na taxa de deposição. Ambas as amostras foram produzidas em pressão de 6mTorr. Uma das amostras foi produzida em atmosfera inerte de argônio. A outra foi produzida em atmosfera reativa, com 17% de nitrogênio, sendo 5mTorr de argônio (4,98mTorr, em verdade) e 1mTorr de nitrogênio (1,04mTorr, em verdade). Foi utilizada fonte RF dissipando 150W, com o porta-amostra na mesma altura, ambas as amostras produzidas em temperatura ambiente. A Tabela 12 apresenta as taxas de deposição obtidas. A taxa de

deposição obtida em atmosfera inerte foi um pouco maior que o dobro (2,37) da taxa obtida em atmosfera reativa com 17% de nitrogênio. Resultados similares (3 vezes maior) foram obtidos em deposição reativa de TiN a partir de alvos de Ti e atmosfera com 17% de nitrogênio (MAYRHOFER et al., 2002).

Tabela 12 – Comparação da taxa de deposição de amostras produzidas em 6mTorr de pressão.

Pressão (mTorr)		Taxa de Deposição
Ar	N	(nm/s)
6,00	0	0,0164
4,98	1,04	0,0072

Neste ponto, cabe ressaltar a dificuldade de ajuste da mistura de gás na câmara. Para o CONFOCAL MS trabalhar com um único gás, basta que o sistema de controle de pressão atue, corrigindo a posição da Válvula Reguladora de Exaustão MKS 653B conforme a variação da pressão. Entretanto, para processos que envolvem mistura de gases, deve-se, mantendo a vazão de gases fixa, fixar a posição da Válvula Reguladora de Exaustão MKS 653B no ponto mais próximo para o nível de pressão desejado (neste caso, próximo de 5mTorr), e em seguida injetar nitrogênio. Ao realizar este procedimento, com a válvula fixa na posição de 17% aberta, a pressão da câmara após a injeção de argônio e antes da injeção de nitrogênio ficou em 4,98mTorr, e a pressão após a injeção de ambos os gases ficou em 6,02mTorr. Esta diferença pode ser devida à resolução do ponto de ajuste (*setpoint*) da posição da válvula, que é feita em números inteiros.

Aproveitando os resultados obtidos no teste da mistura dos gases, foi realizado em seguida um teste para avaliar a variação da espessura da amostra com a variação da temperatura do porta-amostra durante a deposição. Buscou-se novamente produzir uma amostra com pressão de trabalho de 5mTorr de argônio e 1mTorr de nitrogênio, porém com o porta-amostra aquecido a 550°C. Novamente ressaltando a dificuldade de controlar a mistura de gases, a medida de pressão anterior à injeção de nitrogênio na câmara foi de 5,11mTorr, e 6,11mTorr depois de injetar nitrogênio. Ambas as amostras foram produzidas com tempo de deposição de 4h (14.400s), e a espessura medida foi de 103,99nm (para a amostra produzida em temperatura ambiente) e 81,66nm (para a amostra produzida com porta-amostra a 550°C). Comparando, a taxa de deposição da amostra produzida com porta-amostra aquecido a 550°C foi 21,23% menor que a taxa de deposição da amostra produzida em temperatura ambiente.

Seguindo a produção de amostras com porta-amostra aquecido a 550°C e fonte RF dissipando 150W por 4h (14.440s), foi produzida uma amostra com 5mTorr de pressão de argônio (medido 5,76mTorr) e 3mTorr de pressão de nitrogênio (pressão total medida de 8,00mTorr). A espessura do filme foi medida em 25,87nm, e a taxa de deposição foi de 0,0018nm/s.

A Tabela 13 mostra as amostras de TiN produzidas em atmosfera reativa, e os seguintes parâmetros de produção: pressão dos gases, temperatura do porta-amostra, espessura das amostras e taxa de deposição. Todas essas amostras foram produzidas com fonte RF dissipando 150W por 14.400s (4h) de tempo de deposição. Os filmes depositados ficaram finos demais, de forma que as análises pela técnica da DRX ficariam prejudicadas. A amostra N° 3, mais fina, apresentou cor mais próxima do alvo de TiN.

Tabela 13 – Amostras de TiN produzidas em atmosfera reativa.

N°	Foto da amostra	Pressão (mTorr)		Espessura (nm)	Taxa de Deposição (nm/s)	Temperatura
		Ar	N			
1		4,98	1,04	103,99	0,0072	Ambiente
2		5,11	1,00	81,66	0,0057	550 °C
3		5,76	2,24	25,87	0,0018	550 °C

Para confirmar que está crescendo TiN a partir do *sputtering* do alvo do TiN, foi produzida uma amostra de TiN um pouco mais espessa, para que pudesse ser caracterizada através da técnica de Difração de Raios X (DRX). A partir das amostras produzidas, verificou-se que a amostra que obteve a maior taxa de deposição de TiN foi produzida com os seguintes parâmetros: Fonte RF dissipando 150W, porta-amostra na altura de 50mm, em atmosfera inerte de argônio a 5mTorr. Entretanto, como o objetivo era fazer uma análise por DRX, a amostra

foi depositada com o porta-amostra aquecido em 550°C para induzir a mobilidade dos átomos, definindo melhor os picos de difração. Foi depositado TiN por 4h (14.400s) usando estes parâmetros. Com este tempo de deposição, espera-se a deposição de aproximadamente 250nm de TiN, espessura suficiente para caracterização por DRX. A Figura 147 mostra a fotografia da amostra produzida.



Figura 147 – Amostra TiN produzida com os melhores parâmetros de deposição, porém aquecida em 550°C.

A Figura 148 apresenta o difratômetro obtido para a amostra (superior), e o difratômetro esperado para TiN (centro) e Ti₂N (inferior). Apesar da espessura da amostra ser suficiente para medida por DRX, o sinal ruidoso apresentado no difratograma evidencia que a amostra ficou bastante fina, dificultando a identificação do padrão de difração. Entretanto, a medida foi suficiente para identificar a formação de TiN a partir da comparação com o difratograma do TiN padrão. O resultado obtido próximo do TiN padrão mostra ainda que não houve perda de nitrogênio durante o processo de *sputtering*, conforme esperado (MAYRHOFER et al., 2002) (STANISLAV; SIKAC; CERMAK, 1990) (LU; CHEN, 2000). Caso houvesse perda de nitrogênio do TiN do alvo, o filme depositado seria de Ti₂N. (ELSTNER et al., 1994)

