





Université de Montréal

Formation et transport de poussières dans un plasma  
magnétisé basse pression

par

**Mathias Rojo**

Département de physique  
Faculté des arts et des sciences

Thèse présentée à la Faculté des études supérieures et postdoctorales  
en vue de l'obtention du grade de  
Philosophiæ Doctor (Ph.D.)  
en Physique des plasmas

Soutenue le 9 novembre 2018



# Résumé

---

Depuis la fin des années 80, les plasmas poussiéreux sont l'objet d'un grand nombre d'études. Plusieurs domaines de la physique des plasmas sont confrontés à la présence de ces particules: en astrophysique, dans les procédés de dépôt ou de gravure, dans les plasmas de fusion thermonucléaire contrôlée. Les plasmas poussiéreux ont très peu été étudiés dans des décharges micro-onde basse pression. Il y a une quinzaine d'années encore, il était admis que les probabilités de recombinaisons d'espèces réactives en volume étaient négligeables à cause de la faible densité du gaz.

Au LAPLACE, des poussières incandescentes sont observées en plasma RCER d'acétylène. La présente étude a pour objectif d'apporter des éléments de réponses sur les mécanismes liés à la formation, au transport et au chauffage de ces poussières.

Ce document présente les résultats obtenus durant ces 4 années de thèse. Le chapitre 1 introduit brièvement l'émergence de la thématique des plasmas poussiéreux, ainsi que certains aspects théoriques importants des décharges multipolaires. Le chapitre 2 détaille le dispositif expérimental ainsi que les différents diagnostics utilisés durant cette étude: sonde de Langmuir, sonde de Mach, sonde de flux aux parois et imagerie rapide. Le chapitre 3 présente en détail les mécanismes de chargement et de chauffage des poussières. Dans cette partie, des mesures expérimentales ainsi qu'un modèle sont couplés afin d'expliquer l'incandescence et d'estimer la charge des particules. Le chapitre 4 décrit la caractérisation du transport des poussières dans une plasma d'acétylène par imagerie rapide. Dans ce chapitre, nous discutons des forces pouvant être responsables de ce transport. Enfin, le chapitre 5 passe en revue les résultats obtenus sur l'interaction plasma surface, à l'aide d'analyses ex-situ ainsi que des mesures de sondes de flux aux parois. **Mots clés: Plasma magnétisé, plasma poussiéreux, poussières incandescentes, transport de poussières , interaction plasma-surface, imagerie rapide.**



# Summary

---

Since the late 1980s, dusty plasmas have been the subject of a large number of studies. Several fields of plasma physics are confronted with the presence of these particles: astrophysics, deposition or etching processes, or controlled thermonuclear fusion plasmas. However, few dusty plasma studies have been reported in low pressure microwave discharges. Fifteen years ago, it was accepted that dust particles cannot be formed in the plasma volume, due to the low probability of recombining reactive species, because of the low density of the gas.

At LAPLACE, incandescent dusts are observed in RECR acetylene plasma. The present study aims to provide some answers on the mechanisms related to the formation, transportation and heating of dust particles. This document presents the results obtained during these four years of theses. Chapter 1 briefly introduces the emergence of the topic of dusty plasmas, as well as some important theoretical aspects of multipolar discharges. Chapter 2 details the experimental setup and the different diagnostics used during this study: Langmuir probe, Mach probe, wall probe current and rapid imaging. Chapter 3 details the mechanisms for charging and heating dust. In this part, experimental measurements and a model are coupled to explain the incandescence and to estimate the particles charges. Chapter 4 describes the characterization of dust transport in acetylene plasma by rapid imaging. In this chapter, we discuss the forces that can be responsible for this transport. Finally, Chapter 5 reviews the results obtained on the plasma-surface interaction, using ex-situ analyzes as well as measurements of wall probe currents. **Keywords: magnetized plasmas, dusty plasma, incandescent dust, dust transport, plasma surface interaction, fast imaging.**





# Table des matières

---

<b>Résumé</b> .....	iii
<b>Summary</b> .....	v
<b>Liste des tableaux</b> .....	xi
<b>Liste des figures</b> .....	xiii
<b>Liste des symboles</b> .....	xxi
<b>Remerciements</b> .....	xxv
<b>Introduction générale</b> .....	1
<b>Chapitre 1. Introduction</b> .....	3
1.1. Historique des plasmas poussiéreux .....	3
1.1.1. La première observation par Langmuir .....	4
1.1.2. Les plasmas poussiéreux dans l'espace .....	5
1.1.3. Les poussières et l'industrie micro-électronique .....	6
1.1.4. Formation de poussières dans les Tokamaks .....	6
1.1.5. Formation de poussières en laboratoire .....	9
1.1.6. Forces agissant sur les poussières .....	11
1.2. Plasmas multipolaires .....	13
1.2.1. Historique des décharges multipolaires .....	13
1.3. Aspects théoriques et expérimentaux des plasmas multipolaires .....	15
1.3.1. Homogénéité des plasmas .....	15
1.3.2. Ionisation périphérique dans les décharges multipolaires .....	16

1.3.3.	Invariants du mouvement et confinement des électrons primaires.....	17
1.3.4.	Invariant adiabatique: le moment magnétique.....	20
1.3.5.	Dérives de centre guides.....	22
1.4.	Conclusion du chapitre.....	25
<b>Chapitre 2.</b>	<b>Matériel et méthodes.....</b>	<b>27</b>
2.1.	Réacteur RCER.....	27
2.1.1.	Corps du réacteur.....	27
2.1.2.	Système d'injection et de pompage du gaz.....	29
2.1.3.	Source plasma.....	30
2.1.4.	Procédure expérimentale associée au plasma d'acétylène.....	33
2.2.	Outils de caractérisation.....	33
2.2.1.	Les sondes électrostatiques.....	33
2.2.1.1.	La sonde de Langmuir.....	33
2.2.1.2.	Effet du champ magnétique sur la mesure.....	35
2.2.1.3.	Sonde de Mach.....	36
2.2.1.4.	Sonde de flux au parois.....	40
2.2.2.	Théories liées aux sondes électrostatiques.....	41
2.2.2.1.	La gaine ionique en géométrie plane.....	42
2.2.2.2.	Fonction de distribution en énergie des électrons en géométrie plane...	46
2.2.2.3.	Paramètres plasma en géométrie cylindrique.....	47
2.2.2.4.	Lissage du courant et de ses dérivées.....	51
2.2.3.	Suivi des poussières par imagerie rapide.....	52
2.2.4.	Analyse des films.....	53
<b>Chapitre 3.</b>	<b>Processus de chargement des poussières.....</b>	<b>57</b>
3.1.	Introduction.....	58
3.2.	Experimental Setup.....	60

3.3.	Experimental results .....	61
3.3.1.	Determination of plasma parameters .....	61
3.3.2.	Establishment of the floating potential .....	62
3.3.3.	Incandescence of probe tip .....	63
3.3.4.	Estimation of probe temperature .....	64
3.4.	Description of the model .....	66
3.4.1.	Current balance .....	67
3.4.2.	Heat balance .....	71
3.4.3.	Method of Calculation .....	73
3.5.	Numerical results .....	74
3.5.1.	Stationary state .....	74
3.5.2.	Transient phenomena .....	77
3.5.3.	Characterization of primary electrons .....	80
3.5.4.	Numerical results for dust particles .....	82
3.6.	Conclusion .....	83
3.7.	Conclusion du chapitre .....	84
<b>Chapitre 4.</b>	<b>Étude du transport des poussières .....</b>	<b>87</b>
4.1.	Caractérisation du transport par imagerie rapide .....	87
4.1.1.	Introduction .....	88
4.1.2.	Experimental details .....	90
4.1.2.1.	Plasma Reactor .....	90
4.1.2.2.	Dusty plasma .....	91
4.1.2.3.	Fast imaging .....	91
4.1.2.4.	Tracking method .....	92
4.1.3.	Results .....	92
4.1.3.1.	Analysis of the dust particle dynamics .....	92
4.1.3.2.	Evolution along the y-axis .....	95

4.1.3.3.	Evolution along the x-axis .....	96
4.1.4.	Discussion .....	98
4.1.4.1.	Dust particle dynamics .....	98
4.1.4.2.	Forces considered .....	99
4.1.4.3.	Transport in the direction parallel to B .....	100
4.1.4.4.	Transport in the directions perpendicular to B .....	101
4.1.5.	Conclusion .....	102
4.2.	Caractérisation d'un plasma d'argon .....	103
4.2.1.	Profil de potentiel et de densité d'un plasma d'argon .....	104
4.2.2.	Dérive des ions .....	107
4.2.3.	Estimation de l'accélération des poussières .....	110
4.3.	Conclusion du chapitre .....	112
<b>Chapitre 5.</b>	<b>Étude de l'interaction plasma surface .....</b>	<b>115</b>
5.1.	Observations Expérimentales et analyses ex-situ .....	115
5.1.1.	Observation du dépôt .....	115
5.1.2.	Analyse ex-situ du dépôt .....	116
5.1.3.	Étude qualitative du dépôt par imagerie rapide .....	123
5.2.	Étude du transport d'espèces chargées aux parois .....	125
5.2.1.	Mesures sur l'aimant central .....	126
5.2.2.	Mesures au virage magnétique .....	128
5.2.3.	Transport des poussières à l'aimant central et au virage magnétique .....	131
5.3.	Conclusion du chapitre .....	137
<b>Conclusion générale .....</b>	<b>139</b>	
<b>Bibliographie .....</b>	<b>143</b>	

# Liste des tableaux

---

3.1	Working pressure to melt different probe tip materials in argon and helium plasma. The potential difference at the fusion temperature is compared to that obtained on a tungsten probe.....	65
3.2	Parameters of the materials used in the experimental part and introduced in the numerical simulations as input parameters of the probe tips [ <b>1, 2, 3</b> ]. .....	73
3.3	Estimation of primary electron characteristics during the melting of the probe tip. ....	81



# Liste des figures

---

1.1	Photographie des "Spokes" durant la phase d'approche de la sonde. . . . .	5
1.2	Observation d'ondes de poussière dans un plasma RF capacitif en micro-gravité, par diffusion d'une nappe laser [4]. . . . .	6
1.3	(a) Photographie de l'intérieur du tokamak FTU à l'arrêt et en fonctionnement. (b) Photographie d'un processus d'interaction plasma-surface dans le tokamak, menant à l'injection de poussières dans le plasma de fusion [5]. . . . .	7
1.4	(a) et (b) Images TEM de poussières collectées à l'intérieur d'un tokamak [6]. . . . .	8
1.5	Schéma représentant les différentes phases de formation et de croissance d'une poussière dans un plasma [7]. . . . .	9
1.6	Profil radial normalisé de densité dans un plasma multipolaire à filament, pour différentes pressions d'argon: $5.10^{-4}$ (ronds blancs), $10^{-3}$ (croix) et $8.10^{-3}$ (ronds pleins) Torr . . . . .	16
1.7	Représentation des domaines accessibles (zones blanches) aux électrons piégés (a) et aux électrons libres (b). (a) Les régions en pointillés et hachurés correspondent à $\lambda_{bm}$ , $\lambda_{bM} < 0$ et $\lambda_{bm}$ , $\lambda_{bM} > 0$ respectivement. (b) Les régions en pointillés sont les domaines non accessibles aux électrons primaires de vitesse $v$ et de moment $p_z$ . Les régions hachurées représentent les domaines interdits à tous les électrons primaires provenant de la région faiblement magnétisée du plasma [8]. . . . .	19
1.8	Représentation schématique de la dérive d'espèces chargées en présence d'un gradient du champ magnétique [9]. . . . .	23
2.1	Schéma du réacteur RCER. . . . .	28
2.2	Intensité du champ magnétique au dessus des cusps (courbe bleue) et au milieu des festons (courbe rouge) modelisé à partir de COMSOL®. . . . .	29

2.3	Évolution de la puissance absorbée par électron ( $\theta_a = P_a/n$ ) pour différents $\nu/\omega$ en fonction de $\omega_{ce}/\omega$ d'après l'équation 2.1.6, [10]. . . . .	32
2.4	Caractéristique I(V) d'un plasma RCE d'Argon à $p = 0,5$ mTorr à $z = 80$ mm. On peut y différencier les trois zones d'intérêts à savoir la saturation ionique (à gauche) et électronique (à droite) ainsi que la zone de retardement électronique (au milieu). . . . .	34
2.5	Schéma représentant l'effet de l'orientation d'une sonde cylindrique par rapport à un champ magnétique, sur la collection du courant. Deux cas limites sont représentés: la sonde est parallèle ou perpendiculaire à $\vec{B}$ . . . . .	36
2.6	Schéma de la sonde de flux où a) représente la face cachée de l'extérieur de la sonde, b) représente la partie centrale de la sonde, c) représente une coupe en diagonale de la sonde assemblée et d) est une photo de la sonde de Mach après assemblage. . . . .	38
2.7	Schéma électrique de la sonde de Mach pour la mesure du courant ionique. Un seul côté est représenté. . . . .	39
2.8	Sonde de flux aux parois développée au Laplace par Xavier Glad. La face avant et la face arrière sont présentées. . . . .	40
2.9	Évolution du potentiel dans la gaine ionique (courbe bleue) ainsi que des densités ionique (courbe rouge) et électronique (courbe marron) en fonction de la distance à la paroi à la masse. . . . .	45
2.10	Méthode pour compenser la variation de la surface effective de collection pour la mesure du courant ionique à $V = 0$ . . . . .	46
2.11	Schéma représentant l'entrée d'un électron dans la gaine ionique entourant une sonde. On voit que la composante radiale de la vitesse de la particule doit être au minimum égale à $\vec{v}_{\min}$ . . . . .	48
2.12	(a) Schéma du support de la caméra rapide; (b) Schéma montrant les différentes positions auxquelles les poussières ont été filmées . . . . .	52
2.13	Schéma du principe de détection des poussières . . . . .	54
2.14	Reconstruction des trajectoires après suivi. Les points verts et rouges représentent respectivement le début et la fin du suivi d'une poussière. . . . .	56
3.1	Sketch of the reactor and experimental set-up. . . . .	60



3.2	Time evolution of a cylindrical tungsten probe potential relatively to the ground in an argon plasma at (a) $z = 50$ mm, $p = 0.2$ mTorr and (b) $z = 35$ mm, $p = 0.6$ mTorr. . . . .	62
3.3	Variations of (a) the difference of potential, $\Phi_f = V_f - V_p$ (in V), and (b) the characteristic time, $t_{90}$ (in s), as a function of the $z$ -position and of the working pressure in argon plasmas. . . . .	63
3.4	Spectra of the light emitted by an incandescent probe ( $z = 35$ mm, $p = 0.2$ mTorr in argon). The probe is grounded ( $V_{\text{probe}} = 0$ V in red) or floating ( $V_{\text{probe}} = V_f = -65$ V in blue). . . . .	64
3.5	: Floating potential $\Phi_f$ as a function of the fraction of primary electrons $\eta = n_{e,p}/n_0$ , for an electron distribution function either (a) Maxwellian with temperature $T_{e,p}$ or (b) mono-energetic with energy $E_p$ . . . . .	75
3.6	Time constant $t_{90}$ , as a function of the fraction of primary electrons $\eta = n_{e,p}/n_0$ , for an electron distribution function either (a) Maxwellian with temperature $T_{e,p}$ or (b) mono-energetic with energy $E_p$ . . . . .	76
3.7	Temperature $T_{p,\Phi_f}$ , as a function of the fraction of primary electrons $\eta = n_{e,p}/n_0$ , for an electron distribution function either (a) Maxwellian with temperature $T_{e,p}$ or (b) mono-energetic with energy $E_p$ . . . . .	76
3.8	Time evolution of the simulated currents with the resulting probe potential and of the simulated heat fluxes with the resulting probe temperature, respectively, in the 3 regions previously described, (a) and (b) region 1 - $\eta = 0.028\%$ and $T_{e,p} = 121$ eV, (c) and (d) region 2 - $\eta = 14.3\%$ and $T_{e,p} = 65$ eV, (e) and (f) region 3 - $\eta = 24\%$ and $T_{e,p} = 189$ eV. Calculations are performed considering an argon plasma, primary electrons with a delta Dirac Distribution and a tungsten tip probe. . . . .	78
3.9	Evolution on a platinum probe of simulated difference of potential, $\Phi_f$ , as a function of the fraction, $\eta = n_{e,p}/n_0$ , of primary electrons with a temperature, $T_{e,p}$ , derived from a Maxwellian distribution function. The contour of the temperature and $\Phi_f$ at the melting point for a platinum probe are represented by the white and black curves respectively. . . . .	81
3.10	Time evolutions of (a) the simulated currents with the resulting dust potential and of (b) the simulated heat fluxes with the resulting dust temperature on a dust particle of $r_d = 500$ nm in a helium plasma with $\eta = 10$ % and $E_p = 125$ eV. . . . .	83