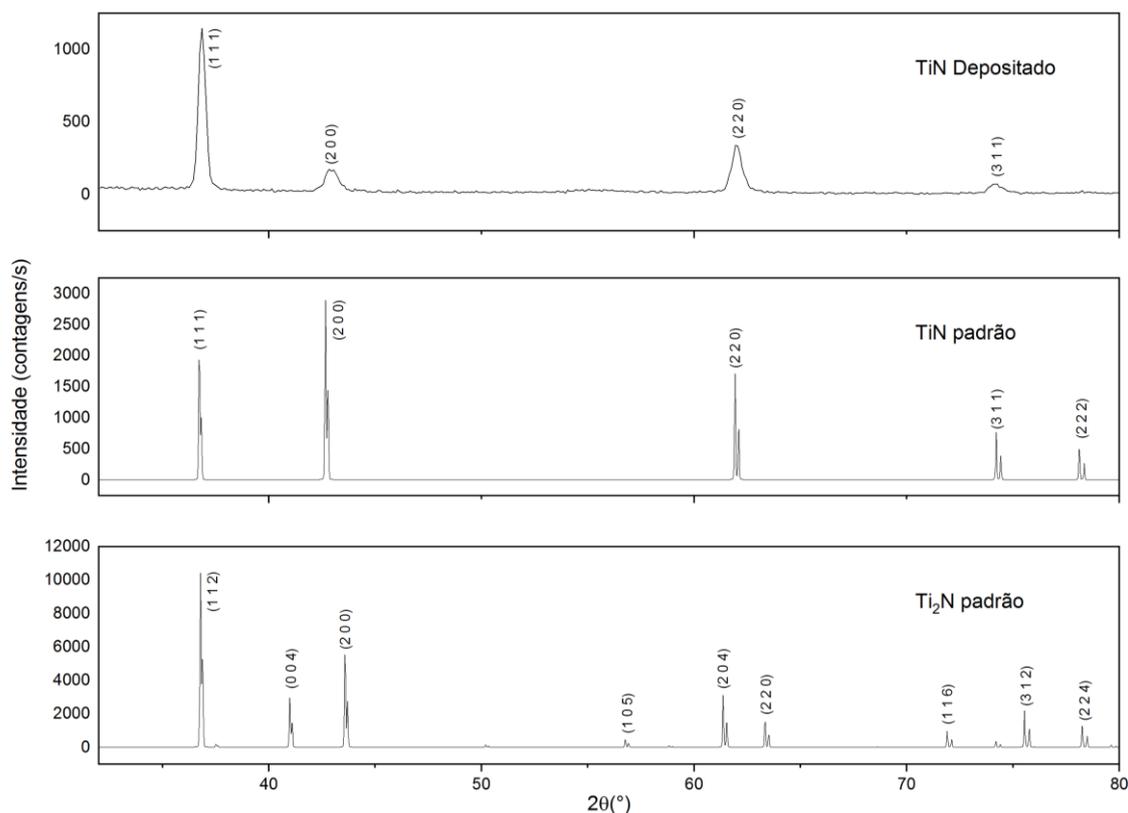


Figura 148 – Difratomogramas da amostra de TiN, do TiN padrão e do Ti₂N padrão

8.4 Nitretação de Titânio

Foi depositado titânio sobre substrato de silício, usando fonte DC dissipando 150W, com pressão de argônio em 5mTorr, por 3200s. Após a produção, a amostra foi retirada da câmara de vácuo e levada ao difratômetro. O resultado da espessura da amostra medida por RRX foi de 181,5nm. Em seguida, a amostra voltou para câmara de vácuo, para validação da nitretação a plasma. Foi injetado nitrogênio a 100mTorr na câmara. O porta-amostra foi aquecido a 550°C. Foi ligada a fonte RF dissipando 20W no porta-amostra, ignitando o plasma. A nitretação foi realizada por 20min. A Figura 149 mostra a imagem do processo a partir da janela de inspeção. Pode-se verificar, na parte inferior, os 5 magnetrons com os obturadores (*shutters*) fechados; e na parte superior, o porta-amostra imerso em um plasma rosa por baixo e com uma luz amarela por cima (aquecimento por radiação).

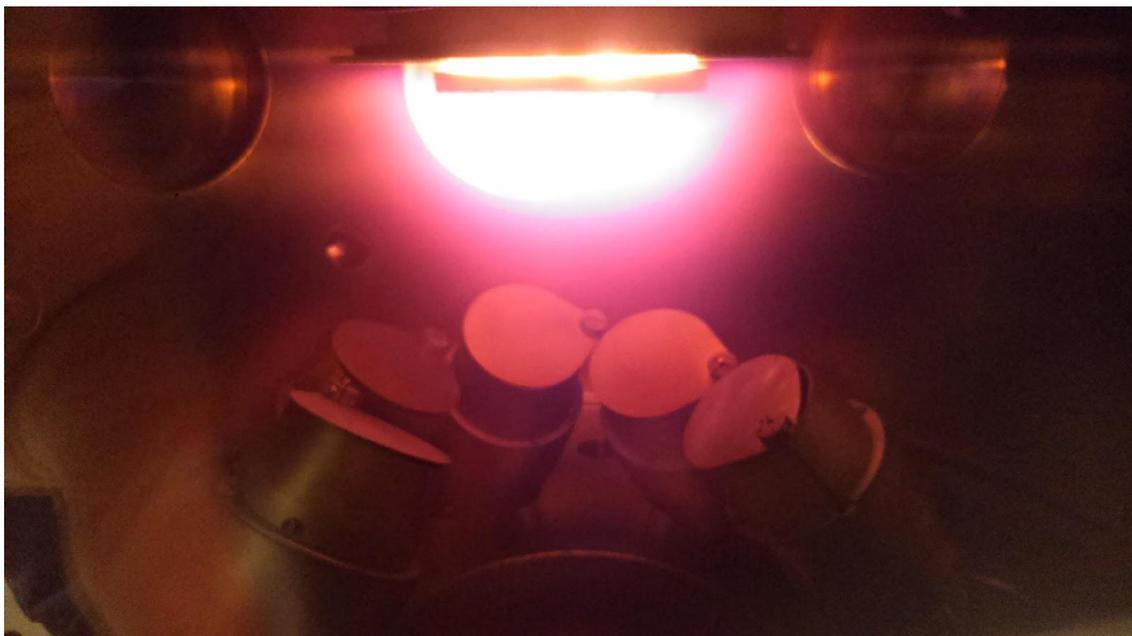


Figura 149 – Câmara interna durante nitretação assistida a plasma, com porta-amostra aquecido a 500°C.

O resultado esperado com a nitretação era a formação de nitreto de titânio. A Figura 150 é a imagem da amostra de titânio após a nitretação. A coloração dourada se aproxima da esperada para o nitreto de titânio.

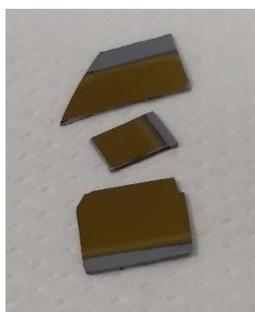


Figura 150 – Amostra de nitreto de titânio produzido por nitretação de titânio assistida a plasma.

A amostra foi caracterizada por Difração de Raios X (DRX) com o objetivo de validar a nitretação do titânio, formando nitreto de titânio. A análise do resultado ficou prejudicada devido à espessura do filme ser fina demais (181,25nm) para a técnica de DRX. Buscando obter melhores resultados, a medida foi repetida com diferentes ângulos de incidência rasante dos raios X e com diferentes configurações de corrente e tensão no emissor de raios X.

A Figura 151 apresenta os difratogramas gerados a partir de ângulos de 0,5°, 0,8°, 1° e 1,5°. Os resultados mostraram picos ligeiramente mais intensos em 1,5°.

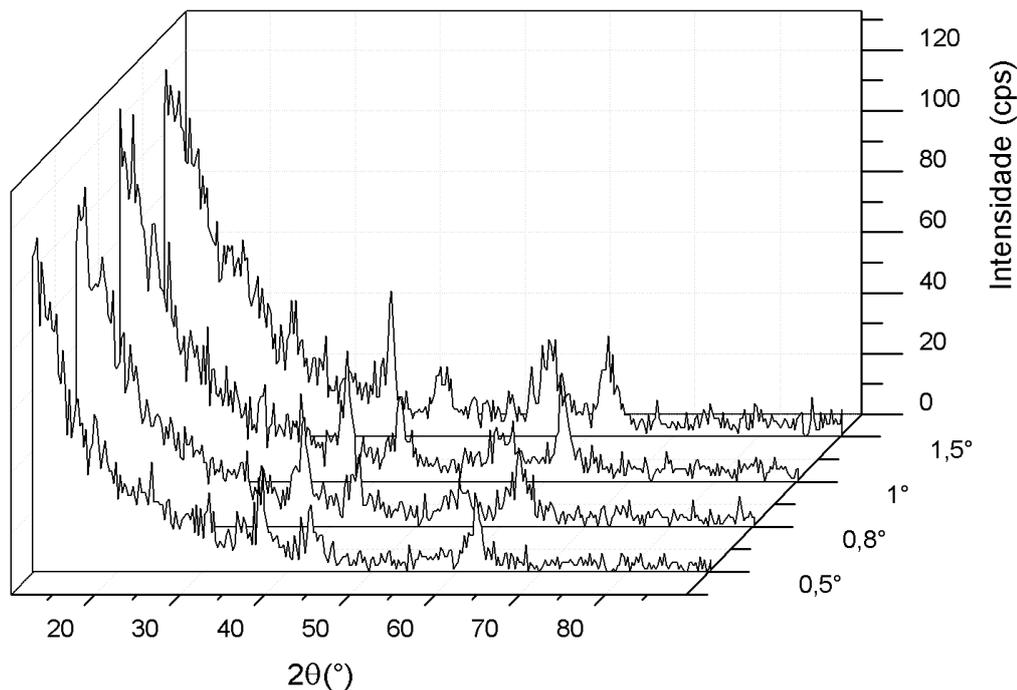


Figura 151 – Medidas de difração em diferentes ângulos da amostra de Ti nitretado.

Aumentando a inclinação do emissor, em 3° a incidência deixa de ser rasante o suficiente para a técnica de DRX, e o pico do substrato de silício fica evidente. A Figura 152 mostra a comparação do difratograma gerado com angulação de $1,5^\circ$ e 3° . O resultado da medida realizada com $1,5^\circ$ não é zero, como pode ser verificado na Figura 151 acima. Porém, como a intensidade medida com 3° está em outra ordem de grandeza, o difratograma de $1,5^\circ$ fica muito próximo de zero.

A Figura 153 apresenta os difratogramas gerados com o emissor de raios X inclinado em $0,5^\circ$, porém com diferentes configurações de tensão e corrente: 35kV e 35mA, 40kV e 40mA, 45kV e 40mA, 40kV e 45mA.

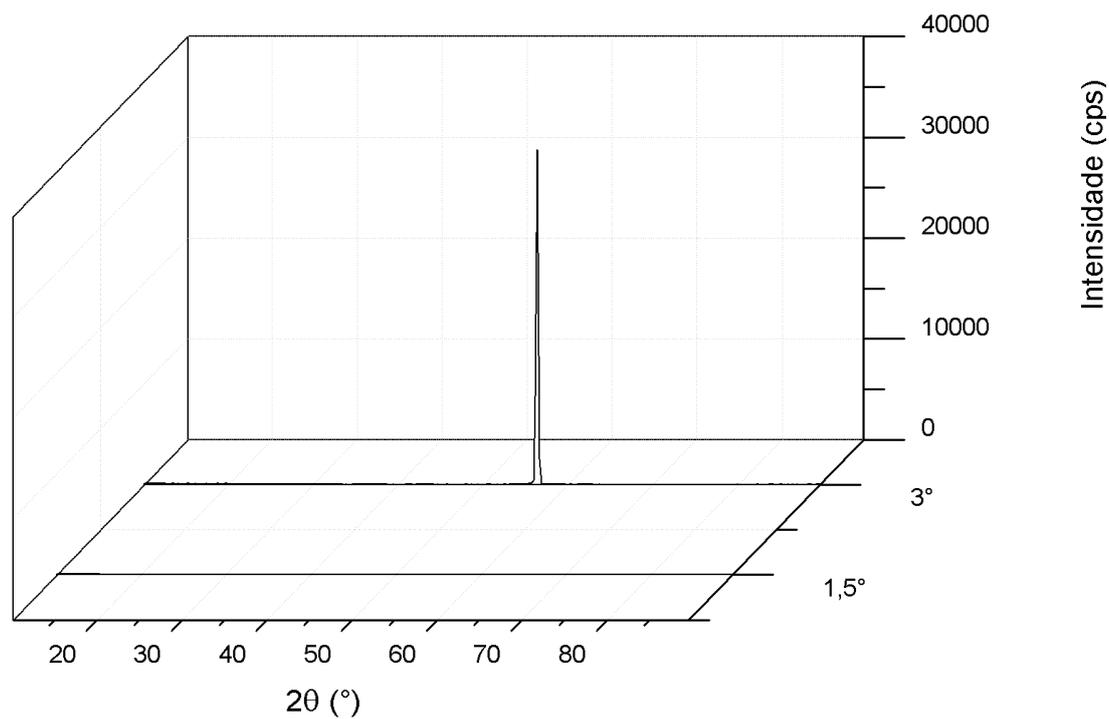


Figura 152 – Comparação entre a incidência rasante de $1,5^\circ$ e a incidência não rasante de 3°

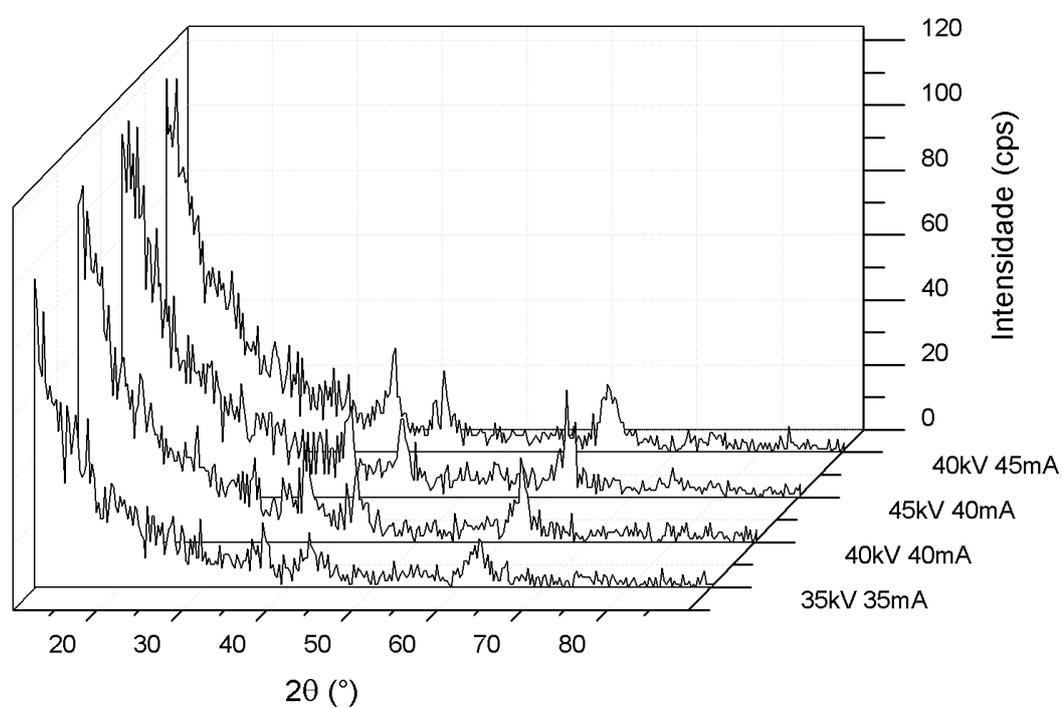


Figura 153 – Difractogramas gerados a $0,5^\circ$ com diferentes configurações de corrente e tensão

O difratograma superior da Figura 154 mostra o resultado obtido a $1,5^\circ$, ângulo em que foram registrados os resultados ligeiramente maiores de intensidade da difração de raios X. O difratograma central é o padrão encontrado para o TiN, e o difratograma inferior é o padrão encontrado para o Ti_2N . A comparação entre os picos evidencia a formação de nitreto de titânio.