4.1	Schematic drawing of a section of the plasma reactor in the (y,z)-plane. The magnetic field is forming (1) cusps above each magnet and (2) lobes between two magnets. In this study, a camera, positioned on the top window of the reactor, to record the trajectories of incandescent dust particles. The observed area, as schematized by the dashed rectangle, is situated in the middle of the plasma generation lobe between $y = 48$ and $65$ mm, focused at $z = 30$ mm and can be performed along the x-axis. ....	90
4.2	(a) Example of some reconstructed trajectories of dust particles recorded at $x = 475$ mm, $t = 30$ min. The size and color of the symbols represent the apparent surface and the intensity of the most intense pixel, respectively. Circles highlight the last recorded position. The trajectories can be described by an uniform acceleration motion - as can be seen on the examples of $x(t)$ reported in (b). ....	93
4.3	Distributions of (a) velocities and (b) accelerations recorded at $x = 475$ mm and $t = 30$ min. The distributions are normalized to the number of dust particles ( $n_d = 476$ ). Gaussian fits plotted as plain curves are guides to the eye. ....	94
4.4	Time evolution of (a) $\langle a_x \rangle$ (open) and $\langle a_y \rangle$ (closed symbols) and (b) the number of dust particles recorded at $x = 475$ mm. ....	94
4.5	Distributions of accelerations at $x = 475$ mm and $t = 30$ min obtained by splitting the observation window into 3 columns (in red, blue and green for trajectories analyzed in columns centered around $y = 50.9$ , $56.5$ and $62.1$ mm, respectively). Gaussian fits are a guide to the eye. The black curves correspond to the distributions on the whole observation region as reported in Figure 4.3b. ....	95
4.6	Evolution along the y-axis of the average accelerations, $\langle a_x \rangle$ (open) and $\langle a_y \rangle$ (closed symbols) at $x = 475$ mm and $t = 30$ min. The time evolutions are reported in (b) (left triangle, circle and right triangle corresponding to accelerations determined in the first, the second and the third column, respectively). ....	96
4.7	Distributions of accelerations along (a) the x- and (b) the y-directions recorded at $x = 315$ (red) and $800$ mm (green), $t = 30$ min. The distributions are normalized to the total number of	

	incandescent dust particles recorded ( $n_d = 476$ ). Gaussian fits are a guide to the eye. The black curves correspond to the distributions calculated at $x = 475$ mm (Figure 4.3b). . . . .	97
4.8	Evolution of $\langle a_x \rangle$ (open) and $\langle a_y \rangle$ (closed symbols) of dust particles recorded along the x-axis, $t = 30$ min. The evolutions along the y-axis are reported (left triangle, circle and right triangle corresponding to the accelerations determined in the columns centered around $y = 50.9$ , $56.5$ and $62.1$ mm, respectively). The dotted lines are used as a guide for the readers. . . . .	98
4.9	Schematic summary of the dynamics of dust particles in the ECR plasma. . . . .	98
4.10	Évolution du potentiel plasma $V_p$ et du champ électrique $E_z$ en $x = 25$ cm, en fonction de $z$ à (a) 1 mTorr et (b) 0,5 mTorr en plasma d'argon. Évolution de $V_p$ à différentes hauteurs ( $29 \leq z \leq 35$ mm) et de $E_z$ à $z = 31$ mm en fonction de $x$ à (c) 1 mTorr et (d) à 0,5 mTorr. En (a) et (b), les symboles correspondent aux données brutes et les traits pleins aux fit polynomiaux. . . . .	104
4.11	Évolution de la densité ionique $n_i$ et électronique $n_e$ en fonction de $x$ à (a) 1 mTorr et (b) 0,5 mTorr en plasma d'argon, à la position $z \approx 30$ mm. . . . .	106
4.12	Évolution des vitesses de dérives des ions (électrique: rouge; magnétique: noir; totale: bleu) en fonction de $x$ à (a) 1 mTorr et (b) 0,5 mTorr en plasma d'argon, à la position $z \approx 30$ mm. . . . .	107
4.13	Comparaison de courants ionique mesurés sur chaque face d'une sonde de Mach à 0,5 mTorr et 1 mTorr d'argon. Les mesures sont faites en (a) $x = 25$ cm, (b) $x = 40$ cm, (c) $x = 55$ cm, (d) $x = 70$ cm et (e) $x = 85$ cm. $I_{f,x<0}$ et $I_{f,x>0}$ correspondent respectivement aux courants mesurés par l'électrode orientée vers les $x$ négatifs (symboles + et $\times$ ) et les $x$ positifs ( symboles o et *). . . . .	109
4.14	Évolution de la composante $a_x$ de l'accélération des poussières en fonction de leur rayon pour composante $E_x = 10$ V/m et différentes vitesses de dérive ioniques. Ici, $ \Phi_f  = 13$ V. . . . .	112
5.1	Schéma de la piste magnétique du réacteur RECR avec superposition de photographies montrant les zones privilégiées du dépôt. . . . .	116
5.2	Photographies MEB d'échantillons soumis à un plasma d'acétylène (a) au niveau de l'aimant central pendant 1 minute et au niveau du HS (b) pendant 1 minute, (c)(d) 2 minutes respectivement. . . . .	117
5.3	Spectre de masse montrant la composition des poussières récoltées à l'aimant central. . . . .	118

5.4	Composition des poussières récoltées à l'aimant central ainsi qu'au point chaud. . . . .	119
5.5	Photographies MEB d'échantillons collectés au niveau du virage magnétique 1 (a) après 4 et (b) 10 min. Ces échantillons sont ensuite analysés par spectroscopie Raman (c). . . . .	120
5.6	Photographie du dépôt incandescent ("Hot Spot") dans le virage magnétique n°1, à la position $x = 95\text{cm}$ et $y = 5\text{cm}$ et schéma des zones où sont positionnés les échantillons pour la collecte du dépôt. . . . .	121
5.7	Photographies MEB d'échantillons collectés au niveau du virage magnétique n°1 après 20 min. . . . .	122
5.8	Les photographie MEB d'échantillons soumis à un plasma d'acétylène plus de 20 minutes (a) au niveau de l'aimant central et (b) sur l'aimant périphérique. . . . .	123
5.9	Séquence d'images du point chaud enregistrée par imagerie rapide. La flèche rouge suit une poussière se déplaçant sur le point chaud. La flèche blanche suit une poussière quittant le point chaud. . . . .	124
5.10	Séquence d'images enregistrée par imagerie rapide au niveau de l'antenne micro-onde (ligne blanche en pointillé). La flèche blanche indique le point d'émission des poussières. . . . .	124
5.11	Schéma du dispositif expérimental permettant la mesure des flux électronique et ionique au niveau des cusp et du HS. . . . .	126
5.12	Mesures (a) du flux ionique et (b) du flux électronique au niveau de l'aimant central en plasma d'hélium à 0,1, 0,3 et 1mTorr. . . . .	127
5.13	Mesure des densités de courants ionique (à gauche) et électronique (à droite) en plasma d'hélium à (a) $p = 0,1$ mTorr; (b) $p = 0,3$ mTorr; (c) $p = 1$ mTorr au virage magnétique. . . . .	129
5.14	(a) Modélisation du champ magnétique dans un virage à $z = 0$ . Les flèches bleues représentent le champ $\vec{B}$ en trois dimensions et les flèches rouge la projection de $\vec{B}$ sur le plan Oxy. Enfin la ligne noire représente la la zone où la distance inter-aimants est la plus grande (b) Valeur de la composante $B_z$ du champ magnétique dans le virage magnétique, où la distance inter-aimants est la plus grande (ligne noire). . . . .	130
5.15	Évolution de la force électrique (courbe bleue) et de la force de trainée ionique (courbe rouge) appliquée à des poussières en fonction de leurs rayons à la lisière de la gaine. . . . .	132

5.16	Évolution du coefficient d'émission secondaire pour différents diamètres de nanoparticules de carbones sphériques. ....	133
5.17	Évolution temporelle du potentiel flottant sur des poussières sphériques de diamètre $d = 10, 20, 30, 40$ et $50$ nm. ....	134
5.18	Photographie d'un plasma d'argon produit à $0,5$ mTorr. Les zones lumineuses les plus intenses au dessus de l'aimant central et du virage magnétique montrent l'augmentation du terme source. ....	135
5.19	Évolution du potentiel flottant et de la température d'une poussière de $10$ nm de rayon en fonction de la densité du plasma. ....	136



## Liste des symboles

---

- $\epsilon_0$  : Permittivité du vide.  
 $k_B$  : Constante de Boltzmann.  
 $h$  : Constante de Planck.  
 $\sigma$  : Constante de Stefan.  
 $\vec{g}$  : Constante gravitationnelle.  
 $m_n$  : Masse d'un atome de gaz électriquement neutre.  
 $m_i$  : Masse d'un atome de gaz ionisé.  
 $m_e$  : masse d'un électron.  
 $n_n$  : Densité du gaz neutre.  
 $n_i$  : Densité ionique.  
 $n_e$  : Densité électronique.  
 $n_{e,p}$  : Densité d'électrons primaires.  
 $n_g$  : Densité plasma à la lisière de la gaine.  
 $n_0$  : Densité plasma.  
 $\eta$  : Rapport de la densité d'électrons primaires sur la densité plasma.  
 $T_n$  : Température du gaz.  
 $T_i$  : Température des ions.  
 $T_e$  : Température des électrons thermiques.  
 $T_{e,p}$  : Température des électrons primaires.  
 $E_p$  : Énergie des électrons primaires.  
 $v_g$  : Vitesse des ions à la lisière de la gaine (vitesse de Bohm).  
 $v_{i,th}$  : Vitesse ionique thermique.  
 $\vec{v}_i$  : Vitesse ionique dirigée.  
 $\vec{v}_n$  : Vitesse des neutres.

$\vec{v}_p$  : Vitesse d'une poussière.  
 $\lambda_{De}$  : Longueur de Debye électronique.  
 $\sigma^{Coul}$  : Section efficace par interaction coulombienne entre un ion et une poussière.  
 $\sigma^{Coll}$  : Section efficace par collision directe entre un ion et une poussière.  
 $b_0$  : Paramètre d'impact d'une poussière sur un ion.  
 $b_c$  : Paramètre d'impact d'une poussière faisant subir une déflexion de  $90^\circ$  à un ion.  
 $Q_p/Q_d$  : Charge d'une poussière.  
 $r_p$  : Rayon d'une poussière.  
 $m_p$  : Masse d'une poussière.  
 $T_d$  : Température d'une poussière.  
 $V_f$  : Potentiel flottant relativement à la masse.  
 $V_g$  : Potentiel plasma à la lisière de la gaine, relativement à la masse.  
 $V_p$  : Potentiel plasma relativement à la masse.  
 $\Phi_f$  : Potentiel flottant relativement au potentiel plasma ( $V_p$ ).  
 $\Phi$  : Potentiel d'une sonde/poussière relativement au potentiel plasma ( $V_p$ ).  
 $\vec{E}$  : Champ électrique.  
 $\vec{F}_e$  : Force électrique.  
 $\vec{F}_i$  : Force de trainée ionique.  
 $\vec{F}_n$  : Force de trainée des neutres.  
 $\vec{F}_T$  : Force de thermophorèse.  
 $\vec{F}_g$  : Force de gravité.  
 $S_i$  : Taux d'ionisation dans l'équation de conservation de la quantité de matière.  
 $D_a$  : Coefficient de diffusion ambipolaire.  
 $\vec{B}$  : Champ magnétique.  
 $B_0$  : Constante relative à la configuration magnétique du réacteur.  
 $\vec{\lambda}_b$  : Potentiel vecteur réduit du champ magnétique.  
 $\lambda_{b0}$  : Ligne de champ magnétique réduite.  
 $d$  : Distance inter-aimant.  
 $p_z$  : Invariant de la quantité de mouvement.



$\mu$  : Moment magnétique.  
 $R_L$  : Rayon de Larmor.  
 $\omega_{ce}$  : Pulsation cyclotronique électronique.  
 $\omega_{ci}$  : Pulsation cyclotronique ionique.  
 $J$  : Invariant longitudinal.  
 $\vec{v}_{\nabla B}$  : Vitesse de dérive magnétique.  
 $\vec{v}_{RC}$  : Vitesse de dérive du rayon de courbure.  
 $\vec{v}_{E \times B}$  : Vitesse de dérive électrique.  
 $\nu_{e-n}$  : Fréquence de collision électron-neutre.  
 $\nu_{i-n}$  : Fréquence de collision ion-neutre.  
 $\nu_{e-i}$  : Fréquence de collision électron-ion.  
 $\vec{J}$  : Vecteur densité de courant.  
 $J_e$  : Densité de courant électronique.  
 $J_i$  : Densité de courant ionique.  
 $P_a$  : Puissance absorbé.  
 $\omega$  : Pulsation de l'onde excitatrice.  
 $I$  : Courant collecté par une sonde de Langmuir.  
 $V_{sonde}$  : Tension de polarisation de la sonde.  
 $r_s$  : Rayon de la sonde de Langmuir.  
 $\Psi_{\perp}$  : Critère de validité de la méthode de Druyvesteyn en plasma magnétisé.  
 $\gamma$  : Facteur géométrique associé à la sonde.  
 $l_e$  : Libre parcours moyen électronique.  
 $l_i$  : Libre parcours moyen ionique.  
 $f_e$  : Fonction de distribution en vitesse des électrons.  
 $F_e$  : Fonction de distribution en énergie des électrons.  
 $C_d$  : Capacité d'une poussière ou d'une sonde cylindrique.  
 $I_e$  : Courant d'électrons thermiques.  
 $I_i$  : Courant ionique.  
 $I_{e,p}$  : Courant d'électrons primaire.

$I_{se}$  : Courant d'émission secondaire.

$I_{se,p}$  : Courant d'émission secondaire dû aux électrons primaires.

$I_{th}$  : Courant thermoïonique.

$Q_e$  : Flux de chaleur des électrons thermiques.

$Q_i$  : Flux de chaleur des ions.

$Q_{e,p}$  : Flux de chaleur des électrons primaire.

$Q_{se}$  : Flux de chaleur des électrons d'émission secondaire.

$Q_{se,p}$  : Flux de chaleur des électrons d'émission secondaire dû aux électrons primaires.

$Q_{th}$  : Flux de chaleur des électrons émis par effet thermoïonique.

$Q_{rad}$  : Flux de chaleur radiatif.

$Q_n$  : Flux de chaleur des neutres.

$C_p$  : Capacité calorifique des matériaux.

$\rho$  : Masse volumique des matériaux.

$W$  : Énergie/Travail de sortie des électrons des matériaux.

$\delta_m$  : Coefficient d'émission secondaire maximum des matériaux.

$E_m$  : Énergie des matériaux pour laquelle  $\delta_m$  est atteint.

$\epsilon$  : Émissivité des matériaux.

## Remerciements

---

C'est un passage incontournable d'un manuscrit, généralement ce que les gens lisent en premier, voir lisent tout court. Cet exercice n'est pas une mince affaire au vu de la longue liste de personnes qui ont contribué à ce travail, de prêt comme de loin. J'ai déjà la hantise d'en oublier certains.

Je tiens tout d'abord à remercier l'ensemble de mon jury de thèse, Lénaïc Couëdel, Ana Lacoste, Frédéric Brochard, Caroline Hernandez, Ahmad Hamdan, qui a lu et corrigé ce manuscrit et qui s'est déplacé pour venir assister ma soutenance. Aussi, il ne faudrait pas oublier le chef d'orchestre de cette soutenance, Jean-Pascal Cambronne. Merci à vous six pour l'intérêt que vous avez pu montrer à ce travail.

Je tiens tout particulièrement à montrer ma reconnaissance à mes encadrants. Simon Dap et Richard Clergereaux au LAPLACE, ainsi qu'à Joëlle Margot au département de physique de l'UdeM. Merci Richard (aka El Ritonator) et Simon (aka La Dapette, ou l'Homme au Slip sur la tête, comme on veut, ça dépend des jours) de m'avoir fait confiance, d'avoir remué ciels et terres pour financer cette thèse et m'y placer aux commandes. Merci Joëlle pour mon intégration chez les plasmiciens de l'UdeM. Merci à vous trois pour votre encadrement et de m'avoir laissé mener cette recherche avec autant liberté.

Mon épopée montréalaise m'a permis de prolonger ma place sur les bancs d'école. Un grand merci à Luc Stafford (Étoile d'or du meilleur professeur) qui fût mon prof de physique des plasmas. Merci d'avoir pris le temps de toujours me recevoir dans ton bureau pour répondre à toutes mes questions, mêmes les plus naïves. Tu as de la chance que je ne sois pas resté longtemps à Montréal, lors de l'une de tes dernières venues à Toulouse, j'ai décelé des propos « border Gaugauche », attention à ne pas se laisser aller !

Il y a des personnes providentielles qui vous tombent dessus, vous ne comprenez pas comment cela est possible mais ça arrive. Un jour, un post-doctorant (ou larbin ++) répondant

au nom de Xavier Glad est arrivé au LAPLACE et ce fut bien la période la plus heureuse de ma thèse. Malgré une courte collaboration, tu resteras mon compagnon de thèse, celui qui m'a encouragé le plus : consciemment avec tes bons conseils, ton expérience et ta disponibilité ; inconsciemment par ta perpétuelle bonne humeur, ta rigueur hors du commun et tes excellentes blagues. Je pense que nous détiendrons pour encore un moment le titre de la meilleure blague du laboratoire : faire venir la moitié du laboratoire dans les toilettes collées à notre bureau était une belle performance. Il en ressort deux conclusions : (1) les chercheurs aiment la publicité alliant musique d'ascenseur et humour ; (2) les chercheurs ne prennent pas au sérieux les instructions données au sein d'une blague menant vers une autre blague, puisque personne n'a scanné le QR code de Nicolas Naudé. . .

Merci infiniment à toute l'équipe MPP. En total objectivité, je crois que c'est la meilleure équipe du labo, toute catégorie confondue. Bon ok, scientifiquement, je ne sais pas, mais en termes de relations humaines, le niveau était très élevé. Tout d'abord merci à notre chef à tous, le grand Hubert Caquineau (quand j'aurai acheté la machine à voyager dans le temps, je passe te voir pour ta soutenance de thèse, hâte de voir tes Santiags. . .). Merci à Nicolas Gherardi, à Antoine Bellanger, à Nicolas Naudé (le grand gourou du Applemisme), à Kremena Makasheva, à Patrice Raynaud, à Raphaël Cozzolino. Je n'oublierai pas mes collègues doctorants de l'équipe, mais aussi tous les autres avec qui j'ai pu partager de bons moments. Merci à Ines Martinko qui fut aussi une complice de blague. Merci à Rémi Bérard, Clémence Tyl, XI Lin, Lucie Brès, et Morgane Laurent, merci d'avoir fourni toute l'équipe en friandises et autres grignoteries. Merci à mon autre partenaire de bureau, mais aussi coéquipier de squash j'ai nommé Guillaume Carnide. Merci à Olivier Antonin, avec qui j'ai apprécié les bières et les chocolats suisses et surtout les discussions et les anecdotes ! Merci à Laura Caquot, nouvelle recrue qui a pu apporter de belles contributions à cette étude. Merci au gang des foteux-fumeurs (désolé pour ceux qui ne fument pas, je vous ai tous mis dans le même panier), j'ai passé de super pauses avec vous sur la terrasse du laboratoire, je pense à Ali, Abdel, Simo, Marvin, Sidhant et consort. Merci à Alexandre Guglielmi pour toutes nos discussions scientifiques, fait attention à la fatigue et repose toi tout de même ! Enfin

merci à Mallys, pour ta sagesse et ta connaissance de la géopolitique France-Africaine. J'ai appris beaucoup de chose avec toi, j'aurai aimé en apprendre plus.

Bien évidemment, une thèse n'est rien sans les factions d'ingénieurs et de techniciens qui sont là pour nous aider à concrétiser notre recherche. Ils ont le don de rendre réelles nos idées. Merci à Benoît Schlegel Ô grand maitre de la salle de chimie, de la micro-tronçonneuse et de la bonbonnière (le carburateur de ma voiture te sera éternellement reconnaissant). Merci à Benoît Lantin grand maitre des bâtiments, de la salle de caractérisation et de la bonbonnière. Merci au service mécanique, notamment à Cédric Trupin, celui qui m'a sauvé moult fois du chômage technique, mon esprit pratique ne s'en porte que mieux. Un grand merci au service électronique, eux qui ont réparé tant de fois la sonde que je me suis acharné à faire cramer dans mon réacteur, merci Nordine, Stéphane et Jacques ! Merci à Céline et Vincent de 3DPHI pour votre précieuse aide pour la sonde de Mach, percer de l'alumine au laser n'a maintenant plus de secret pour moi. . .

Gérald, t'as pas autre chose à faire que de lire mes remerciements? C'est moi qui viendrait te débaucher maintenant!

J'en profite maintenant pour saluer tous mes collègues montréalais, et les remercier de leurs accueils chaleureux dans cette contrée ô combien froide. Merci à Richard Piché pour m'avoir appris à utiliser ma manipe. Merci à Jean-Sébastien et Véronique. Merci à Danielle Keroack, la tenancière des labos de plasmas, à l'humour incisif ! Merci à toi pour toute ta précieuse aide. Merci à tous les doctorants et étudiants, Jean-Sébastien alias docteur nœud pap', Garofano avec qui j'ai pu partager de chouettes nuits toulousaine, Antoine mon prof de TD et collègue, merci pour toutes les réponses que tu as su apporter à mes nombreuses questions.

Un grand merci à mon petit François Ribéri qui m'a accueilli à l'université! Je me revois encore courir derrière toi dans la neige avec ma valise pour réussir à choper le bus... Merci pour ton enthousiasme, tes bonnes blagues, tes pâtes au gras de canards et l'accent du sud-ouest. Tu m'as fait découvrir une belle bande dans cette colocation. J'ai donc une belle pensée pour Léo, Phil, Lawrence et JP!

J'en profite pour remercier une tête bien faite, celle de Nicolas Le Hire. Sans toi Montréal n'aurait pas été la même. De la physique des plasmas, à l'intelligence artificielle, en passant par la musique, quand tu fais quelque chose, tu le fais à fond et ça c'est beau. Je te souhaite bon vent Nico, continue d'être toi!

Aussi, je voudrais remercier chaleureusement Gabrielle Bertier. Nous venons de mondes différents, mais nous avons su nous suivre et nous apprécier tout au long de nos parcours respectifs de thèse. Merci pour toutes les discussions.

Une pensée à cette joyeuse troupe de québécois qui a rendu mon été 2017 si drôle, grosse bise à Simon Pullpot & Simon Fruit, Rose-Anne, Babinouche, le beau et drôle Jean-Benoît, l'homme aux milles selfies, et enfin à Séléna petite par la taille mais grande d'esprit. J'ai passé de belles soirées avec vous!

Enfin mention spéciale au personnel d'entretien. Merci de prendre soin de nos locaux, nous vous oublions trop souvent, et c'est regrettable.

Une thèse se construit aussi en dehors du labo. Merci à tous mes amis qui m'ont accompagné pendant cette thèse. Merci Thomas et Florian, de la maternelle jusqu'à encore plus loin je l'espère. Merci Steven, Charlotte, Margaux, Malou, le Lapinoult (qui aurait tout fait pour venir, mais "tout" n'est pas toujours suffisant), Andy & Bruno (maitresse et maître du royaume de Parlenta), Manon, Ben, Ricain, Vincent, France, Benoît, Paul, PJ, Ester, Simon, Patou, Julie, Tatiana, Pablo, Jonas, Nyjo, Mézout (qui aurait cru que l'on commencerait et terminerait nos études toulousaines ensemble, pas moi en tout cas, et quelques profs non plus héhé!), ainsi que tous les nombreux autres ! J'ai de la chance d'être bien entouré, mais merci à vous toutes et tous.

Ce manuscrit a été partiellement rédigé sur un îlot tropical, en plein Rangueil à Toulouse. Je ne pourrais terminer ces remerciements sans une chaleureuse bise aux habitants de cette terre fertile. Je suis heureux d'avoir partagé cette dernière année et demi avec vous : les petit-déjeuners qui durent deux heures tous les matins, se moquer des infos ridicules de France Info, ces fêtes incroyables, le jardinage, toutes les discussions dans notre salon d'extérieur sous la vigne, les moustiques... Jean-Baptiste, Lucile, Tim, Nico et Chloé, merci... Tim et JB, j'espère que je pourrais vous rendre la pareille quand vous rédigerez !

Spéciale dédicace au duo infernal, les terreurs des jardins, les diaboliques Nico et Melvin. Toujours prêts à me débaucher ! Merci pour toutes les bières, les fêtes, FIFA, la musique, les concerts aux Pavillons Sauvages et toute la rigolade.

Mes excuses à tous ceux que j'ai oublié... Mais je n'en pense pas moins.

Enfin, merci à celle qui m'accompagne depuis 12 ans, celle qui a lu ce manuscrit avant tout le monde, celle sans qui les rapporteurs m'auraient assassiné pour toutes les fautes d'orthographe, celle qui a dû supporter mes sautes d'humeurs, ma fatigue, mon stress (la thèse n'aura pas eu raison de nous, DANS TA FACE LA THÈSE!!!). Je t'aime Chloé. Merci d'être là...

Pour terminer, je vais remercier ma famille. Une pensée à Lila, Julien et Pablo avec qui je me suis construit. Merci à ma mère Juliette qui m'a toujours poussé à continuer mes études. Juste pour la thèse, ça valait le coup. Merci à mon père, d'avoir pris le relais, de m'avoir financé jusqu'en Master sans jamais remettre mes choix en question. Je n'avais jamais vu tes yeux autant pétiller de fierté après la soutenance. Cette thèse, elle est à vous deux. Merci pour tout ce que vous m'avez donné...





# Introduction générale

---

Cette étude a pour objectif d'explorer les mécanismes de formation et de transport de poussières incandescentes. Le chapitre 1 donne une brève revue historique de l'émergence des plasmas poussiéreux, une rapide présentation des mécanismes de formation des poussières, et résume les principales forces responsables du transport des poussières. Le Chapitre 2 passe en revue le détail du dispositif expérimental ainsi que les diagnostics utilisés pendant cette thèse.

Notre étude porte principalement sur les poussières incandescentes. Le chauffage d'une poussière peut fortement influencer sa charge électrique qui joue un rôle clé dans le transport des poussières. Il est donc nécessaire de comprendre l'effet du chauffage sur leur chargement pour étudier leur transport. L'étude des processus de chauffage et de chargement est l'objet du chapitre 3. Pour répondre à cette question, nous avons couplé des mesures expérimentales (sonde de Langmuir, spectroscopie optique d'émission) et un modèle de chargement des poussières. Nous montrons dans ce chapitre que les électrons primaires sont principalement responsables de l'incandescence des poussières et donnons une estimation de leur charge dans un plasma de gaz rare.

L'incandescence des poussières permet de les visualiser à l'œil nu, aucun dispositif laser n'est nécessaire pour les voir. Nous avons pu caractériser leur transport à l'aide d'une caméra rapide. Le chapitre 4 est dédié à cette étude. Devant la complexité inhérente aux plasmas de gaz réactifs, comme l'acétylène, et à leur caractérisation, nous avons décidé de discuter les forces qui seraient responsables du transport d'une poussière isolée dans un plasma d'argon. Pour ce faire, nous avons caractérisé le plasma d'argon à deux pressions différentes à l'aide d'une sonde de Langmuir et d'une sonde de Mach. La démarche consiste alors à vérifier si certaines caractéristiques déterminées en plasma d'argon pourraient expliquer au moins en partie la dynamique du transport des poussières telle qu'observée en plasma d'acétylène.

L'imagerie rapide nous a également permis de visualiser des phénomènes particuliers au cours desquels certaines poussières interagissent avec les parois. Ces observations nous ont donc conduits à étudier l'interaction du plasma avec les surfaces du réacteur. Cette étude est détaillée dans le chapitre 5. Nous avons dans un premier temps réalisé des analyses *ex-situ* en collectant de la matière déposée sur des échantillons. Les échantillons, placés stratégiquement, nous permettent de mettre en évidence la présence de poussières dès les premières minutes du plasma, alors même qu'aucune poussière incandescente n'est observée. Afin de comprendre pourquoi ces premières poussières viennent se déposer sur des zones privilégiées, nous avons mesuré les densités de courants électronique et ionique, à l'aide d'une sonde de flux aux parois. Nous pouvons ainsi observer que les zones de dépôt privilégiées coïncident avec les zones où les densités de courant sont les plus importantes. Enfin, nous discutons des mécanismes de formation de ces poussières ainsi que des forces leurs permettant de traverser la gaine électrostatique aux parois.

# Chapitre 1

---

## Introduction

### 1.1. Historique des plasmas poussiéreux

Le plasma est le quatrième état de la matière après l'état solide, liquide et gazeux. Un plasma est considéré comme un fluide partiellement ou totalement ionisé. Celui-ci est composé d'électrons et d'ions libres de se mouvoir, mais aussi d'atomes ou molécules lorsque l'ionisation n'est que partielle. Les plasmas sont peu présents sur Terre à l'état naturel. Dans le cosmos, la matière visible est à 99% à l'état de plasma. Cela s'explique par les conditions thermodynamiques beaucoup plus extrêmes que celles observées sur Terre. En effet, le passage de l'état solide, liquide, gazeux puis à celui de plasma s'effectue par un apport croissant d'énergie au milieu. Le terme "plasma" fut introduit pour la première fois par Irvin Langmuir en 1928, en référence au plasma sanguin.

Bien que le plasma soit considéré comme un fluide, son comportement est différent de celui d'un gaz "classique" à cause de la nature des interactions entre particules. Dans un gaz classique, les atomes (ou molécules) électriquement neutres interagissent entre eux par le biais des forces de Van Der Waals. Ce type d'interaction est de très courte portée ( $\propto 1/r^7$ ). Dans un plasma, les particules sont électriquement chargées et interagissent par le biais de la force coulombienne; comparativement à la précédente, celle-ci est de longue portée ( $\propto 1/r^2$ ).

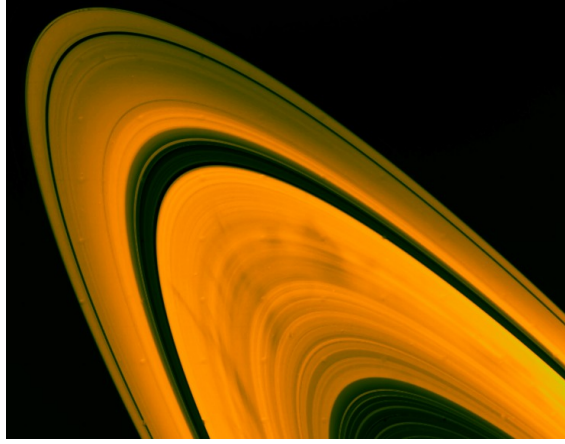
Les plasmas sont répertoriés suivant leur degré d'ionisation. On appelle un plasma froid, ou hors équilibre thermodynamique, un plasma faiblement ionisé dont les diverses espèces ont des températures différentes. La température des électrons est très supérieure à celle des ions et des espèces neutres. Comme ce milieu est faiblement ionisé, son comportement fluide

est similaire à celui d'un gaz conventionnel. Ces plasmas sont utilisés dans de nombreuses applications industrielles: dépôt de couche mince, gravure microscopique, stérilisation, etc. Par opposition, un plasma chaud, ou à l'équilibre thermodynamique, est un plasma totalement ionisé dont toutes les espèces sont à la même température. Ces plasmas sont très présents dans l'univers, par exemple dans les nébuleuses interstellaires, les étoiles. Sur Terre, l'étude de ce type de plasma se retrouve naturellement dans les domaines liés à l'astrophysique, mais aussi dans la recherche sur la fusion thermonucléaire contrôlée.

On appelle poussière un corps de taille nano ou micrométrique immergé dans un plasma. Celles-ci peuvent se rencontrer dans tous les types de plasmas. Lorsque celles-ci sont présentes en grande quantité, elles peuvent fortement affecter les caractéristiques du plasma. En effet, dans un plasma électropositif (les ions sont chargés positivement), le plus souvent, les poussières vont spontanément se charger négativement par attachement électronique. La thématique des plasmas poussiéreux a connu son essor à la fin des années 80 dans le cadre de la fabrication de composants micro-électroniques. Depuis, les plasmas poussiéreux ou complexes sont devenus une branche à part entière de la physique des plasmas. La prochaine section vise à décrire l'émergence de cette thématique.

### **1.1.1. La première observation par Langmuir**

La première observation de plasma poussiéreux a été reportée par Langmuir en 1924 [11]. La décharge utilisée par Langmuir se présentait sous la forme d'un tube en pyrex, avec un disque métallique en guise d'anode et un filament de tungstène en guise de cathode. Le tube en pyrex est rempli d'argon à une pression de 3 Torr. Pour amorcer la décharge, l'anode est polarisée à 250 V et le filament chauffé à 2500 K. Lorsque le plasma atteint l'état stationnaire entre l'anode et la cathode, la différence de potentiel entre l'anode et la cathode s'établit à 25 V. Langmuir coupe le circuit de chauffage du filament pendant une demi-seconde. La température du filament diminue et la diminution de l'émission thermoionique provoque une augmentation de la différence de potentiel entre l'anode et la cathode. Celle-ci passe de 25 à 100 V. Les ions sont alors accélérés vers la cathode, venant pulvériser le filament. Ainsi, le filament relâche des atomes de tungstène dans la décharge. Dans cette communication, Langmuir décrit méticuleusement le changement d'apparence lumineuse du plasma. Ce dernier change de couleur: Le centre de la décharge conserve le spectre de l'argon mais est



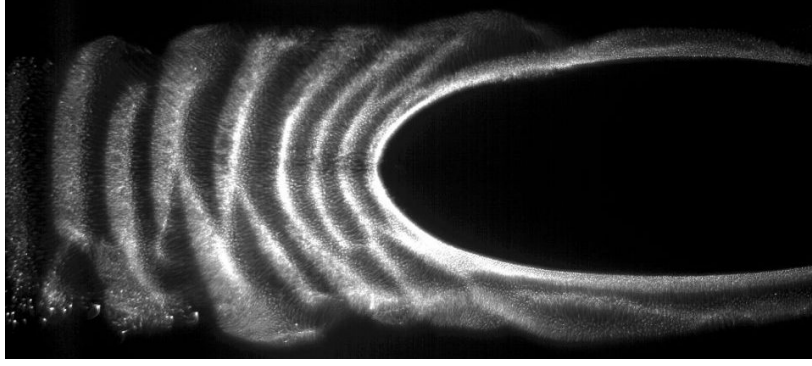
**Fig. 1.1.** Photographie des "Spokes" durant la phase d'approche de la sonde.

entouré d'une lumière "jaune fade", séparée par une zone sombre de quelques millimètres d'épaisseur. Langmuir mit en évidence la présence de poussière par diffusion d'un faisceau de lumière solaire focalisé dans la zone sombre du plasma. Enthousiaste de cette observation, Langmuir écrivit dans l'introduction de sa communication la phrase suivante: "*we observed some phenomena or remarkable beauty which may prove to be of theoretical interest*". Cependant, le premier engouement pour les plasmas poussiéreux n'apparut qu'au début des années 80 avec le programme spatial *Voyager* de la NASA.