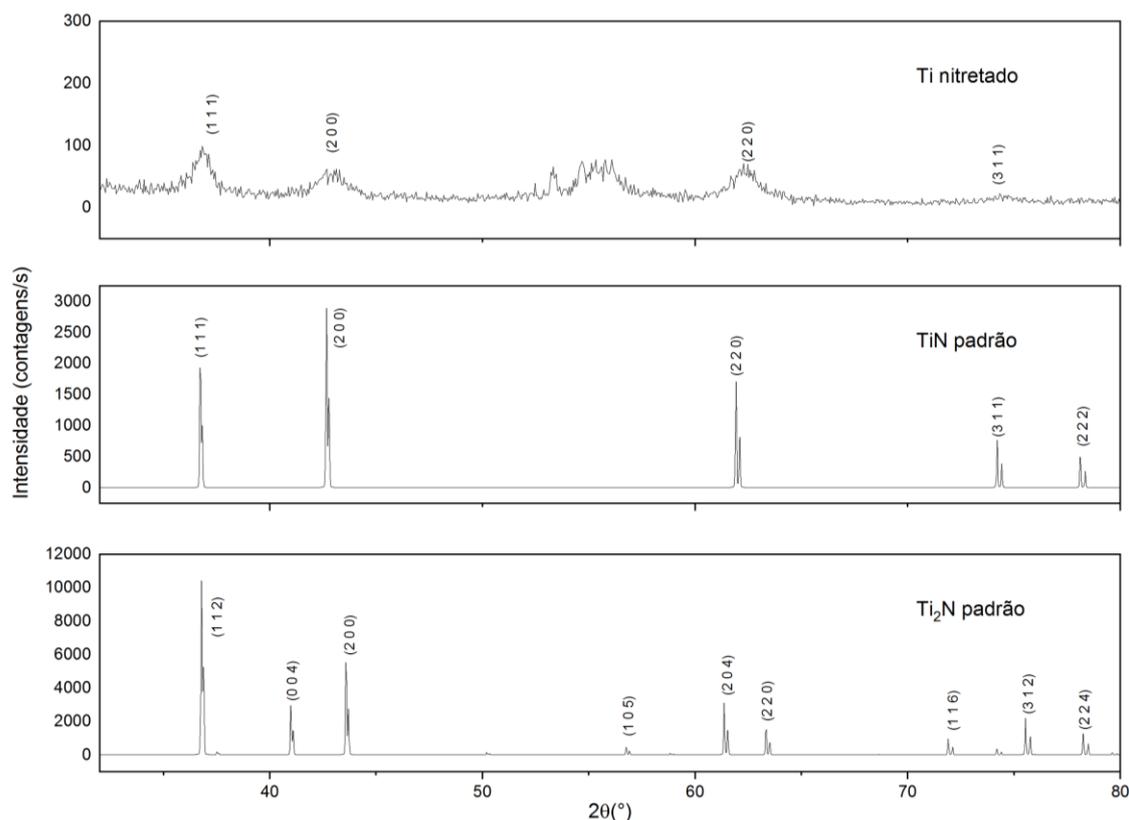


Figura 154 – Medida de difração da amostra de Ti nitretada do ângulo que obteve picos de intensidade mais altos.

8.5 Desbaste Iônico por Argônio

Com o objetivo de validar o funcionamento do desbaste iônico (*plasma etching*), foram produzidas ao mesmo tempo 3 amostras de cobre no mesmo porta-amostra, objetivando produzir amostras as mais próximas possível. As amostras foram produzidas com 5mTorr de Argônio, por 600s de tempo de deposição, e altura na marca dos 50mm. Em seguida, as amostras foram retiradas da câmara de vácuo, e levadas ao difratômetro, para medição da espessura dos filmes por RRX. A espessura das amostras foi medida em 25,23nm. Em seguida, as amostras foram levadas novamente à câmara de vácuo, desta vez para validação do desbaste iônico. A primeira amostra foi desbastada com Argônio a 5mTorr por 600s usando fonte RF dissipando 20W no porta-amostra, e a segunda amostra foi desbastada com parâmetros

similares, sendo pressão de Argônio a 5mTorr por 600s, porém com a fonte RF dissipando 40W. Posteriormente, as amostras foram levadas novamente ao difratômetro para medição de espessura. A Tabela 14 apresenta os resultados das medidas de espessura. Os resultados mostraram que, ao dobrar a potência dissipada pela fonte RF no porta-amostra, a taxa de desgaste aumentou 3,17 vezes.

Tabela 14 – Desbaste iônico.

Potência (W)	Espessura medida (nm)	Total desbastado (nm)	Taxa de desbaste (nm/s)
20	21,66	3,57	0,006
40	13,91	11,32	0,019

9 – Conclusão

A montagem do CONFOCAL MS foi concluída, possibilitando o funcionamento dos diversos dispositivos. Os sistemas formados pelos dispositivos formaram a instrumentação que possibilita a operação controlada das funcionalidades do CONFOCAL MS. O CONFOCAL MS já está em operação, ampliando a capacidade de produção de filmes finos do Laboratório de Superfícies e Nanoestruturas (LabSurf) do CBPF.

A instrumentação foi integrada, por comunicação de dados e programação, em um computador, de onde o CONFOCAL MS é operado. O programa desenvolvido facilita a operação, e sua interface gráfica deixa a operação mais intuitiva. O processo de deposição (mono ou multicamadas) em atmosfera inerte pode ser realizado automaticamente, tendo demonstrado estabilidade no controle do processo, e repetibilidade na produção das amostras, com desvio padrão relativo de 6,37%. As demais funcionalidades precisam ser feitas manualmente, operando os dispositivos em seus próprios painéis: deposição em atmosfera reativa, desbaste iônico (*Plasma Etching*), nitretação e oxidação assistida a plasma, codeposição, e tratamento térmico a vácuo. O controle da mistura de gases em atmosfera reativa não foi alcançado.

As amostras produzidas com o alvo de cobre objetivaram validar a funcionalidade básica de deposição de filmes finos do CONFOCAL MS, verificando o comportamento do sistema através da comparação da espessura das amostras. Os resultados obtidos sugerem que, para os parâmetros utilizados na deposição, há uma tendência de linearidade no aumento da espessura da amostra em função do aumento do tempo de deposição e da potência (ou corrente) dissipada no alvo, assim como da pressão de trabalho, porém inversamente linear neste caso. A comparação da taxa de deposição do cobre ao utilizar fonte DC ou RF mostrou que as amostras produzidas por fonte DC apresentaram praticamente o dobro da taxa de deposição que as amostras produzidas por fonte RF, mantendo-se todos os demais parâmetros fixos e entregando para os magnetrons a mesma potência.

A comparação da taxa de deposição entre o cobre e o níquel mostraram que a taxa de deposição obtida nas mesmas condições para o níquel é aproximadamente 0,3 da taxa de deposição do cobre, diferente do que diz o manual do magnetron (0,7). Esta comparação foi uma das etapas utilizadas para a produção de liga de cobre e níquel por codeposição publicada na revista de Notas Técnicas do CBPF (GERK; MELLO, 2019).

Os resultados das medidas de espessura do nitreto de titânio (TiN) indicaram que a variação da taxa de deposição dos processos realizados entre 2 e 5 mTorr foi inferior a 1%. O perfil dos resultados é diferente dos resultados registrados para o cobre em faixa de pressão similar. A comparação das taxas de deposição obtidas em processos realizados em 6 mTorr de pressão usando atmosfera inerte e reativa mostraram que, com 1 mTorr de nitrogênio, a taxa de deposição caiu para praticamente a metade (43,90%). Aquecendo o porta-amostra a 550°C, e produzindo outra amostra em atmosfera reativa com 1/2 de nitrogênio, a taxa de deposição obtida foi 21,23% inferior. Foi ainda produzida uma amostra em atmosfera reativa com 3mTorr de nitrogênio e 5mTorr de argônio, e o resultado foi uma taxa de deposição de 31% do caso anterior. Os resultados de DRX evidenciaram o crescimento de TiN a partir de *sputtering* inerte de alvo de TiN, sem perdas de nitrogênio.

Foram validadas ainda as funcionalidades de desbaste iônico em Argônio e de nitretação assistida a plasma. Os resultados das medidas de espessura validaram o funcionamento do desbaste iônico. A mesma técnica foi utilizada para nitretar uma amostra de titânio, que apresentou cor amarelo dourado, similar à fase TiN, e cujo difratograma evidenciou a formação de TiN.