### 1.1.2. Les plasmas poussiéreux dans l'espace

En 1977 la NASA lança le programme spatial *Voyager* ayant pour objectif d'explorer les planètes lointaines du système solaire. Les sondes spatiales *Voyager 1* et *2* ont fourni des images des anneaux de saturnes révélant des phénomènes particuliers. Les sondes observèrent pendant leur phase d'approche des traces sombres se déplaçant radialement dans les anneaux (figure 1.1), puis plus lumineuses que les anneaux lors de la phase d'éloignement de la planète. Ces traces, appelées "Spokes", ce sont révélées par la suite être des particules électriquement chargées, mises en mouvement par la magnétosphère de Saturne, diffusant la lumière du soleil dans une direction préférentielle [12, 13].

Dans l'espace, les poussières sont rencontrées dans un très grand nombre de milieux et font l'objet de nombreuses études en astrophysique. On les retrouve par exemple lorsqu'une comète se rapproche du soleil. La queue de la comète va disperser de grandes quantités



**Fig. 1.2.** Observation d'ondes de poussière dans un plasma RF capacitif en micro-gravité, par diffusion d'une nappe laser [4].

de poussières dans l'espace [14]. Les poussières composent la majeure partie des disques d'accrétion protoplanétaires [13].

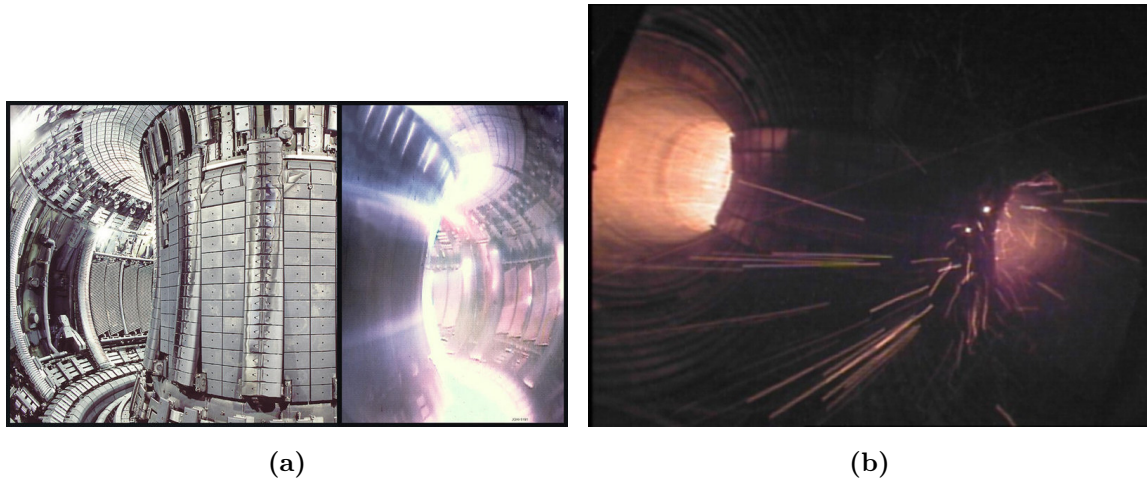
### 1.1.3. Les poussières et l'industrie micro-électronique

Le véritable déclencheur des recherches sur les plasmas poussiéreux trouve son origine dans les procédés de gravure assistée par plasma. En effet, les procédés plasma dans le domaine de la micro-électronique permettent de graver des substrats de façon très fine et de fort rapport d'aspect. L'optimisation de ces techniques a permis de miniaturiser les composants électroniques en multipliant le nombre de transistor par unité de surface et donc d'augmenter les performances des micro-processeurs.

Ces procédés nécessitent des précautions importantes afin de limiter la contamination de substrat. Cependant, il était régulièrement observé la présence de particules sur les substrats malgré les précautions usuellement prises. En 1989, Gary Selwyn mis en évidence que ces particules sont produites au sein même du plasma [15]. Les enjeux économiques liés à cette industrie stimulèrent de nombreuses recherches [16, 17] sur les plasmas poussiéreux: formation, piégeage, transport des poussières, effet de la gravité (figure 1.2).

### 1.1.4. Formation de poussières dans les Tokamaks

Le système économique globalisé actuel induit une augmentation de la consommation d'énergie. L'épuisement des énergies fossiles pousse les institutions à développer d'autres sources de conversion d'énergie. De plus, l'humanité et la biodiversité faisant face à la menace du réchauffement climatique, la contrainte principale de ces nouvelles sources est la

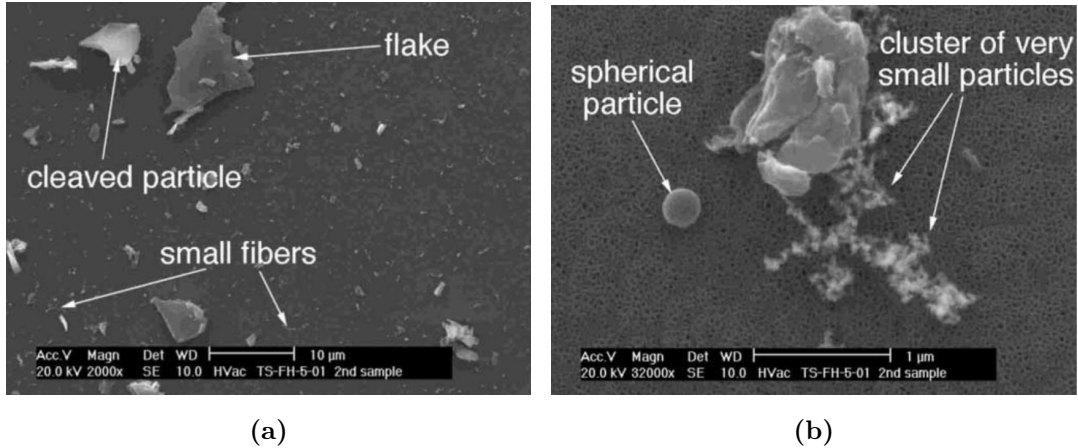


**Fig. 1.3.** (a) Photographie de l'intérieur du tokamak FTU à l'arrêt et en fonctionnement. (b) Photographie d'un processus d'interaction plasma-surface dans le tokamak, menant à l'injection de poussières dans le plasma de fusion [5].

non-émission de gaz à effet de serre. De nombreuses filières se sont développées sur les moyens de conversion d'énergie renouvelable: hydrolique, éolien, solaire. Cependant, ces installations sont limitées par leur puissance électrique. La fusion thermonucléaire contrôlée apparaît alors comme une solution envisageable pour convertir de grandes quantités d'énergies afin de répondre à la demande croissante.

C'est dans ce cadre que des collaborations internationales se sont formées. Le projet ITER dont le réacteur situé à Cadarache a pour but d'étudier la faisabilité du contrôle des réactions de fusion thermonucléaire par confinement magnétique entre des noyaux de deuterium et de tritium. Si cette première étape s'avère fructueuse, un nouveau réacteur verra le jour: DEMO. Celui-ci serait le premier réacteur de fusion capable de produire de l'électricité.

Un tokamak est un réacteur de fusion de géométrie torique (figure 1.3a). Dans un tokamak, la température du plasma peut atteindre plus d'une centaine de millions de degrés. Il est donc nécessaire de confiner le plasma afin que celui-ci ne sublime les parois. Cependant, un confinement parfait ne peut pas être réalisé. Il convient de comprendre quels sont les mécanismes d'interaction du plasma avec les parois. Certaines interactions sont permanentes, comme sur le limiteur, ou le divertor par exemple. D'autres se produisent de façon brèves, comme lors d'instabilité (*Edge Localized Mode*) [18], ou de déplacements verticaux



**Fig. 1.4.** (a) et (b) Images TEM de poussières collectées à l'intérieur d'un tokamak [6].

du plasma. Dans ces conditions, les flux d'énergie importants sont transportés aux parois, menant à leur érosion, et donc au relargage de grandes quantités de poussières dans le plasma (figure 1.3b). Ces poussières peuvent être de morphologies et de tailles différentes (figure 1.4).

La présence de ces poussières dans le plasma a de multiples effets indésirables:

- **Pertes d'énergie par effet Bremsstrahlung:**

Ce type de rayonnement se produit lorsque qu'une particule électriquement chargée est accélérée. L'intensité du rayonnement est directement proportionnelle au nombre de charge. Or, une poussière immergée dans un plasma attache à sa surface un grand nombre de charges. Les forces agissant sur les poussières peuvent donc fortement les accélérer. Cette accélération peut entraîner une puissance rayonnée importante, puisque l'intensité du rayonnement est directement proportionnel au nombre de charge. Il est possible qu'une concentration de poussières suffisamment importante dans le plasma puisse arrêter la réaction de fusion, à cause de cet effet.

- **La rétention de combustible dans les poussières:**

Ce phénomène est important dans le cas de poussières carbonées, à cause de l'affinité entre le carbone et l'hydrogène. Cette rétention pose problème à cause de la radioactivité du tritium dont la demi-vie est de 12,3 ans. La redéposition des



poussière vient alors contaminer l'enceinte, par radioactivité.

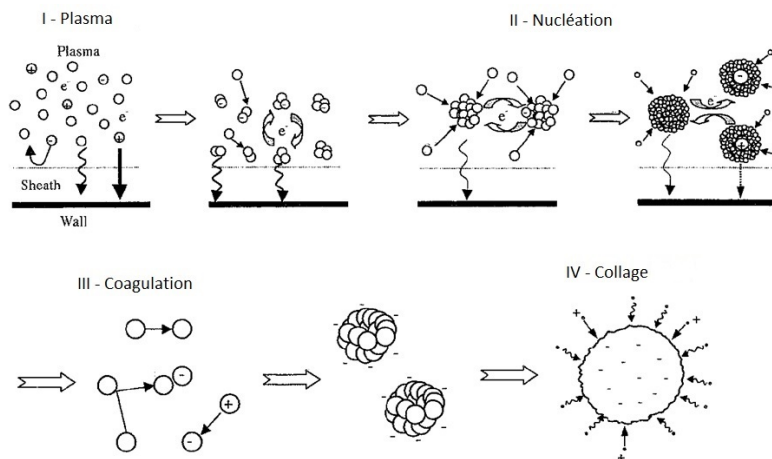
- **Risques d'explosion:**

La brusque et accidentelle remise à l'air ou fuites d'eau peuvent entrainer une explosion au sein de l'enceinte [6]. Ce risque est accru pour des poussières constituées de béryllium.

### 1.1.5. Formation de poussières en laboratoire

Nous avons vu dans la partie précédente les différentes motivations menant à l'étude des plasma poussiéreux. Dans cette partie, nous allons brièvement évoquer les mécanismes classiques de formation des poussières, dans un plasma réactif.

Il existe de nombreux processus menant à la formation des poussières. Ceux-ci font intervenir à la fois des processus physiques et chimiques [17]. Les nombreuses études réalisées depuis les années 1980 ont néanmoins permis de faire émerger un modèle général permettant de décrire la formation des poussières en quatre étapes illustrées sur la figure 1.5:



**Fig. 1.5.** Schéma représentant les différentes phases de formation et de croissance d'une poussière dans un plasma [7].

- **Plasma:** Au sein du plasma réactif, il existe différentes espèces parmi lesquelles figurent les électrons, des ions négatifs et positifs, des espèces neutres, des radicaux, etc. Les neutres, ne réagissant à aucun champ électrique, diffusent sous l'effet du gradient de densité vers les parois. Il en est de même pour les ions positifs qui ont globalement tendance à diffuser vers les parois. Les électrons diffusent plus

rapidement, il se crée un champ électrique ambipolaire permettant la conservation de la neutralité macroscopique du plasma. Lorsque les ions positifs se trouvent à la lisière de la gaine, ces derniers sont accélérés vers la paroi, dont le potentiel est plus faible que celui du plasma. En revanche les ions négatifs sont confinés à l'intérieur du plasma, à cause de leur charge négative et leur faible mobilité. Leur temps de séjour dans le volume plasma est donc particulièrement long, ce qui leur permet de jouer un rôle important dans la formation des poussières.

- **Nucléation:**

La grande densité d'espèces réactives, et en particulier d'ions négatifs, accumulées au sein du plasma leur permet de réagir chimiquement entre elles pour former des espèces comportant un nombre de plus en plus important d'atomes. Cette phase de croissance rapide permet de former des clusters dont la taille est de quelques nanomètres et qui, en raison de cette faible taille, demeurent peu chargés. Lors de cette phase, ceux-ci s'accumulent dans le plasma jusqu'à des densités importantes.

- **Coagulation:**

La forte densité de clusters issus de la phase de nucléation permet à un nouveau mécanisme de croissance de débiter. Ceux-ci vont s'agglomérer entre eux au gré des collisions. Les volumes s'additionnant, la taille des poussières augmentera rapidement. Ce mécanisme de croissance s'arrête lorsque les agglomérats produits atteignent une certaine taille critique. En effet, la charge d'une poussière immergée dans un plasma augmentant linéairement avec sa taille, les répulsions électrostatiques qui en résultent empêchent le processus d'agglomération de se poursuivre.

- **Collage/Dépôt moléculaire:**

À cause des électrons attachés à la surface des poussières, celles-ci ne peuvent plus s'associer par le biais des collisions. On entre dans la phase de collage qui se traduit par une croissance lente de la taille des poussières. En effet, celles-ci vont collecter de petites espèces neutres, ioniques ou radicalaires formant un dépôt à leur surface.

### 1.1.6. Forces agissant sur les poussières

Dans cette partie, nous allons passer en revue les forces les plus communes pouvant être attribuées au transport des poussières. En effet, de part leur charge électrique, leur taille, leur déplacement, les poussières sont susceptibles d'être soumises à différentes forces. De plus, l'évolution temporelle de la taille des poussières fait varier l'intensité de ces forces au cours du temps (augmentation de la taille, évolution de la charge électrique, etc). Les forces transportant les poussières sphériques sont les suivantes:

- **Force électrique:** Cette force apparaît lorsque qu'un gradient de potentiel existe dans la décharge. Une poussière électriquement chargée sera donc sensible au champ électrique et la force dépendra de l'intensité de ce champ.

$$\vec{F}_e = Q_p \vec{E} \quad (1.1.1)$$

Si le rayon de la poussière est très inférieure à la longueur de Debye, alors  $Q_p = 4\pi\epsilon_0 r_p (V_f - V_p)$  décrit la charge électrique de la poussière et  $\vec{E}$  le champ électrique.

- Force gravitationnelle:

$$\vec{F}_g = m_p \vec{g} \quad (1.1.2)$$

avec  $m_p$  la masse de la poussière et  $\vec{g}$  la constante terrestre de gravitation. Cette force étant proportionnelle à  $r_p^3$ , elle devient non négligeable pour des poussières de grandes tailles.

- Force de traînée des neutres: Cette force est produite par les collisions des atomes (ou molécules) avec la poussière. Celle-ci est donc directement proportionnelle à la densité du gaz. Elle s'écrit [19] :

$$\vec{F}_n = -\frac{4}{3}\pi m_n n_n r_p^2 \sqrt{\frac{8k_B T_n}{\pi m_n}} (\vec{v}_n - \vec{v}_p) \left(1 + \frac{\pi}{8}\alpha\right) \quad (1.1.3)$$

avec  $\vec{v}_p$ ,  $\vec{v}_n$ ,  $m_n$ ,  $n_n$  et  $T_n$  respectivement la vitesse de la poussière, la vitesse associée au flux de neutres, la masse, la densité et la température des neutres.  $\alpha$  représente le coefficient d'accommodation thermique du gaz sur les poussières. En

régime moléculaire cette force est souvent négligeable devant les autres forces.

- Force de traînée des ions:

La force de traînée ionique se décompose en deux parties: l'une est causée par des collisions indirectes, par le biais de l'interaction coulombienne, et l'autre par des collisions directes. Les deux termes diffèrent par leurs sections efficaces. La force de traînée ionique s'écrit [20]:

$$F_i = F_{i,\text{coul}} + F_{i,\text{coll}} = n_i m_i V_{it} v_i (\sigma^{\text{coul}} + \sigma^{\text{coll}}) \quad (1.1.4)$$

Où  $V_{it} = \sqrt{v_i^2 + 8k_B T_i / \pi m_i}$  représente la vitesse totale des ions (vitesse moyenne thermique et la vitesse dirigée  $v_i$ ). Les sections efficaces s'écrivent de la façon suivante:

$$\sigma^{\text{coul}} = \pi r_d^2 \left( 1 - \frac{2e\Phi_f}{m_i v_i^2} \right) \quad (1.1.5)$$

$$\sigma^{\text{coll}} = 2\pi b_0^2 \ln \left( \frac{b_0^2 + \lambda_{De}^2}{b_0^2 + b_c^2} \right) \quad (1.1.6)$$

Où  $b_0$  représente le paramètre d'impact,  $b_c$  est le paramètre d'impact faisant subir une déflexion de  $90^\circ$  de l'ion incident et  $\lambda_{De}$  est la longueur de Debye électronique. La paramètres  $b_0$  et  $b_c$  s'expriment de la façon suivante:

$$b_0 = r_d \frac{e\Phi_f}{m_i v_i^2} \quad (1.1.7)$$

$$b_c = r_d \sqrt{1 - \frac{2e\Phi_f}{m_i v_i^2}} \quad (1.1.8)$$

- Force de thermophorèse: La force de thermophorèse agit sur les poussières lorsqu'un gradient de température du gaz est présent dans la décharge. Celle-ci transporte les poussières vers les régions froides du plasma. Dans le cas d'un plasma à très basse pression (régime moléculaire), celle-ci s'écrit :

$$\vec{F}_T = -\frac{32}{15} r_p^2 \alpha \vec{\nabla} T \sqrt{\frac{\pi m_n}{8k_B T_n}} \quad (1.1.9)$$

Où  $\alpha$  et  $\vec{\nabla}T$  représentent respectivement le coefficient d'accommodation thermique du gaz et le gradient de température. Cette force entraîne les particules des régions les plus chaudes vers les plus froides. Elle est proportionnelle au rayon au carré de la particule et au gradient de température des neutres.

## 1.2. Plasmas multipolaires

Cette partie passe en revue un rapide historique des décharges multipolaires. Elle nous permet de comprendre le contexte de leur conception, tout au long de leur évolution. Aussi, nous présentons des aspects théoriques nécessaires à la compréhension du fonctionnement de ces décharges.

### 1.2.1. Historique des décharges multipolaires

Les premiers plasmas multipolaires sont apparus dans le cadre des études sur la fusion thermonucléaire contrôlée. Sadowski [21, 22] imagina et conçut une enceinte sphérique autour de laquelle étaient placés des aimants, dont les polarités sont successivement inversées. La structure multipolaire a pour but d'augmenter le confinement des espèces chargées (ions et électrons). Cependant, une telle solution fut rapidement abandonnée par la communauté de la fusion. En effet, le confinement n'est pas total aux niveaux des cusps, c'est-à-dire là où les lignes du champ magnétique convergent (ou divergent suivant la polarité de l'aimant). Des flux de particules très énergétiques atteignent alors les parois et les érodent. Bien que ce premier concept fut abandonné, il ouvrit la voie à d'autres configurations magnétiques pour l'étude des plasmas de laboratoire, notamment dans les domaines de la gravure et du dépôt de couches minces assistées par plasma.

Limpaecher et MacKenzie [23] développèrent des réacteurs à confinement multipolaire à géométrie parallélépipédique et cylindrique. Dans ces réacteurs, le plasma est généré par des filaments faisant office de cathodes chaudes. Ceux-ci sont polarisés à des tensions très négatives par rapport aux parois du réacteur et permettent d'injecter des électrons très énergétiques. Ces derniers sont piégés par le champ magnétique jusqu'à ce qu'ils effectuent des collisions ionisantes avec les espèces neutres du gaz. Dans ces plasmas, on distingue trois populations d'électrons: (1) les électrons énergétiques émis par les filaments sont qualifiés de "primaires", dont l'énergie est  $E_p \geq 50\text{eV}$ ; (2) les électrons primaires ayant subi une

ou deux collisions sont qualifiés de "chauds", leur température  $T_{e,c}$  est comprise entre 10 et 20eV [24]; (3) enfin, les électrons ayant subit plus de trois ou quatre collisions sont appelés "thermalisés" ou "froids" et leur température  $T_e$  est de l'ordre de quelques eV. Ces décharges permettent de générer des plasmas stables, de fortes densités et homogènes, à des pressions comprises entre  $10^{-5}$  et  $10^{-3}$  Torr. Malgré les bonnes performances de ces décharges, leur utilisation dans le cadre de gravures sèches (pour la fabrication de composants électroniques) sera finalement abandonnée. En effet, l'utilisation de gaz réactif fluoré ou chloré produit un certain nombre d'effets indésirables: érosion des filaments menant à une contamination métallique des substrats et dissociation thermique du gaz réactif sur les filaments réduisant leur durée de vie.

Afin de s'affranchir de ces désagréments, d'autres sources d'excitation du gaz furent développées. Différents auteurs rapportent l'utilisation d'une excitation radio-fréquence [25, 26, 27] mais de nouvelles contraintes apparurent. Par exemple, Schumacher *et al.* [25] ont montré l'apparition d'une différence de potentiel élevée entre le plasma et les parois. Ainsi, les ions accélérés dans la gaine viennent éroder l'enceinte, menant à une contamination du plasma par des espèces métalliques.

Par la suite, les premiers dispositifs d'excitation par résonance cyclotronique électronique (RCE) sont apparus. Il s'agit de coupler la fréquence d'une onde électromagnétique à la fréquence de rotation des électrons autour des lignes de champ magnétique. La résonance est atteinte lorsque les deux fréquences coïncident. Dans son référentiel, l'électron est soumis à un champ électrique constant et est donc continûment accéléré. La fréquence d'excitation la plus couramment utilisée est 2,45 GHz. Pour une telle fréquence, la RCE est atteinte pour une valeur de champ magnétique de 875 Gauss. Il existe un grand nombre de configurations de réacteur utilisant ce mode d'excitation des électrons. Le champ magnétique peut être produit à l'aide d'aimants permanents ou bien de bobines. Pichot *et al.* [28] reprirent la base du réacteur multipolaire à filaments, à savoir la piste magnétique, mais proposèrent de générer le plasma grâce au principe de la RCE. Dans cette nouvelle configuration, le champ magnétique doit non seulement pouvoir fournir le champ magnétique nécessaire au couplage RCE, en plus de son rôle de confinement des électrons primaires. Pour produire la RCE, une antenne micro-onde linéaire a été développées pour qu'elle puisse être placée au-dessus des aimants, sur toute sa longueur, au plus proche des zones où  $B = 875G$ . Ce nouveau design

de réacteur fut qualifié de source à résonance cyclotronique électronique répartie (RCER). Ce design permet de générer des plasmas homogènes, très denses ( $n_e \approx 10^{11-12} \text{cm}^{-3}$ ) malgré les très faibles pressions de travail ( $P = 10^{-5} - 10^{-3} \text{Torr}$ ).

Durant cette thèse, nous avons mené notre étude sur le transport et la formation de poussières dans un réacteur RCER. Avant de détailler les caractéristiques du réacteur, nous allons passer en revue les aspects théoriques associés aux plasmas multipolaires.

### 1.3. Aspects théoriques et expérimentaux des plasmas multipolaires

Le principal intérêt des décharges multipolaires est de produire des plasmas denses et homogènes. L'homogénéité du plasma est une propriété recherchée pour les procédés de gravure et de dépôt. Nous verrons plus loin que les mécanismes physiques à l'origine de l'homogénéité du plasma peuvent influencer le transport et la formation de nos poussières. Nous détaillons dans cette section les aspects théoriques permettant la description de ces plasmas.

#### 1.3.1. Homogénéité des plasmas

D'abord, considérons le cas d'un plasma où le libre parcours moyen entre les électrons et les neutres est inférieur aux dimensions caractéristiques de l'enceinte. Si l'on suppose que les recombinaisons en volume des ions sont négligeables devant les recombinaisons aux parois, il est alors possible de décrire le plasma par un modèle de diffusion ambipolaire. Un tel plasma est modélisé par les équations de conservation de la matière et de la quantité de mouvement:

$$\vec{\nabla} \cdot (n_\alpha \vec{v}_\alpha) = S_i \quad (1.3.1)$$

$$n_\alpha \vec{v}_\alpha = -D_{a,\alpha} \vec{\nabla} n_\alpha \quad (1.3.2)$$

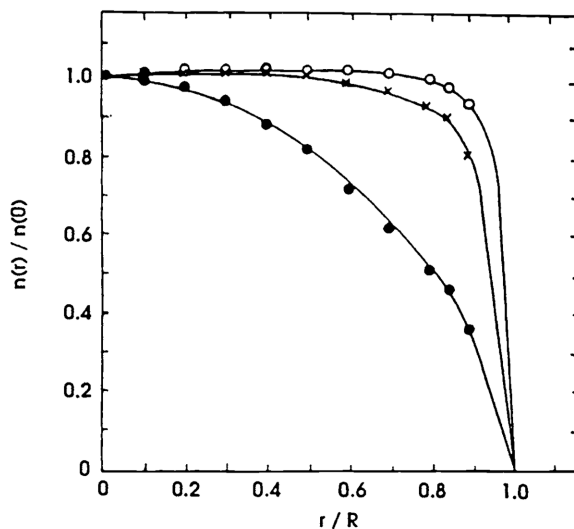
où  $n_\alpha$  et  $\vec{v}_\alpha$  sont respectivement la densité et la vitesse d'une espèce  $\alpha$  du plasma,  $D_{a,\alpha}$  le coefficient de diffusion ambipolaire et  $S_i$  le taux d'ionisation. Le gradient de densité évacue le plasma généré dans le volume par diffusion, en direction des parois.

Un plasma est considéré homogène lorsqu'il n'y a pas de variation de la densité dans le volume, c'est-à-dire:  $\vec{\nabla} n_\alpha = 0$ . Lorsque nous reportons cette condition dans l'équation 1.3.2, il en résulte que  $\vec{v}_\alpha = 0$  puisque la densité est non nulle. En introduisant ce résultat

dans l'équation 1.3.1, nous déduisons que la condition nécessaire à l'obtention d'un plasma homogène est que le terme source  $S_i$  soit nul. Donc, pour qu'un plasma multipolaire soit homogène dans le volume, il est nécessaire que l'ionisation s'effectue en périphérie du plasma.

### 1.3.2. Ionisation périphérique dans les décharges multipolaires

L'homogénéité du plasma dans les décharges multipolaires a été étudiée expérimentalement par MacKenzie et Limpaecher [23]. Ces derniers montrent que l'homogénéité s'installe graduellement lorsque la pression du gaz diminue. Cependant, en diminuant la pression, le libre parcours moyen des électrons primaires émis par les filaments augmente. Matthieusent et Gauthereau ont mesuré les profils de densité plasma dans une décharge multipolaire d'un mètre de long et de 50 cm de rayon pour différentes pressions. Ils montrent que l'homogénéité du plasma est atteinte en dessous de  $5 \cdot 10^{-4}$  Torr. Les mesures radiales de densités sont représentées sur la figure 1.6. Nous constatons que lorsque la pression diminue, la zone d'homogénéité du plasma s'étend du centre de la décharge vers les parois. Nous avons vu plus haut que l'homogénéité du plasma ne peut s'obtenir que lorsque l'ionisation du plasma s'effectue sur sa périphérie.



**Fig. 1.6.** Profil radial normalisé de densité dans un plasma multipolaire à filament, pour différentes pressions d'argon:  $5 \cdot 10^{-4}$  (ronds blancs),  $10^{-3}$  (croix) et  $8 \cdot 10^{-3}$  (ronds pleins) Torr

Dans les plasmas multipolaires à filament, les électrons primaires, dont l'énergie  $E_p \geq 50\text{eV}$ , sont responsables de l'ionisation du gaz. Or, lorsque que l'on calcule le libre parcours moyen aux pressions suivantes  $5 \cdot 10^{-4}$ ,  $10^{-3}$  et  $8 \cdot 10^{-3}$  Torr, on obtient respectivement 2,3m,



1,15m et 0,15m. Cela montre que les électrons primaires doivent nécessairement rester piégés par le champ magnétique (c'est-à-dire subir peu de collisions) pour assurer l'ionisation périphérique et ainsi générer un plasma homogène. Le confinement des électrons primaires fut étudié théoriquement et numériquement par Gauthereau et Matthieussent [29]. La complexité du champ magnétique ne permet pas une résolution analytique des équations du mouvement d'une particule chargée. Néanmoins, il est possible d'utiliser des invariants du mouvement afin de mettre en évidence des zones de confinement des électrons primaires.

### 1.3.3. Invariants du mouvement et confinement des électrons primaires

Pour être efficacement confinés, les électrons primaires doivent respecter deux invariants du mouvement [29]: la conservation de l'énergie cinétique et la conservation du moment cinétique. Si ces invariants sont satisfaits, alors on peut montrer que les électrons peuvent être confinés dans un intervalle de ligne de champ bien défini. Mais d'abord, nous devons simplifier le problème en considérant que le champ magnétique est défini dans un plan (x,y). Si l'on décrit le champ magnétique à l'aide du potentiel vecteur  $\vec{B} = \text{rot}\vec{A}$ , alors le champ magnétique ne dépend plus que d'une fonction  $A_z(x,y)$ . D'après Koch *et al.* [30] le champ magnétique peut alors s'écrire de la façon suivante:

$$B_x = \frac{B_0 d}{\pi} \frac{\partial \lambda_b}{\partial y} \quad (1.3.3)$$

et

$$B_y = -\frac{B_0 d}{\pi} \frac{\partial \lambda_b}{\partial x} \quad (1.3.4)$$

où  $B_0$  est une constante associée à la configuration des aimants ainsi qu'à l'intensité du champ magnétique à leur surface,  $d$  est la distance inter-aimant et  $\lambda_b(x,y)$  est le potentiel vecteur réduit. À chaque  $\lambda_b = \text{cste}$  est associé une ligne de champ magnétique. Nous voulons déterminer quelles sont les lignes de champs maximum  $\lambda_{bM}$  et minimum  $\lambda_{bm}$  entre lesquelles un électron est confiné. Pour montrer cela, nous écrivons l'équation du mouvement d'un électron en présence du champ magnétique:

$$m_e \frac{d\vec{v}}{dt} = e\vec{v} \times \vec{B} \quad (1.3.5)$$

où  $m_e$ ,  $e$ ,  $\vec{v}$  et  $\vec{B}$  sont respectivement la masse, la charge et la vitesse de l'électron ainsi que le champ magnétique. Si l'on s'intéresse à la composante suivant  $z$  de l'équation du mouvement on a:

$$m_e \frac{dv_z}{dt} = -e(v_x B_y - v_y B_x) \quad (1.3.6)$$

En injectant 1.3.3 et 1.3.4 dans l'équation précédente nous obtenons:

$$m_e \frac{dv_z}{dt} = \frac{eB_0 d}{\pi} \frac{d\lambda_b}{dt} \quad (1.3.7)$$

Par intégration nous obtenons l'invariant de la quantité de mouvement:

$$p_z = m_e v_z - \frac{eB_0 d}{\pi} \lambda_b(x,y) \quad (1.3.8)$$

Où  $p_z$  représente la quantité de mouvement des électrons primaires sur l'axe  $z$ . L'autre invariant se déduit de la conservation de l'énergie cinétique:

$$E_p = \frac{1}{2} m_e v^2 \quad (1.3.9)$$

Avec  $v = \sqrt{v_x^2 + v_y^2 + v_z^2}$ . Nous pouvons déduire de la conservation de l'énergie cinétique l'inégalité  $v_z^2 \leq v^2$ . Si l'on reporte cette inégalité dans l'équation 1.3.8, nous obtenons:

$$\left( \frac{p_z}{m_e} + \frac{v\lambda}{\lambda_{b0}} \right)^2 \leq v^2 \quad (1.3.10)$$

Où  $\lambda_{b0} = \frac{\pi m_e v}{e B_0 d}$  est une ligne de champ réduite. Cette inégalité peut se réécrire de la façon suivante:

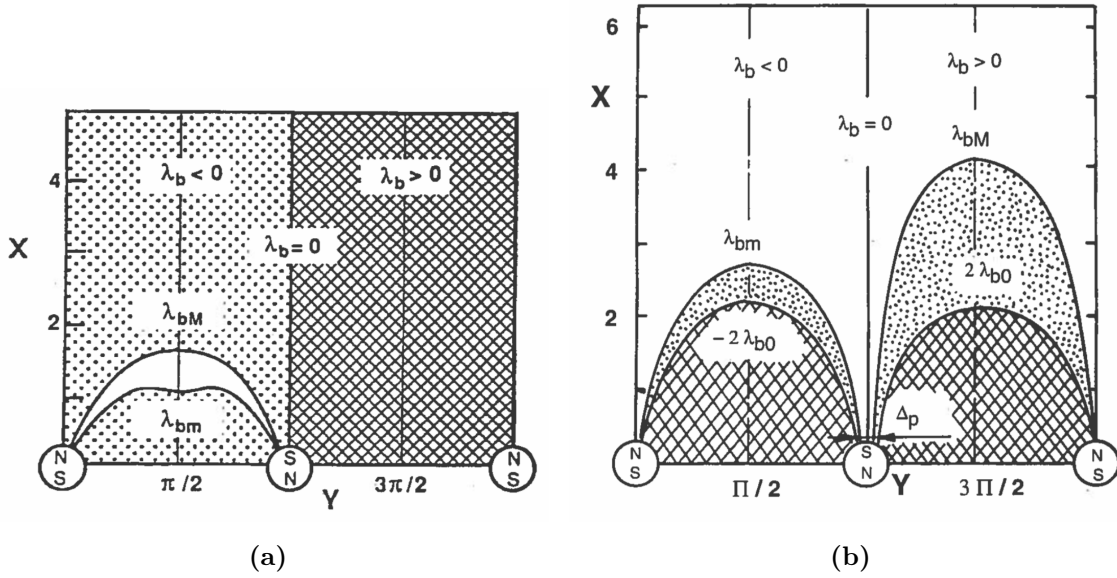
$$\lambda_{bm} \leq \lambda \leq \lambda_{bM} \quad (1.3.11)$$

Avec

$$\lambda_{bm} = -\lambda_{b0} \left( \frac{p_z}{m_e v} - 1 \right) \quad (1.3.12)$$

et

$$\lambda_{bM} = -\lambda_{b0} \left( \frac{p_z}{m_e v} + 1 \right) \quad (1.3.13)$$



**Fig. 1.7.** Représentation des domaines accessibles (zones blanches) aux électrons piégés (a) et aux électrons libres (b). (a) Les régions en pointillés et hachurés correspondent à  $\lambda_{bm}$ ,  $\lambda_{bM} < 0$  et  $\lambda_{bm}$ ,  $\lambda_{bM} > 0$  respectivement. (b) Les régions en pointillés sont les domaines non accessibles aux électrons primaires de vitesse  $v$  et de moment  $p_z$ . Les régions hachurées représentent les domaines interdits à tous les électrons primaires provenant de la région faiblement magnétisée du plasma [8].