Sugestões para trabalhos futuros:

- Ajustar o controle de gases, principalmente através do controle de vazão mássica.
- Ampliar a automação do sistema, desenvolvendo rotinas no programa que possibilitem o funcionamento automático das demais funcionalidades: deposição reativa, desbaste iônico, nitretação e oxidação assistida por plasma, e tratamento térmico.
- Montar uma sonda eletrostática na câmara para analisar o plasma gerado pelos magnetrons durante a deposição, na zona da amostra, e determinar a energia dos íons que chegam aos substratos, com o objetivo de aumentar a repetibilidade dos filmes produzidos e de avaliar as interferências entre os plasmas dos magnetrons e seus efeitos nas deposições dos filmes.
- Desenvolver no programa o registro de operação (*Log*)
- Para melhor caracterização do sistema, pode-se aprofundar o estudo sobre desbaste iônico, reação assistida a plasma (nitretação e oxidação) e produção de filmes em atmosfera reativa.
- Avaliação morfológica por microscopia eletrônica da estrutura dos filmes para comparação entre os filmes depositados usando fonte DC e RF.

10 – Referências

- ADACHI, H. et al. **Handbook of Sputter Deposition Technology: Fundamentals and Applications for Functional Thin Films, Nanomaterials, and MEMS**. 2 ed. Oxford. Elsevier. 2012.
- ADIXEN. **ATH 1300/1600 M-MT Maglev Hybrid Turbomolecular Pumps**. Manual Reference 105 677. Alcatel Vacuum Technology France. 2004.
- ADIXEN. **ACT 1300 M Controleur pour pompes Turbomoleculaires a Paliers Magnetiques**. Référence 112606. Ed 01. Alcatel Vacuum Technology France. 2006.
- AJA. **A300 Series, A3CV & CTM Magnetron Sputtering Sources: Installation & Operation Manual**. North Scituate. 2004.
- AJA. **DCXS 750: Hardware & software Specifications**. DSMAT-1-008. 2007.
- AJA. **Substrate Holders**. Disponível em: <<http://www.ajaint.com/substrate-holders.html>>. Acesso em: 1 mar. 2018.
- AJA. **What is Sputtering?** Disponível em: <<http://www.ajaint.com/what-is-sputtering.html>>. Acesso em: 1 mar. 2018.
- CULLITY, B. **Elements of X-Ray Diffraction**. V. 8. Reading, MA. Addison-Wesley Publishing Company Inc. 1956.
- EDWARDS. **Instruction Manual XDS Dry Pump**. A730-01-880 Issue E. West Sussex. 2007.
- EDWARDS. **Wide Range Gauge: Instruction Manual**. D147-01-880 Issue F. West Sussex. 2007.
- EDWARDS. **T-Station 75: Instruction Manual**. D395-93-880 Issue A. West Sussex. 2011.
- EDWARDS. **GV Gate Valves: Instruction Manual**. B650-01-880 Issue H. 2014.
- ELSTNER, F. et al. Structure and Properties of Titanium Nitride Thin Films Deposited at Low Temperatures Using Direct Current Magnetron Sputtering. **Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films**, v. 12, n. 2, p. 476–483, 1994.
- GERK, A. G.; MELLO, A. Produção de Filme Fino de Liga Cu-Ni por Codeposição Usando Magnetron Sputtering Confocal. **Notas Técnicas**. v. 9. n. 3. p. 13–25. 2019.

HUANG, T. Surface and ultra-thin film characterization by grazing-incidence asymmetric Bragg diffraction. *Advances in X Ray Analysis*. Vol 33. Plenum Press. New York. 1990.

JALIL, W. B. DA F. **Sistemas Modelo para Aplicações Biomédicas**. Rio de Janeiro. CBPF, 2018.

LADD, M.; PALMER, R. **Structure Determination by X-ray Crystallography: Analysis by X-rays and Neutrons**. 5 ed. London. Springer, 2013.

LÓPEZ, E. O. M. **Influência dos parâmetros do plasma de um magnetron sputtering de alvos opostos (RAMS) no controle do crescimento de filmes finos de hidroxiapatita, com substituições iônicas para aplicações biomédicas**. Rio de Janeiro. CBPF. 2014.

LU, F. H.; CHEN, H. Y. Characterization of titanium nitride films deposited by cathodic arc plasma technique on copper substrates. **Surface and Coatings Technology**, v. 130, n. 2–3, p. 290–296, 2000.

MAYRHOFER, P. H. et al. A comparative study on reactive and non-reactive unbalanced magnetron sputter deposition of TiN coatings. **Thin Solid Films**, v. 415, n. 1–2, p. 151–159, 2002.

MELLO, A. **Instrumentação para produção e caracterização de filmes finos nanoestruturados**. Rio de Janeiro. CBPF. 2002.

MELLO, A. **Filmes Finos Cristalinos De Hidroxiapatita: Uma Abordagem Original Com Magnetron Sputtering De Alvos Opostos**. Rio de Janeiro. Instituto Militar de Engenharia. 2007.

MIHO, Y. X-ray Thin-Film Measurement Techniques: V. X-ray Reflectivity Measurement. **The Rigaku Journal**, v. 26, p. 9, 2010.

MKS. **MKS Type 653B Exhaust Throttle Valve**. 117082-P1 Rev D. Andover. 1998.

MKS. **MKS Type 1179A and 2179A Mass-Flo Controller and Type 179A Mass-Flo Meter Instruction Manual**. 116527-P1 Rev E. 1999.

MKS. **Series 999 Quattro™ Multi-sensor vacuum transducer**. P/N 200004 ed. Andover, MA: MKS, 2004.

MKS. **Series 999 Quattro Multi-Sensor Transducer**. Part#100012689 Revision E. Boulder,

CO. 2005.

MKS. **PDR 900 Series 900 vacuum controller RS232 / RS485 Operation Manual**. P/N: 100017303. Boulder, CO. 2010.

MKS. **MKS Type 651C Pressure Controller Operating Manual**. 115605-P1 REV H, 05/11. Andover, MA. 2011.

MKS. **MacroNode I/O™ User Manual**. Rev. 10. San Jose, CA. 2011.

MKS. **Multi Channel Flow Ratio/Pressure Controller Type 647C Instruction Manual**. Rev. 2012-06. 2009.

MKS. **Baratron® Capacitance Manometers: “Baratron® Basics”**. Disponível em: <<https://www.mksinst.com/n/baratron-capacitance-manometers>>. Acesso em: 1 mar. 2018.

Modbus Application Protocol Specification V1.1b3. Disponível em: <http://www.modbus.org/docs/Modbus_Application_Protocol_V1_1b3.pdf>. Acesso em: 1 mar. 2018.

OHRING, M. **The Material Science of Thin Films**. 1. ed. New York: Academic Press, 1992.

OLIVEIRA, P. R. **Avaliação do Recobrimento de TiN Aplicado em Ferramenta de Aço AISI 1045 para o Processo de Soldagem por Atrito, FSW**. Rio de Janeiro. Universidade do Estado do Rio de Janeiro. 2018.

PFEIFFER. **The Vacuum Technology Book**. Vol 2. Asslar. Pfeiffer Vacuum GmbH, 2013.

SENDÃO, H. **Instrumentação e Automação de um Sistema de RF Magnetron Sputtering para Produção de Recobrimentos Nanoestruturados**. Rio de Janeiro. CBPF. 2014.

SENDÃO, H. DE M. et al. **XRR EASY THICKNESS**. Certificado de registro de programa de computador. Processo: BR 51 2013 001426-3 O. Rio de Janeiro. 2013.

SEREM. **R301 Radio Frequency Power Supply: Operator's Manual**. Document Number 6100130000. Revision 0.05. New Jersey. Seren Industrial Power Systems Inc. 2003.

SEREM. **AT-3 Automatic Matching Network: Operator's Manual**. Document Number 6200110000. Revision 1.01. New Jersey. Seren Industrial Power Systems Inc. 2003.