L'inégalité 1.3.10 caractérise le mouvement des électrons primaires ayant une vitesse initiale  $v$ . Ceux-ci se retrouvent confinés entre les lignes de champ magnétique réduites  $\lambda_{bm}$  et  $\lambda_{bM}$ , dans une configuration multipolaire.

À l'aide de l'inégalité nous pouvons définir les zones accessibles aux électrons primaires en fonction de leur vitesse  $v$  et de leur moment  $p_z$ . Deux exemples types sont schématisés sur la figure 1.7:

- La figure 1.7a montre le cas où un électron primaire de vitesse  $v$  et de quantité de mouvement  $p_z$  satisfait l'inégalité  $p_z/m_e v > 1$ . Les électrons primaires se retrouvent alors piégés entre les lignes de champ  $\lambda_{bm}$  et  $\lambda_{bM}$ .
- La figure 1.7b montre le cas où un électron primaire de vitesse  $v$  et de moment  $p_z$  satisfait l'inégalité  $|p_z|/m_e v < 1$ . Dans ce cas, les valeurs  $\lambda_{bm}$  et  $\lambda_{bM}$  sont de signes opposés. L'électron primaire peut uniquement se déplacer dans le domaine ouvert (zone blanche). Les régions en pointillés sont les domaines non accessibles aux électrons primaires de vitesse  $v$  et de la quantité de mouvement  $p_z$ . Enfin les

régions hachurées correspondent à des régions interdites à tous les électrons primaires provenant de la partie faiblement magnétisée du plasma. Ainsi, les électrons primaires se dirigeant vers l'aimant central seront réfléchis ou alors, s'ils sont suffisamment énergétiques, ils atteindront la paroi au travers de la largeur de fuite  $\Delta p$ .

Pour résumer, en fonction de leur vitesse et de leur quantité de mouvement suivant  $z$ , les électrons primaires sont soit piégés dans le champ magnétique soit "libres" et se perdent sur les parois du réacteur. L'unique façon de changer de domaine est de transgresser les invariants, c'est-à-dire lors d'une collision, en présence d'un fort champ électrique ou encore en présence d'instabilités [31]. Dans la suite de ce manuscrit, nous appellerons "électrons piégés" ou "confinés" tout électron vérifiant l'inégalité  $|p_z|/m_e v > 1$ .

#### 1.3.4. Invariant adiabatique: le moment magnétique

Nous avons vu que les constantes du mouvement permettent de décrire les zones de confinements des électrons primaires. Cependant, il existe d'autres invariants liés aux confinement des électrons. Ces derniers vont nous permettre d'expliquer plus finement le comportement des électrons primaires confinés.

Lorsque la longueur caractéristique des inhomogénéités du champ  $\vec{B}$  est grande devant le rayon de Larmor des électrons, il est possible de négliger le mouvement de rotation de l'électron perpendiculairement à une certaine ligne du champ  $\vec{B}$  [9, 29]. On ne s'intéresse alors qu'au mouvement d'un point fictif: le "centre guide". La position du centre guide peut alors varier dans l'espace et le temps. La notion de centre guide sous-entend que l'électron conserve un mouvement quasi-périodique dans le plan perpendiculaire à  $\vec{B}$  autour d'une même ligne de champ. Pour que l'approximation du centre guide soit vérifiée, il existe alors des quantités qui doivent se conserver: les "invariants adiabatiques".

Le premier invariant adiabatique est le moment magnétique  $\mu$ . Dans le cas d'un électron magnétisé, dans l'approximation de centre guide, le moment magnétique se définit par un anneau de courant  $I = eN_{t/s}$  formant une surface circulaire  $S = \pi R_L^2$ , où  $N_{t/s}$  et  $R_L$  sont le nombre de tours par seconde que l'électron effectue autour de  $\vec{B}$  et son rayon de Larmor respectivement.  $N_{t/s}$  étant équivalent à la fréquence cyclotronique électronique, nous pouvons écrire que  $N_{t/s} = \omega_{ce}/2\pi$ . Sans tenir compte du signe de la charge nous pouvons écrire le moment magnétique de la façon suivante:

$$|\mu| = \pi R_L^2 \frac{e\omega_{ce}}{2\pi} \quad (1.3.14)$$

Or, le rayon de Larmor est défini par  $R_L = v_{\perp}/\omega_{ce}$ , nous en déduisons:

$$|\mu| = \frac{ev_{\perp}^2}{|\omega_{ce}|} = \frac{E_{c,\perp}}{B} \quad (1.3.15)$$

Où  $E_{c,\perp}$  est la projection de l'énergie cinétique de l'électron dans le plan perpendiculaire à  $\vec{B}$ . Le moment magnétique joue un rôle important dans le confinement des électrons au niveau des cusps. La conservation du moment magnétique permet de comprendre "l'effet miroir". Lorsque des électrons se dirigent vers l'aimant, ces derniers subissent une "force fictive" de freinage qui peut les renvoyer dans la direction opposée. Pour décrire simplement ce phénomène au niveau des cusps, nous imposons que l'intensité de  $\vec{B}$  augmente, que les lignes de  $\vec{B}$  se concentrent et qu'elles deviennent quasi-parallèles. Ainsi, le gradient de  $B$  varie principalement dans la direction de  $\vec{B}$ . Cette "force" s'écrit de la façon suivante [10]:

$$F = m_e \frac{dv_{\parallel}}{dt} = \mu \frac{dB}{ds} \quad (1.3.16)$$

Où  $s$  représente la coordonnée curviligne associée à une ligne de champ de  $\vec{B}$ . À partir de la conservation de l'énergie cinétique, nous pouvons expliquer l'implication physique de la conservation du moment magnétique. La conservation de l'énergie cinétique s'écrit:

$$E_c = E_{\parallel} + E_{\perp} = \text{cste} \quad (1.3.17)$$

En dérivant cette expression nous obtenons:

$$dE_{\parallel} = -dE_{\perp} \quad (1.3.18)$$

À partir de l'équation 1.3.16, et le fait que la quantité de travail effectuée par l'électron s'effectue parallèlement à  $\vec{B}$ , nous pouvons écrire:

$$Fds = dE_{\parallel} = -\mu dB \quad (1.3.19)$$

Or, en injectant 1.3.18 dans l'équation précédente et sachant que  $|\mu| = E_{c,\perp}/B$ , nous pouvons déduire la relation suivante:

$$\frac{dE_{c,\perp}}{dB} = \frac{E_{c,\perp}}{B} \equiv \mu \quad (1.3.20)$$

L'égalité 1.3.20 nous montre que si un électron "voit" l'intensité de  $\vec{B}$  augmenter, alors  $E_{c,\perp}$  doit nécessairement augmenter pour que  $\mu$  reste constant. Autrement dit, la pulsation  $\omega_{ce}$  de l'électron augmente, ce qui se traduit par une augmentation de  $v_{\perp}$ . La conservation de l'énergie cinétique impose alors une diminution de la composante  $v_{\parallel}$ . Si l'intensité de  $\vec{B}$  augmente suffisamment, alors la vitesse totale de l'électron devient  $v = v_{\perp}$ . L'électron ne peut plus se déplacer en direction de l'aimant, celui-ci ne peut que faire demi-tour pour ne pas transgresser la conservation de l'énergie cinétique.

Donc, si l'approximation adiabatique est vérifiée, l'électron piégé effectue des aller-retours entre chaque pôle magnétique autour de la même ligne de champ magnétique. Si l'on connaît les positions des points miroirs au-dessus de chaque aimant, il est possible d'exprimer le deuxième invariant. Celui-ci est appelé "invariant longitudinal" et s'exprime de la façon suivante [9, 32]:

$$J = \int v_{\parallel}(s) ds \quad (1.3.21)$$

L'intégrale s'effectue sur un aller entre les deux points miroir. Ici,  $ds$  représente un élément du chemin suivi par l'électron.

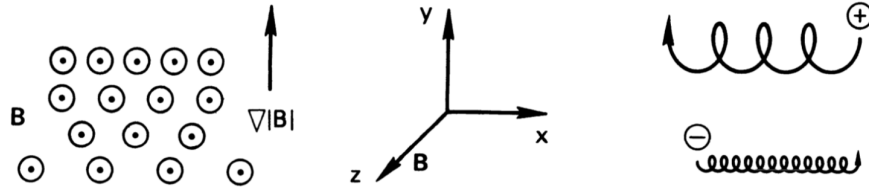
### 1.3.5. Dérives de centre guides

Dans la partie précédente, nous avons vu comment, sous certaines conditions (invariants du mouvement et adiabatique), les électrons peuvent rester indéfiniment confinés dans le champ magnétique en effectuant des "rebonds" entre chaque aimant. Cependant, nous n'avons pas discuté des effets de l'inhomogénéité du champ magnétique et de la présence d'un champ électrique  $\vec{E}$  sur la trajectoire des électrons. En effet, différents auteurs mettent en évidence la présence d'un champ  $\vec{E}$  dans la zone de confinement magnétique de l'ordre de 50V/m [8, 29]. La présence d'un champ  $\vec{E}$  et l'inhomogénéité de  $\vec{B}$  peuvent produire ce que l'on appelle des dérives de "centre guide".

Comme leur nom l'indique, ces dérives se produisent dans le cadre de l'approximation de centre guide. L'estimation des vitesses de dérives est valable uniquement lorsque les approximations adiabatiques sont vérifiées.

• La dérive magnétique

Imaginons le cas d'un champ magnétique où  $\vec{B} = B_z \cdot \vec{e}_z$  et dont l'intensité augmente suivant y. Si l'on se représente le mouvement d'un électron dans ce champ  $\vec{B}$ , avec une vitesse initiale  $v_0 = v_0 \cdot \vec{e}_y$  dirigée vers les y positifs, nous pouvons anticiper le comportement de ce dernier. En effet, dans sa phase ascendante, l'électron "voit" l'intensité du champ magnétique augmenter, puis diminuer dans sa phase descendante. Son rayon de Larmor est alors minimum et maximum en haut et en bas de l'orbite respectivement. Il en résulte un décalage du centre guide dans les directions perpendiculaires à  $\vec{B}$  et  $\vec{\nabla}B$ . Comme le sens de rotation de l'électron autour de  $\vec{B}$  dépend de sa charge, le sens de la dérive l'est également. Nous en déduisons qu'une charge positive dérive dans la direction opposée à celle d'une charge négative.



**Fig. 1.8.** Représentation schématique de la dérive d'espèces chargées en présence d'un gradient du champ magnétique [9].

Le principe de la dérive magnétique associée au gradient d'un champ magnétique est représenté sur la figure 1.8. La vitesse de dérive peut s'estimer par l'expression suivante:

$$\vec{v}_{\nabla B} = \pm \frac{\mu}{e} \frac{\vec{B} \times \vec{\nabla} B}{B^2} \quad (1.3.22)$$

Le signe  $\pm$  est lié au signe de la charge  $e$ . On remarque que l'estimation de la dérive est associée au moment magnétique  $\mu$ .

Dans le cas d'un champ magnétique multipolaire, les lignes de champ sont courbées. Les électrons confinés vont donc subir une force centrifuge, les entraînant dans la direction opposée au rayon de courbure. L'expression de cette vitesse de dérive s'exprime [10]:

$$\vec{v}_{R_c} = \pm \frac{m_{e(i)} v_{\parallel}^2}{e B^2} \frac{\vec{R}_c \times \vec{B}}{R_c^2} \quad (1.3.23)$$

Où  $\pm$  représente le signe de la charge de la particule et  $R_c$  le rayon de courbure local du champ magnétique. Dans le cas d'un champ magnétique multipolaire, nous retrouvons la configuration d'un champ magnétique non uniforme, dont les lignes de champ sont courbes, donc la vitesse de dérive magnétique  $v_B$  est la somme de  $v_{R_c}$  et  $v_{\nabla B}$ .

**Remarque:** Nous avons présenté les dérives magnétiques pour les électrons. Les ions peuvent aussi subir ces dérives, à condition qu'ils respectent les invariants du mouvement.

- **La dérive électrique**

La présence d'un champ électrique  $\vec{E}$  peut aussi entraîner la dérive d'espèces chargées. Si l'on écrit l'équation du mouvement d'une particule chargée dans un champ  $\vec{E}$  et  $\vec{B}$  uniforme, orienté de façon quelconque, on obtient:

$$m \frac{d\vec{v}}{dt} = \pm e \vec{E} \pm e (\vec{v} \times \vec{B}) \quad (1.3.24)$$

Comme le système d'équation est linéaire, la solution générale est donc la somme d'une solution périodique et d'une constante. En effet, nous pouvons nous affranchir du terme  $\frac{d\vec{v}}{dt}$ , puisque cela nous donnera la solution périodique du mouvement (rotation autour de  $\vec{B}$ ). L'équation devient alors:

$$\vec{E} + \vec{v} \times \vec{B} = 0; \quad (1.3.25)$$

Si l'on effectue le produit vectoriel de  $\vec{B}$  avec l'équation précédente nous obtenons:

$$\vec{E} \times \vec{B} = \vec{B} \times (\vec{v} \times \vec{B}) = v B^2 - \vec{B} (\vec{v} \cdot \vec{B}); \quad (1.3.26)$$

Si l'on ne tient compte uniquement des directions perpendiculaires à  $\vec{B}$ , nous obtenons la vitesse de dérive électrique:

$$\vec{v}_{E \times B} = \frac{\vec{E} \times \vec{B}}{B^2} \quad (1.3.27)$$

La propriété remarquable de cette dérive est qu'elle ne dépend pas du signe de la charge des particules. Ainsi, les ions et les électrons vont dériver dans la même direction.



## 1.4. Conclusion du chapitre

Dans cette partie, nous avons passé en revue l'histoire des décharges multipolaires, des premiers concepts jusqu'aux réacteurs RECR. Nous avons ensuite abordé certains aspects théoriques de ces décharges. Nous constatons que l'homogénéité de ces plasmas ne peut se produire que lorsque l'ionisation du gaz s'effectue en périphérie du réacteur. Pour ce faire, les électrons primaires du plasma sont confinés dans le champ magnétique. Ces derniers effectuent des allers-retours entre chaque aimant jusqu'à ce qu'ils entrent en collision avec un atome (ou une molécule) du gaz. Le confinement des espèces chargées du plasma n'est possible que si celles-ci respectent deux invariants du mouvement (conservation de l'énergie cinétique et de la quantité de mouvement) et deux invariants adiabatiques (moment magnétique et invariant longitudinal). Lorsque les invariants adiabatiques sont conservés, nous pouvons décrire la trajectoire des électrons par l'approximation du centre guide. Sous certaines conditions, le centre guide peut dériver. Nous nous sommes intéressés aux dérives de centre guide les plus couramment observées dans ce type de décharge: la dérive liée au gradient et à la courbure du champ magnétique et la dérive liée à la présence d'un champ électrique perpendiculaire.



# Chapitre 2

---

## Matériel et méthodes

Dans ce chapitre nous allons décrire l'ensemble du dispositif expérimental utilisé durant cette thèse. Nous détaillons les caractéristiques du réacteur: les caractéristiques de l'enceinte, des aimants, la source plasma (générateur et antenne), le système d'injection et de pompage du gaz et enfin la procédure expérimentale en acétylène et le nettoyage du réacteur. Le dispositif expérimental comprend également les différents diagnostics employés: sondes électrostatiques (sonde de Langmuir et sonde de flux en volume et aux parois) pour la caractérisation des propriétés du plasma, et imagerie rapide pour l'étude du transport des poussières.

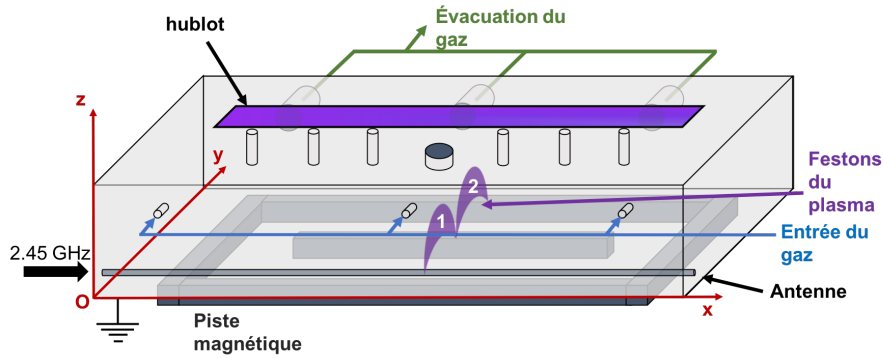
### 2.1. Réacteur RCER

Dans les travaux de thèse présentés ici, les expériences sont menées dans un réacteur à résonance cyclotronique électronique répartie (RCER) [33, 28]. Cette technique d'excitation du plasma est basée sur deux idées: (1) le champ magnétique servant initialement uniquement au confinement des électrons sert à fournir le champ magnétique de 875G nécessaire au chauffage RCE; (2) La puissance micro-onde est fournie au plasma par le biais d'une antenne linéaire placée au-dessus et le long de l'aimant périphérique, à proximité de la ligne de champ  $B = 875\text{G}$ . Ce réacteur est plan et est similaire à celui utilisé durant la thèse de T. Lagarde [8] et de L. Mage [34].

#### 2.1.1. Corps du réacteur

L'enceinte du réacteur se présente sous une forme parallélépipédique rectangle en acier inoxydable. Ses dimensions intérieures sont de 110 cm (axe x) x 16 cm (axe y) x 12 cm (axe z). Le réacteur RCER est représenté sur la figure 2.1. L'injection des gaz se fait sur la

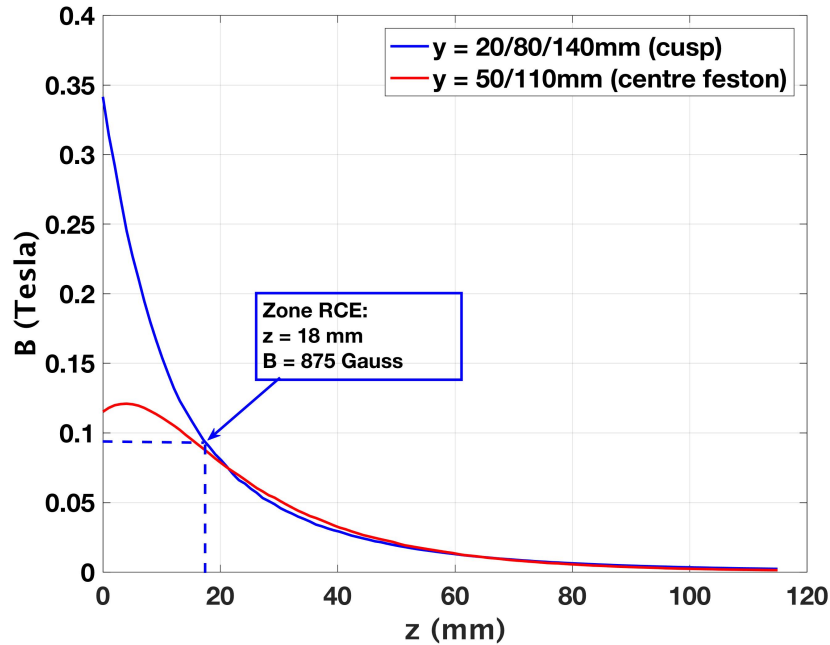
façade localisée en  $y = 0$  dans le plan  $Oxz$  et l'évacuation se fait sur la façade opposée en  $y = 16$  cm. Sous la cuve du réacteur est fixée une piste magnétique en samarium-cobalt dont l'aimant central est polarisé face sud vers le haut et l'aimant périphérique face nord. Selon l'axe  $x$ , le champ magnétique est invariant, à l'exception des deux extrémités ( $x < 20$  cm et  $x > 90$  cm) où la fermeture de la piste magnétique forme ce que l'on appellera tout au long de ce manuscrit, les "virages magnétiques". Le champ magnétique a été modélisé à l'aide du logiciel de simulation multiphysique COMSOL®.



**Fig. 2.1.** Schéma du réacteur RCER.

Dans le plan  $(y,z)$  (voir figure 2.1) la topographie du champ magnétique comprend:

- Les cusps, situés au-dessus des aimants ( $y = 2, 8$  et  $14$  cm) où les lignes de champ magnétique  $B$  convergent à l'intérieur ou divergent à l'extérieur des pôles magnétiques. Suivant l'axe  $z$ , l'intensité du champ décroît de façon exponentielle à partir de la surface de l'aimant où  $B = 3300$  Gauss à  $z = 0$  comme le montre la figure 2.2. On voit apparaître la zone RCE à la position  $z = 18$  mm au dessus du centre des aimants.
- Les festons situés entre les deux aimants. Ces régions délimitent visuellement le plasma. Au centre des festons ( $y = 5$ cm et  $y = 11$ cm), le champ magnétique atteint une valeur maximale à  $z = 0,5$  cm et décroît de part et d'autre comme nous pouvons le voir sur la figure 2.2. À  $z = 3$  cm, la valeur du champ magnétique est d'environ 530 Gauss. Dans la suite de ce manuscrit, nous appellerons feston 1 et feston 2 respectivement la zone du plasma générée du côté de l'antenne micro-onde, et de la post-décharge du côté de l'évacuation des gaz. Durant cette étude, seul le feston 1 est étudié.



**Fig. 2.2.** Intensité du champ magnétique au dessus des cusps (courbe bleue) et au milieu des festons (courbe rouge) modelisé à partir de COMSOL®.

Le réacteur comporte un hublot rectangulaire sur son capot supérieur. Celui-ci mesure 91 cm suivant l'axe x et est positionné en  $4,5 < y < 7$  cm du côté du premier feston. Cette fenêtre permet d'observer le plasma entre les aimants. Enfin, plusieurs accès sont placés sur la cuve ainsi que sur le capot. Ce sont ces accès qui permettent d'effectuer les mesures de sonde de Langmuir, de sonde de Mach et de spectroscopie optique d'émission.

### 2.1.2. Système d'injection et de pompage du gaz

Le pompage de l'enceinte s'effectue en deux temps: (1) une pompe primaire (pompe à palette) permet d'atteindre un vide primaire d'environ  $10^{-3}$  Torr; (2) une pompe turbomoléculaire montées en série permet d'atteindre un vide limite de l'ordre de  $10^{-6}$  Torr ( $1,33 \times 10^{-4}$  Pa).

Comme nous l'avons vu précédemment sur la figure 2.1, l'injection des gaz s'effectue sur la face avant du réacteur. Trois lignes de gaz sont reliées à l'enceinte dont: une ligne de gaz rare (argon ou hélium), une ligne d'acétylène et une ligne de dioxygène. Les débits du dioxygène et d'acétylène sont chacun régulés par des débitmètres massiques (MYKROLIS

FC 2900V 20 sccm et MKS 1259C 10 sccm) pilotés par un contrôleur de débit (TYLAN RO-28). L'argon ou l'hélium sont introduits dans la cuve par le biais d'une vanne manuelle.

La mesure de la pression s'effectue à l'aide de trois jauges: pirani, cathode froide et capacitive. Les jauges pirani et à cathode froide sont intégrées dans un même boîtier (ADIXEN ACC2009). La jauge pirani nous donne une lecture de la pression tant que la pression reste supérieure  $10^{-3}$  Torr, en-dessous la jauge à cathode froide prend le relais. La pression de travail du gaz est contrôlée à l'aide d'une jauge capacitive (MKS BARATRON 127AA).

### 2.1.3. Source plasma

Tout au long de cette étude, nous utilisons une source plasma micro-onde à 2,45 GHz. La source plasma comprend trois éléments: le générateur micro-onde, le triple stub tuner et l'antenne. Les micro-ondes sont produites par un générateur à état solide (SAIREM GMS 200W). Celui-ci permet de délivrer une puissance maximale de 200W. Les particularités de ce type de générateur sont la stabilité de la puissance délivrée, le réglage de la fréquence d'excitation, ainsi que l'étalement de la largeur à mi-hauteur du spectre en fréquence. Pour optimiser le transfert de puissance micro-onde au plasma et limiter la puissance réfléchie vers le générateur, un coupleur bidirectionnel et un triple stub tuner sont placés entre l'antenne micro-onde et la ligne coaxiale. Nous mesurons la puissance réfléchie et incidente à l'aide d'un coupleur bidirectionnel sur lequel sont branchées deux sondes de puissance (TTi Satori ST series). Le coupleur prélève un signal  $1/1000^{\text{ème}}$  de la puissance incidente et réfléchie qui est transmis vers les sondes de puissance. Cela permet de mesurer puis de maximiser la puissance incidente et minimiser la puissance réfléchie. Enfin, la puissance micro-onde est transmise au plasma par le biais d'une antenne de longueur équivalente à la longueur du réacteur (110 cm). Celle-ci est placée en  $y = 2$  cm et  $z = 1$  cm, c'est-à-dire au-dessus de l'aimant périphérique juste en dessous de la zone RCE où  $B = 875$  Gauss.

Dans un plasma hors-équilibre, le transfert de puissance s'effectue par le biais des électrons. Les électrons accélérés transfèrent une partie de leur énergie lors des collisions effectuées avec le gaz environnant. Cependant, pour des régimes de pression suffisamment bas, la fréquence de collisions électron-neutre devient très inférieure à la fréquence du champ électromagnétique exciteur. Les électrons sont donc perdus aux parois avant d'avoir pu transférer leur énergie au gaz.

Pour transférer la puissance malgré la faible probabilité de collision, une solution consiste à ajouter un champ magnétique. La force de Lorentz engendre un mouvement hélicoïdal des électrons autour des lignes de champ magnétique, appelé mouvement cyclotron, et donc un confinement perpendiculairement à celui-ci. Le mouvement de gyration cyclotronique s'effectue à une certaine fréquence dite cyclotronique. Le plus souvent, on se réfère à la pulsation cyclotronique qui s'écrit  $\omega_{ce} = eB/m_e$ . Si l'on veut décrire le transfert de puissance simplement dans un plasma collisionnel magnétisé, il suffit d'ajouter la contribution du champ magnétique dans l'équation de transport de la quantité de mouvement:

$$m_e \frac{\partial \vec{v}}{\partial t} = -e[\vec{E} + \vec{v} \wedge \vec{B}] - m_e \nu \vec{v} \quad (2.1.1)$$

Où  $\nu$  et  $m_e$  représentent respectivement la fréquence de collision et la masse des électrons. On suppose un champ uniforme  $\vec{B} = B\vec{z}$ , en considérant que le champ électrique haute fréquence s'écrit  $\vec{E} = E_0 e^{i\omega t} \vec{e}_y$  et que la vitesse des électrons est en phase avec le champ électrique, ces deux composantes s'écrivent:

$$v_x = v_{0x} e^{i\omega t} \quad (2.1.2)$$

$$v_y = v_{0y} e^{i\omega t} \quad (2.1.3)$$

En injectant 2.1.2 et 2.1.3, dans 2.1.1, on peut isoler la composante  $v_y$  puisqu'elle est influencée par le champ  $\vec{E}$  dirigé suivant  $y$ . Sachant que la densité de courant électronique est donné par

$$\vec{J} = -en v_y \vec{e}_y \quad (2.1.4)$$

Et que la puissance absorbée par unité de volume se calcule de la façon suivante:

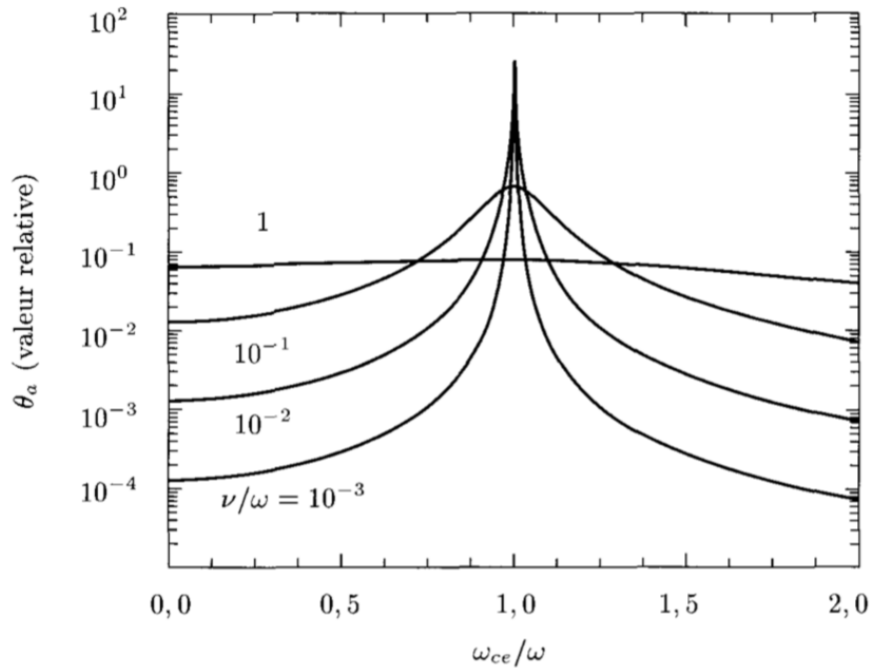
$$P_a = \frac{1}{2} \Re(\vec{J} \cdot \vec{E}^*) \quad (2.1.5)$$

Il en résulte alors que [10]:

$$P_a = \frac{e^2 n E_0^2}{4\nu m_e} \left[ \frac{\nu^2}{(\omega + \omega_{ce})^2 + \nu^2} + \frac{\nu^2}{(\omega - \omega_{ce})^2 + \nu^2} \right] \quad (2.1.6)$$

Où  $n$  est la densité électronique. Pour interpréter simplement l'équation 2.1.6, nous pouvons décomposer le champ électrique oscillant en une onde circulaire droite  $E_d$  et circulaire gauche

$E_g$  de même amplitude et constante. L'orientation de  $\vec{E}$  par rapport à  $\vec{B}$  fait que  $E_d$  (terme de droite) et  $E_g$  (terme de gauche) tournent autour de  $\vec{B}$ . L'électron subissant la force de Lorentz effectue son mouvement hélicoïdal vers la droite (suivant la direction de  $\vec{B}$ ). Entre deux collisions, dans son référentiel, celui-ci voit  $E_d$  osciller à une fréquence inférieure  $\omega - \omega_{ce}$  et  $E_g$  osciller à une fréquence supérieure  $\omega + \omega_{ce}$ . D'après l'équation 2.1.6, lorsque  $\omega = \omega_{ce}$ , la composante circulaire droite  $E_d$  fait augmenter significativement la puissance reçue par l'électron par rapport à la composante  $E_g$ . Il est à noter que le terme de collision bien que très inférieur à  $\omega_{ce}$  empêche l'apparition d'une singularité.



**Fig. 2.3.** Évolution de la puissance absorbée par électron ( $\theta_a = P_a/n$ ) pour différents  $\nu/\omega$  en fonction de  $\omega_{ce}/\omega$  d'après l'équation 2.1.6, [10].

La figure 2.3 montre l'évolution de la puissance absorbée par électron  $\theta_a = P_a/n$ , avec  $n$  la densité électronique, en fonction du rapport de la fréquence de collision sur celle de l'onde excitatrice. On voit que la puissance transmise est maximale pour  $\omega = \omega_{ce}$ . De plus, on observe que plus la fréquence de collision est élevée, plus la puissance transmise est faible à  $\omega = \omega_{ce}$ . Cela s'explique simplement par le fait que l'électron n'a pas le temps d'être suffisamment accéléré qu'il a déjà cédé une partie de son énergie par collision.



### 2.1.4. Procédure expérimentale associée au plasma d'acétylène

Durant cette étude, nous générons des poussières à partir d'un plasma d'acétylène. Pour chaque expérience le débit est fixé pour travailler à une pression de 0,6m Torr. Lors d'un plasma d'acétylène, le gaz est décomposé en de nombreuses espèces réactives. Celles-ci peuvent s'associer en volume formant des poussières ou bien se déposer aux parois. Il en résulte un dépôt sur les parois. Ainsi, afin de partir de conditions identiques et contrôlées, une procédure de nettoyage a été mise en place. Si le plasma est généré plus de 15 minutes, un premier nettoyage manuel doit être effectué, à l'aide d'un grattoir et d'éthanol. Pour supprimer les dépôts résiduels, un plasma de dioxygène est effectué. Nous effectuons le suivi du nettoyage par spectroscopie d'émission optique. Le réacteur est considéré comme propre lorsque l'on observe la disparition de la raie H- $\alpha$  ( $\lambda = 656$  nm) de l'hydrogène atomique et une stabilisation de la raie d'oxygène atomique  $\lambda = 777$  nm. Enfin, nous amorçons un plasma d'argon pour faire désorber l'oxygène restant sur les parois. Nous arrêtons le plasma lorsque les raies d'oxygène atomique ont disparu et que les raies d'argon sont stables au cours du temps.

## 2.2. Outils de caractérisation

Dans cette section, nous allons présenter les différentes techniques utilisées afin d'obtenir des informations sur les propriétés du plasma ainsi que sur celles des poussières. Nous allons ici nous attacher à décrire les principes de fonctionnement de chaque diagnostic ainsi que certains aspects théoriques associés.