SEREM. **MC2 Matching Network Controller: Operator's Manual**. Document Number

6200070000. Revision 1.01. New Jersey. Seren Industrial Power Systems Inc, 2003.

SMC. 5 Port Solenoid Valve: Series VQ1000/2000. p. 987-1063.

STANISLAV, J.; SIKAC, J.; CERMAK, M. Properties of Magnetron-Deposited Polycrystalline TiN Layers. **Thin Solid Films**, v. 191, n. 2, p. 255–273, 1990.

APÊNDICE A - Programa do Sistema de Intertravamento em C

Este programa escrito em C foi desenvolvido por Diego González Chávez e descarregado na remota MacroNode I/O para controle do sistema de intertravamento.

```
//Enum usado como "syslog verbosity" para a função c_syslog,
//(ver página 11 do manual)
/* **Sys log** */
enum syslog_verbosity {
    m_EMRG = 0,
    m_ALRT,
    m_CRIT,
    m_ERRR,
    m_WARN,
    m_NOTE,
    m_INFO,
    m_DEBUG
};

/* *** Macronode C_Logic Program for CONFOCAL MS *** */

/* **Inputs/Outputs** */

//Definição das entradas e saídas e a lógica de cada uma
/*
* DO_06 - Pneumatic Valve 01 - Gate Valve actuator
      (Set = Open GV, Clear = Close GV)
* DI_24 - Gate Valve Fully Open Switch (NO, Closed on Fully Open Valve)
* DI_23 - Gate Valve Fully Closed Switch (NO, Closed on Fully Closed Valve)

* DI_22 - Reset Button (NO, Closed on activation)
* DI_21 - Gate Valve Control Switch (NO, Closed on activation)
* DO_19 - Reset Led
* DO_18 - Gate Valve Led

* DI_20 - EMO (NC, Open on activation)
* DI_17 - Water sensor (NO, Closed on flow OK)
* DI_16 - NVT sensor (NO, Closed on 3-Phase voltages OK)
* DO_15 - INT Relay
*/

//A logica do INT Relay é:
// Ativado -> O sistema pode funcionar normalmente
// Desativado -> Os contadores das bombas e das fontes são desligados

//Variáveis necessárias para ler e escrever as entradas e saídas
char DIns[3];
char DOuts[3];

//Testa se o bit # pos da variavel var é 1 ou 0
//Se é 1 retorna 1, se é 0 retorna 0
```

```

int check_bit(int var, int pos)
{
    return (var >> pos) & 0x01;
}

//Test an input bit stored in DIins
//Se é 1 retorna 1, se é 0 retorna 0
int Test_DI_N(int N, char *DI)
{
    int i, n;
    i = (N-1) / 8;
    n = (N-1) % 8;
    return (DI[i] >> n) & 0x01;
}

//Set an output bit in DOuts
//Faz que o bit # N fique em 1, sem trocar os outros
void Set_DO_N(int N, char *DO)
{
    int i, n;
    i = (N-1) / 8;
    n = (N-1) % 8;
    DO[i] |= (0x01 << n);
}

//Clear an output bit in DOuts
//Faz que o bit # N fique em 0, sem trocar os outros
void Clear_DO_N(int N, char *DO)
{
    int i, n;
    i = (N-1) / 8;
    n = (N-1) % 8;
    DO[i] &= ~(0x01 << n);
}

//INPUTS
//Números dos bits das entradas
//O nome das variáveis inclui a logica destas
//(Ver /* **Inputs/Outputs** */ acima)
enum Input_Ch {
    DI_GV_OPENED    = 24, // DI 24
    DI_GV_CLOSED    = 23, // DI 23
    DI_COMMAND      = 21, // DI 21
    DI_NVT_OK       = 16, // DI 16
    DI_EMO_NOT_PUSHED = 20, // DI 20
    DI_WATER_OK     = 17, // DI 17
    DI_RESET_PUSHED = 22 // DI 22
};

//Este enum é usado para definir os eventos das entradas
//(como números de bits nas variáveis in_D in_A e in_L do software debouncer)
//Vários eventos podem acontecer ao mesmo tempo
//Cada evento está ligado a uma entrada
//(Ver void InputChange embaixo)
enum Input_IDs {
    GV_OPENED = 0, // DI 24
    GV_CLOSED,    // DI 23

```

```

GV_COMMAND, // DI 21
NVT_OK, // DI 16
EMO_NOT_PUSHED, // DI 20
WATER_OK, // DI 17
RESET_PUSHED // DI 22
};

//Estas variáveis são usadas para o "Debouncer" por software
//(ver https://whatis.techtarget.com/definition/debouncing)
unsigned int in_D = 0; // Debounced input state
unsigned int in_A = 0; // Actual input state
unsigned int in_L = 0; // Last input state
int input_counter[7] = {1,1,1,1,1,1,1};
int DEB_NO_CHANGE_T = 6000;

//Variáveis de "estado" do sistema
/* **System States*/
int INT_OK = 0;
//INT_OK controla o relé (INT)errupção do quadro elétrico
//INT_OK = 0 -> Interrupção do quadro elétrico ativada (não pode operar)

//A lógica das variáveis XX_ERROR é ficar ativadas (=1) no caso que aconteça
//o evento ligado a elas (se ativem as entradas DINs correspondentes)
//e só voltar para zero após um reset físico no painel de controle
//A variável NO_FAULT é =1 só quando não existe mais nenhum erro físico
//os erros não podem ser resetados se ainda NO_FAULT = 0
//POWER_ERROR = 1 obriga fazer um reset ao (re-)energizar o sistema

//Last errors
int WATER_ERROR = 0;
int NVT_ERROR = 0;
int POWER_ERROR = 1;
int EMO_ERROR = 0;
int NO_FAULT = 1; //No active fault (EMO, water sensor or NVT)

//Estado das lâmpadas GateValve e Reset no painel de controle
//LED States
int LED_GV = 0;
int LED_RESET = 0;

//Estados do GateValve da Turbo
//Estas variáveis são usadas para não enviar dois comandos contraditórios
//ao gate valve
//Gate Valve Command
int GV_COMMANDED_TO_OPEN = 0;
int GV_COMMANDED_TO_CLOSE = 0;
int GV_ALLOWED_TO_OPEN = 0;

//Números dos bits das saídas
//O nome das variáveis corresponde ao hardware no que estão conetadas
//(Ver /* **Inputs/Outputs*/ acima)
//OUTPUTS
enum Outputs {
    DO_GV_ACTUATOR = 06, // DO 06

```

```

DO_LED_RESET = 19, // DO 19
DO_LED_GV    = 18, // DO 18
DO_INT_RELAY = 15 // DO 15
};

//Trecho utilizado para testes, durante o desenvolvimento
//Não é necessario
enum VirtualIO {
    VIRTUAL_DISABLE_OUTS = 01, //DIO 25
    VIRTUAL_WATER_ERROR = 02, //DIO 26
    VIRTUAL_NVT_ERROR = 03, //DIO 27
    VIRTUAL_EMO_ERROR = 04, //DIO 28
    VIRTUAL_POWER_ERROR = 05 //DIO 29
};

/* **Input Subroutines* */

//set_debounce_timers e set_debounced_Value são as subrotinas que
//implementam o "Software Debouncer"
//set_debounce_timers é chamado quando as entradas trocam de valor
//e ativa o temporizador que deve ser contado para considerar o evento válido
//set_debounced_Value é chamado cada 10ms e conta o tempo que a entrada
//trocou de valor. Se a entrada fica estável pelo tempo setado por
//set_debounce_timers então o evento é considerado valido e a variável in_D
//é atualizada.

//Set debounce timers in milliseconds.
void set_debounce_timers(int In_ID, int Up_Time, int Down_Time)
{
    int change, debState, mask;

    //mask = In_ID trocou de valor desde o ultimo evento InputChange??
    mask = check_bit((in_L ^ in_A), In_ID);
    //change = In_ID tem um valor diferente do valor debounced?
    change = check_bit((in_D ^ in_A), In_ID);
    //debState trocando para 1 (=1) ou para 0 (=0)
    debState = check_bit(in_D, In_ID);

    //Se a entrada trocou de valor e o valor atual é diferente
    //ao valor debounced, então ativa o temporizador adequado
    //caso contrário, desativa o temporizador**.
    //Se a entrada "faz bounce/oscila" ativa o temporizador
    //só quando fique estavel.
    if (mask){
        if (change){
            if (debState){
                input_counter[In_ID] = Down_Time/10;
            } else {
                input_counter[In_ID] = Up_Time/10;
            };
        } else {
            input_counter[In_ID] = DEB_NO_CHANGE_T;
        };
    };
};

}

```

```

void set_debounced_Value(int In_ID)
{
    //Esta função é chamada cada 10 ms

    //Se algum temporizador está ativo** então conta -1 no tempo,
    //se o temporizador chega a zero então troca o valor debounced (in_D)
    int newState;
    if (input_counter[In_ID] == 0){
        newState = check_bit(in_A, In_ID);
        in_D &= ~(0x01 << In_ID);
        in_D |= (newState << In_ID);
        input_counter[In_ID] = DEB_NO_CHANGE_T;
    } else {
        input_counter[In_ID] -= 1;
    };
}

/**DEB_NO_CHANGE_T é um temporizador de 6 segundos mas se a entrada não
//muda de valor então não acontece nada.

//InputChange é uma "interrupção" chamada toda vez que alguma das
//entradas definidas no inputs_mask muda de estado físico
unsigned long inputs_mask = 0xF98000; //DIs 24, 23, 22, 21, 20 17,16
/**InputChange Procedure* : Runs every time inputs in inputs_mask change state
void InputChange(char *DIn_data)
{
    //Isto coloca numa unica variavel (in_A) o valor atual (físico) das entradas
    in_A = 0;
    in_A += Test_DI_N( DI_GV_OPENED,    &DIn_data[0] ) << GV_OPENED;
    in_A += Test_DI_N( DI_GV_CLOSED,    &DIn_data[0] ) << GV_CLOSED;
    in_A += Test_DI_N( DI_COMMAND,      &DIn_data[0] ) << GV_COMMAND;
    in_A += Test_DI_N( DI_NVT_OK,       &DIn_data[0] ) << NVT_OK;
    in_A += Test_DI_N( DI_EMO_NOT_PUSHED, &DIn_data[0] ) << EMO_NOT_PUSHED;
    in_A += Test_DI_N( DI_WATER_OK,     &DIn_data[0] ) << WATER_OK;
    in_A += Test_DI_N( DI_RESET_PUSHED, &DIn_data[0] ) << RESET_PUSHED;

    //Todas as entradas são testadas nas rotinas de "debounce"
    //cada entrada tem tempos diferentes para ser considerada ativa/desligada
    //eses tempos são os dois números da função "set_debounce_timers"
    //por exemplo:
    //O sensor de água (WATER_OK) será considerado:
    //Ativo (sem problema de água) se ele fica ON por mais de 1000 ms = 1s
    //Desligado (com problema) se ele fica OFF por mais de 5000 ms = 5s
    set_debounce_timers(GV_OPENED, 200, 50);
    set_debounce_timers(GV_CLOSED, 200, 50);
    set_debounce_timers(GV_COMMAND, 300, 300);
    set_debounce_timers(NVT_OK, 1000, 0);
    set_debounce_timers(EMO_NOT_PUSHED, 1000, 0);
    set_debounce_timers(WATER_OK, 1000, 5000);
    set_debounce_timers(RESET_PUSHED, 500, 100);

    in_L = in_A;
}

//Timer é chamada automaticamente cada 10ms

```

```

unsigned long Timer_Counter = 0;
/**Timer Procedure* Called every 10ms
void Timer()
{
    Timer_Counter += 1;
    Timer_Counter &= 0x3FFFFFF; //Reset every 41943.04s

    //Estas variaves são usadas para fazer oscilar as lampadas com diferentes
    //frequencias, elas oscilam de 1 a 0 na frequencia indicada
    //T_500 = cada 0.5 segundos
    //T_1000 = cada 2 segundos
    //T_2000 = cada 2 segundos
    unsigned char T_500, T_1000, T_2000;
    T_500 = (Timer_Counter/25) % 2;
    T_1000 = (Timer_Counter/50) % 2;
    T_2000 = (Timer_Counter/100) % 2;

    //se as entradas ficam ativas pelo tempo adequado, então in_D é atualizado
    //Debouncer
    set_debounced_Value(GV_OPENED);
    set_debounced_Value(GV_CLOSED);
    set_debounced_Value(GV_COMMAND);
    set_debounced_Value(NVT_OK);
    set_debounced_Value(EMO_NOT_PUSHED);
    set_debounced_Value(WATER_OK);
    set_debounced_Value(RESET_PUSHED);

    //Se o Reset Push Button foi apertado, tenta limpar todos os erros
    //e desativar a interrupção do quadro eletrico
    //Se ainda tem erros, as próximas rotinas vão ativar os erros e
    //a interrupção do quadro eletrico novamente
    //Reset Push Button
    if (check_bit(in_D, RESET_PUSHED)) { //RESET_PUSHED é 1?
        //Try to clear all errors
        WATER_ERROR = 0;
        NVT_ERROR = 0;
        POWER_ERROR = 0;
        EMO_ERROR = 0;
        NO_FAULT = 1;
        INT_OK = 1;
    };

    //Testa os erros de EMO,water sensor e NVT
    //Check for errors
    NO_FAULT = 1;
    if (! check_bit(in_D, NVT_OK)) { //NVT_OK é 0?
        NVT_ERROR = 1;
        NO_FAULT = 0;
    };
    if (! check_bit(in_D, WATER_OK)) { //WATER_OK é 0?
        WATER_ERROR = 1;
        NO_FAULT = 0;
    };
    if (! check_bit(in_D, EMO_NOT_PUSHED)) { //EMO_NOT_PUSHED é 0?
        EMO_ERROR = 1;
        NO_FAULT = 0;
    };

    //A lógica para ativar o Gate Valve da turbo é a seguinte:

```

```

//Se o Gate Valve Switch está ativado (GV_COMMAND) então:
// tenta colocar GV_COMMANDED_TO_OPEN = 1 só se GV_ALLOWED_TO_OPEN = 1
// é coloca GV_COMMANDED_TO_CLOSE = 0

//Se o Gate Valve Switch está desativado (GV_COMMAND) então:
// GV_ALLOWED_TO_OPEN = 1 = 1;
// GV_COMMANDED_TO_OPEN = 0;
// GV_ALLOWED_TO_OPEN = 1;

//Se existe algum erro no EMO,water sensor ou NVT
// então GV_ALLOWED_TO_OPEN = 0 e GV_COMMANDED_TO_CLOSE = 1

//O atuador físico da válvula turbo é ativado só após toda a logica anterior
//ser testada

//Se aconteceu um erro quando o Gate Valve está aberto, ele fecha
//automaticamente ainda que o Gate Valve Switch esteja ativado.
//Após o erro ser corrigido, o Gate Valve ficará fechado ainda se
//o Gate Valve Switch está ativado.
//Para abrir novamente o Gate Valve, o Gate Valve Switch tem que ser
//desligado e ativado novamente.

//Gate Valve Switch
if (check_bit(in_D, GV_COMMAND)) {
    GV_COMMANDED_TO_OPEN = GV_ALLOWED_TO_OPEN;
    GV_COMMANDED_TO_CLOSE = 0;
} else {
    GV_COMMANDED_TO_CLOSE = 1;
    GV_COMMANDED_TO_OPEN = 0;
    GV_ALLOWED_TO_OPEN = 1;
};

//Se tem algum erro no EMO, water sensor ou NVT então faz INT_OK = 0
//isto posteriormente ativará fisicamente a interrupção do quadro elétrico
//Fault ?
if (!NO_FAULT) {
    INT_OK = 0;
    GV_COMMANDED_TO_CLOSE = 1;
    GV_ALLOWED_TO_OPEN = 0;
};

//Isto controla o estado do LED da Gate Valve com a seguinte logica:
// Se a Gate Valve está fechada fisicamente (o sensor de fechado ativado):
// -> O led pisca lentamente (cada 2 s)
// Se a Gate Valve está aberta fisicamente (o sensor de aberto ativado):
// -> O led fica ligado
// Se nenhum dos sensores está ativado (o gate valve está em movimento ou
// os sensores têm algum problema)
// -> O led pisca rapidamente (cada 0.5 s)

//Gate Valve Led
if (check_bit(in_D, GV_CLOSED)) {
    // Blink GV Led at 0.5 Hz
    LED_GV = T_2000;
} else if (check_bit(in_D, GV_OPENED)) {
    // Turn ON GV Led
    LED_GV = 1;
}

```

```

} else { //In Transit
    // Blink GV Led at 2 Hz
    LED_GV = T_500;
};

//Isto controla o estado do LED do RESET com a seguinte lógica:
// Se não tem nenhum erro, e o sistema está operando normalmente
// -> O led fica desligado
// Se não tem nenhum erro, mas está precisando um reset
// Por exemplo, após energizar o equipamento, ou após um erro já corrigido
// -> O led fica ligado
// Se ainda tem um erro não corrigido
// -> O led pisca (cada 1 s)

//Reset Led
if (INT_OK) {
    // Turn Off Reset Led
    LED_RESET = 0;
} else if (NO_FAULT) {
    // Turn On Reset Led
    LED_RESET = 1;
} else { //Fault not cleared
    // Blink Reset Led at 1 Hz
    LED_RESET = T_1000;
};

//Isto não faz nada,
//mas pode ser usado para fazer alguma coisa cada 20 segundos
//Logs
if ((Timer_Counter%2000) == 0) { };
}

//Esta é a rotina que é executada no início do programa
/*Main Procedure*
int main()
{
    c_syslog(m_INFO, "Program Started");
    c_set_modbus_wtd(0); // Disable watchdog timer
    c_syslog(m_WARN, "watchdog Timer Disabled");

    //Configura a interrupção que é chamada quando muda o estado das entradas
    c_init_mac_di_callback(InputChange, 0, &inputs_mask); //Handle input changes

    //Configura o temporizador que é chamada cada 10 ms
    c_init_timer(Timer, 10000); //Timer every 10ms

    //Inicializa as variáveis in_L e in_A usadas para o Software Debouncer
    c_mac_read_di(&DIIns[0], 0, 24);
    in_A = 0;
    in_A += Test_DI_N( DI_GV_OPENED,    &DIIns[0] ) << GV_OPENED;
    in_A += Test_DI_N( DI_GV_CLOSED,    &DIIns[0] ) << GV_CLOSED;
    in_A += Test_DI_N( DI_COMMAND,      &DIIns[0] ) << GV_COMMAND;
    in_A += Test_DI_N( DI_NVT_OK,       &DIIns[0] ) << NVT_OK;
    in_A += Test_DI_N( DI_EMO_NOT_PUSHED, &DIIns[0] ) << EMO_NOT_PUSHED;
    in_A += Test_DI_N( DI_WATER_OK,     &DIIns[0] ) << WATER_OK;
    in_A += Test_DI_N( DI_RESET_PUSHED, &DIIns[0] ) << RESET_PUSHED;

```

```

in_L = in_A;

//Isto é repetido infinitamente
while( !c_userexit() ) {
    //Fica fazendo "nada" por 50 ms
    //mas durante ese tempo o void Timer é chamado automaticamente cada 10ms
    //e o void InputChange é chamado se tem mudanças nos DINS
    c_sleep(5); //50ms

    //Update outputs
    c_mac_read_do(&DOuts[0], 0, 24); //Pega o valor atual das saídas

    //A rotina Timer que é chamada cada 10ms vai configurar as seguintes
    //variaveis: INT_OK, LED_RESET, LED_GV, GV_COMMANDED_TO_OPEN e
    //GV_COMMANDED_TO_CLOSE, mas não vai ativar nenhuma saída física
    //As saidas físicas são ativadas/desativadas aqui

    //INT_OK = 1 -> Ativa o relé INT (sistema funcionando OK)
    //INT_OK = 0 -> Desliga o relé INT (desliga os contatores das bombas e fontes)
    if (INT_OK) {
        Set_DO_N(DO_INT_RELAY, &DOuts[0]);
    } else {
        Clear_DO_N(DO_INT_RELAY, &DOuts[0]);
    };

    //Liga, desliga ou faz piscar o led do reset
    if (LED_RESET) {
        Set_DO_N(DO_LED_RESET, &DOuts[0]);
    } else {
        Clear_DO_N(DO_LED_RESET, &DOuts[0]);
    };

    //Liga, desliga ou faz piscar o led do gate valve
    if (LED_GV) {
        Set_DO_N(DO_LED_GV, &DOuts[0]);
    } else {
        Clear_DO_N(DO_LED_GV, &DOuts[0]);
    };

    //Abre ou fecha o GateValve da turbo
    if (GV_COMMANDED_TO_OPEN) {
        Set_DO_N(DO_GV_ACTUATOR, &DOuts[0]);
    };
    if (GV_COMMANDED_TO_CLOSE) {
        Clear_DO_N(DO_GV_ACTUATOR, &DOuts[0]);
    };

    c_mac_write_do(&DOuts[0], 0, 24); //Atualiza todas as saídas

    //Usado para testes durante o desenvolvimento
    /*
    c_mac_read_di(&DIins[0], 3, 24);
    //Uptade physical outputs if not disabled
    if (! Test_DI_N(VIRTUAL_DISABLE_OUTS, &DIins[0])) {
        c_mac_write_do(&DOuts[0], 0, 24);
    };*/
};

```

```

//O programa nunca deveria chegar até aqui
c_syslog(m_CRIT, "Program Terminated");
return 0;
}

/* Debugs
c_syslog(m_DEBUG, "*****Debounce Set*****");
c_syslog_d(m_DEBUG, "ID = %d", In_ID);
c_syslog_d(m_DEBUG, "mask = %d", mask);
c_syslog_d(m_DEBUG, "change = %d", change);
c_syslog_d(m_DEBUG, "debState = %d", debState);
c_syslog_d(m_DEBUG, "input_counter = %d", input_counter[In_ID]);

c_syslog(m_DEBUG, "*****Debounce Change*****");
c_syslog_d(m_DEBUG, "ID = %d", In_ID);
c_syslog_d(m_DEBUG, "NewValue = %d", newState);
c_syslog_d(m_DEBUG, "in_D = %d", in_D);

c_syslog(m_DEBUG, "*****Status*****");
c_syslog_d(m_DEBUG, "POWER_ERROR = %d", POWER_ERROR);
c_syslog_d(m_DEBUG, "WATER_ERROR = %d", WATER_ERROR);
c_syslog_d(m_DEBUG, "EMO_ERROR = %d", EMO_ERROR);
c_syslog_d(m_DEBUG, "NVT_ERROR = %d", NVT_ERROR);
c_syslog_d(m_DEBUG, "NO_FAULT = %d", NO_FAULT);
c_syslog_d(m_DEBUG, "INT_OK = %d", INT_OK);
c_syslog_d(m_DEBUG, "GV_COMMANDED_TO_OPEN = %d", GV_COMMANDED_TO_OPEN);
c_syslog_d(m_DEBUG, "GV_COMMANDED_TO_CLOSE = %d", GV_COMMANDED_TO_CLOSE);
c_syslog_d(m_DEBUG, "GV_ALLOWED_TO_OPEN = %d", GV_ALLOWED_TO_OPEN);

*/

```