### 2.2.1. Les sondes électrostatiques

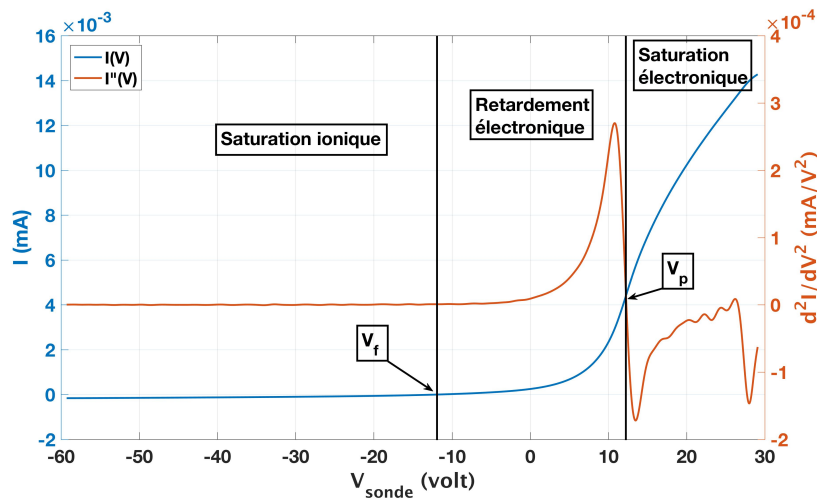
#### 2.2.1.1. La sonde de Langmuir

Dans les plasmas basse pression de laboratoire, les sondes de Langmuir sont souvent utilisées pour déterminer un grand nombre de paramètres du plasma: les potentiels plasma et flottant, respectivement  $V_p$  et  $V_f$ , la densité ionique  $n_i$ , la densité électronique  $n_e$ , la température électronique  $T_e$ . La sonde de Langmuir consiste en une électrode immergée dans le plasma. La géométrie de l'électrode peut-être plane, cylindrique ou sphérique. Nous utilisons dans notre étude la géométrie cylindrique : la sonde est un fil de tungstène de

rayon  $r_p = 62,5 \mu\text{m}$ . En appliquant une rampe de tension à la sonde, nous allons mesurer un courant fourni par le plasma, c'est-à-dire tracer la caractéristique courant-tension  $I(V)$  du plasma.

### • Caractéristique $I(V)$

La figure (2.4) montre une caractéristique  $I(V)$  typique. Trois régions d'intérêts peuvent être identifiées: la zone de saturation ionique, la zone de saturation électronique et la zone de retardement électronique. Ces trois zones sont séparées par deux valeurs caractéristiques du potentiel: le potentiel flottant  $V_f$  et le potentiel plasma  $V_p$ . Le potentiel plasma  $V_p$  correspond au potentiel de référence du plasma. Celui-ci se situe au point d'inflexion de la courbe  $I(V)$  c'est-à-dire lorsque  $\frac{d^2I}{dV^2} = 0$ . Le potentiel flottant  $V_f$  se situe là où le courant collecté par la sonde est nul. Il correspond au potentiel spontanément acquis lorsqu'un objet isolé électriquement est immergé dans un plasma.



**Fig. 2.4.** Caractéristique  $I(V)$  d'un plasma RCE d'Argon à  $p = 0,5 \text{ mTorr}$  à  $z = 80 \text{ mm}$ . On peut y différencier les trois zones d'intérêts à savoir la saturation ionique (à gauche) et électronique (à droite) ainsi que la zone de retardement électronique (au milieu).

La saturation ionique est atteinte lorsque  $V_{\text{sonde}} \ll V_f$ : la sonde collecte quasi-exclusivement des ions positifs. Au contraire, la zone de saturation électronique, définie sur l'intervalle  $[V_p, +\infty[$ , correspond à un courant exclusivement électronique. En effet, la très faible température des ions les empêche de franchir la barrière de potentiel autour de la sonde. Enfin, entre ces deux régions, la zone de transition électronique rend compte de la superposition d'un courant ionique et d'un courant électronique. En effet, le potentiel plasma

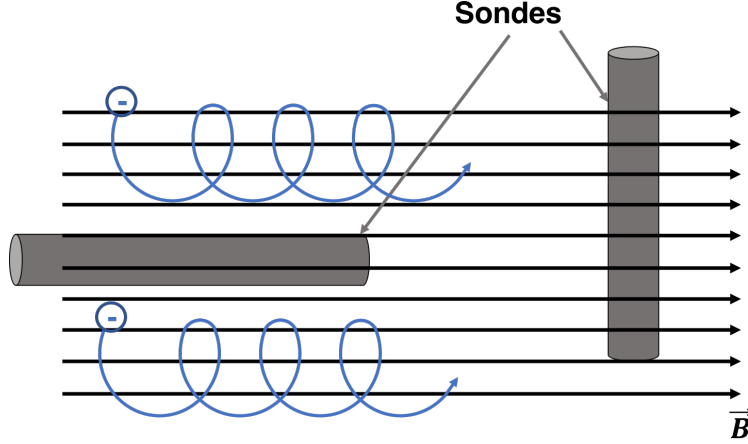
$V_p$  représente le potentiel électrique de référence du milieu, dès lors que l'on va appliquer une tension sur la sonde inférieure à  $V_p$  on commencera à attirer les ions et les électrons seront partiellement repoussés. Les électrons suffisamment énergétiques peuvent franchir la barrière de potentiel à travers la gaine ionique qui entoure la sonde. Si l'on suppose une distribution en énergie de Maxwell-Boltzmann, alors le courant électronique collecté par la sonde diminuera de manière exponentielle avec la tension appliquée à la sonde. Dans cette région, la sonde agit comme un filtre en énergie des électrons. C'est dans cette zone que l'on pourra déterminer la fonction de distribution en énergie des électrons (FDEE) et remonter à des paramètres tels que  $T_e$  et  $n_e$  ou encore le libre parcours moyen des électrons  $\lambda_e$ .

**Remarque:** il est important de noter le signe du courant. En effet, la partie correspondant à la saturation ionique, donc à un courant positif, est en fait négative et inversement pour le courant de saturation électronique. C'est une convention adoptée pour se faciliter la tâche en manipulant des grandeurs positives, notamment le courant électronique qui sera utilisé pour déterminer la fonction de distribution des électrons.

#### 2.2.1.2. *Effet du champ magnétique sur la mesure*

La détermination de la FDEE est fondamentale pour la description d'un plasma. Cependant la présence d'un champ magnétique peut plus ou moins fortement perturber la mesure du courant. La première chose à connaître est l'orientation de la sonde par rapport au champ magnétique.

Nous avons schématisé sur la figure 2.5 l'effet de l'orientation de la sonde par rapport à  $\vec{B}$  sur la collection du courant. Bien que simpliste, ce schéma permet de voir qu'une sonde positionnée parallèlement à  $\vec{B}$  collectera moins de courant que perpendiculairement. Par ailleurs, la présence d'un champ magnétique rend le plasma anisotrope. Or, la méthode de Druyvesteyn repose en partie sur l'isotropie du plasma, le rayon de Larmor des électrons  $R_{Le}$  devient alors un paramètre important pour connaître le degré de validité de la méthode. Dans le cas où la sonde est parallèle à  $\vec{B}$ , pour conserver la validité de la méthode, l'inégalité  $R_{Le} \gg l$  doit être respectée, où  $l$  est la longueur de la sonde. Dans le cas perpendiculaire c'est l'inégalité  $R_{Le} \gg r_s$  qui doit être satisfaite, où  $r_s$  est le rayon de la sonde. Dans cette étude, toutes les mesures de sonde ont été effectuées perpendiculairement à  $\vec{B}$ .



**Fig. 2.5.** Schéma représentant l'effet de l'orientation d'une sonde cylindrique par rapport à un champ magnétique, sur la collection du courant. Deux cas limites sont représentés: la sonde est parallèle ou perpendiculaire à  $\vec{B}$

Des critères plus récents ont été proposés [35, 36]: un paramètre de diffusion dans le cas parallèle et perpendiculaire sont proposés. Dans notre étude, nous plaçons toujours la sonde de Langmuir de façon perpendiculaire à  $\vec{B}$ , nous ne présentons donc ici que le critère associé:

$$\Psi_{\perp} = \frac{r_s \ln \frac{\pi l}{4r_s}}{\gamma R_{Le}} \quad (2.2.1)$$

Avec  $\gamma$  un facteur géométrique pouvant être approximé par la relation suivante:

$$\gamma = \frac{4}{3} - 0.62e^{-\frac{l_e}{2r_s}} \quad (2.2.2)$$

La méthode de Druyvesteyn reste valide tant  $\psi_{\perp} < 0.75$ . Si  $\psi_{\perp} > 7$  la FDEE devient proportionnelle à la dérivée première du courant [35, 37]. Nous verrons plus loin la limite de validité de nos mesures par le biais de ce critère.

### 2.2.1.3. Sonde de Mach

Il est courant d'observer dans un plasma magnétisé des dérives d'espèces. Ces dérives peuvent être dues à l'inhomogénéité du champ magnétique  $\vec{B}$  ou à la présence de n'importe quelle force perpendiculaire à  $\vec{B}$  interagissant avec une particule électriquement chargée. Celles-ci peuvent affecter le transport des électrons, des ions mais aussi des poussières. Il importe alors de mettre en évidence cette dérive.

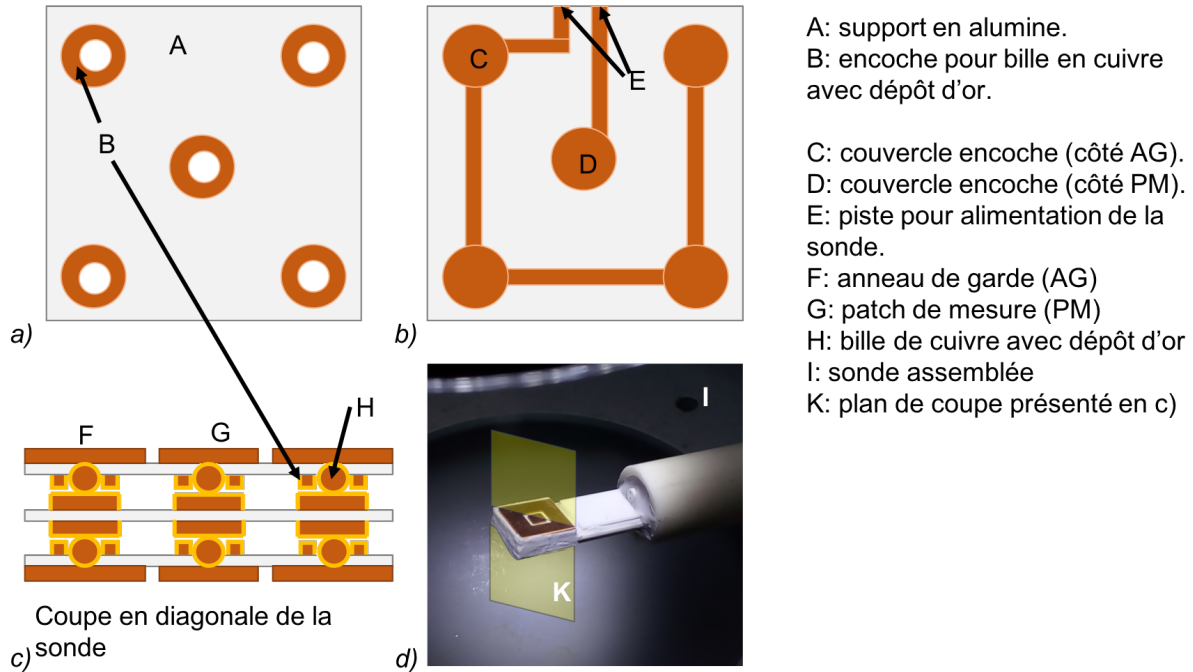
- **Généralités**

Une sonde de Mach est un diagnostic électrostatique permettant de mettre en évidence des flux ioniques ou électroniques au sein d'un plasma. Elle se présente généralement sous la forme de deux électrodes parallèles dont les faces s'opposent. Un tel dispositif permet de déterminer le flux et, connaissant la densité, la vitesse de dérive d'une espèce du plasma à partir du ratio des courants collectés de part et d'autre. Au cours de ce travail de thèse, une sonde de Mach a été développée au LAPLACE.

- **Conception de la sonde**

Bien qu'en principe la conception d'une telle sonde semble simple, nous avons dû prendre en compte les particularités du plasma étudié. En effet, comme nous le verrons par la suite, lorsque l'on immerge une sonde de Langmuir dans notre plasma, la "tip" en tungstène (fil en tungstène) ainsi que le "porte-tip" en Macor® ou en alumine peuvent chauffer au point de devenir incandescents. Nous avons donc dû tenir compte des contraintes thermiques liées au plasma étudié lors de la conception de la sonde.

La sonde et sa structure sont présentées sur la figure 2.6. La structure principale est un substrat en alumine de 0,5mm d'épaisseur recouverte d'une couche de cuivre de 0,3 mm d'épaisseur (Curamik®). Les motifs de la sonde sont créés par gravure chimique. L'électrode centrale utilisée pour la mesure est de 3 mm de côté, et l'électrode périphérique mesure 3 mm de largeur. La séparation entre les deux est de 1 mm. Pour assurer la connexion électrique de chaque électrode, nous avons dû percer l'alumine. Ce matériau étant difficilement usinable, cette opération a été effectuée par ablation laser. De cette façon nous évitons le décollement des électrodes. Afin de limiter l'effet des contraintes thermiques, nous avons évité les soudures à l'étain lors de l'assemblage de chaque partie. Celles-ci ont été remplacées par des billes en cuivre de 1 mm de diamètre, frittées avec une pâte d'argent (Heraeus, Magic Ag Sinter paste), suivi d'un recuit à 300°C. En amont du frittage, les billes ainsi que toutes les parties de la sonde en contact avec elles, ont subi une métallisation à l'or. Ce procédé permet d'augmenter la mouillabilité du cuivre lorsque les billes et la pâte de frittage fondent. Enfin l'isolation électrique de la sonde est faite à l'aide d'une colle céramique



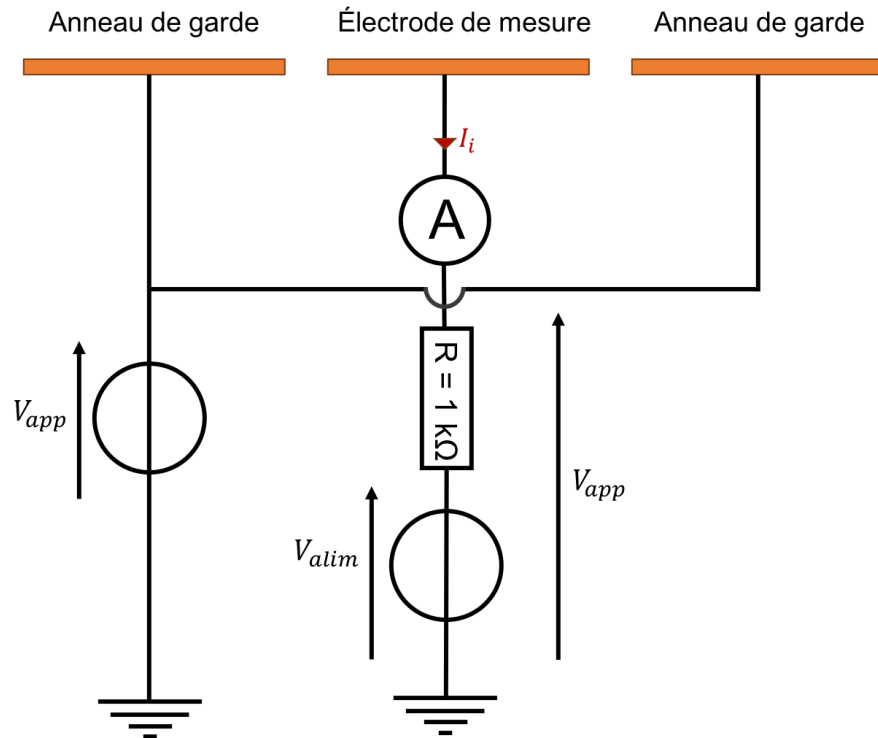
**Fig. 2.6.** Schéma de la sonde de flux où a) représente la face cachée de l'extérieur de la sonde, b) représente la partie centrale de la sonde, c) représente une coupe en diagonale de la sonde assemblée et d) est une photo de la sonde de Mach après assemblage.

bi-composants (Polyrec Ceramabond® 571). Une fois sèche, elle assure une tenue mécanique jusqu'à 1760°C. Néanmoins, la formation de bulle lors de cette étape de séchage peut être problématique. En effet, la céramique peut se dilater au point de briser les soudures. Pour éviter cette contrainte, nous avons laissé sécher la céramique deux jours à température ambiante. Cependant, cela ne permet pas d'éviter totalement la formation de bulles. Cela peut poser un problème de dégazage lorsque la sonde est placée sous-vide. Nous conseillons à l'avenir d'utiliser une autre céramique pour éviter la gêne occasionnée.

### • Mesure du courant ionique

Cette sonde est utilisée pour mesurer le flux ionique de part et d'autre de la sonde. Lors des mesures, celle-ci est polarisée à un potentiel très négatif par rapport au  $V_f$ . Cette précaution permet de ne collecter que des ions. Cependant, lorsque la tension de la sonde est très inférieure à  $V_f$  et à  $V_p$  il se produit une augmentation de la surface effective de collection des ions à cause des effets de bord en périphérie de l'électrode centrale. Cela se traduit par un écart au courant de Bohm (dont nous verrons l'expression plus loin). Pour s'affranchir

de cet effet indésirable, l'électrode périphérique est utilisée comme anneau de garde. Cette anneau est polarisé indépendamment de l'électrode de mesure mais à une même tension que celle appliquée à ce dernier. De cette façon seulement nous pouvons respecter le critère de Bohm et obtenir un courant de saturation ionique constant. La figure 2.7 représente le schéma électrique servant à mesurer le courant ionique.



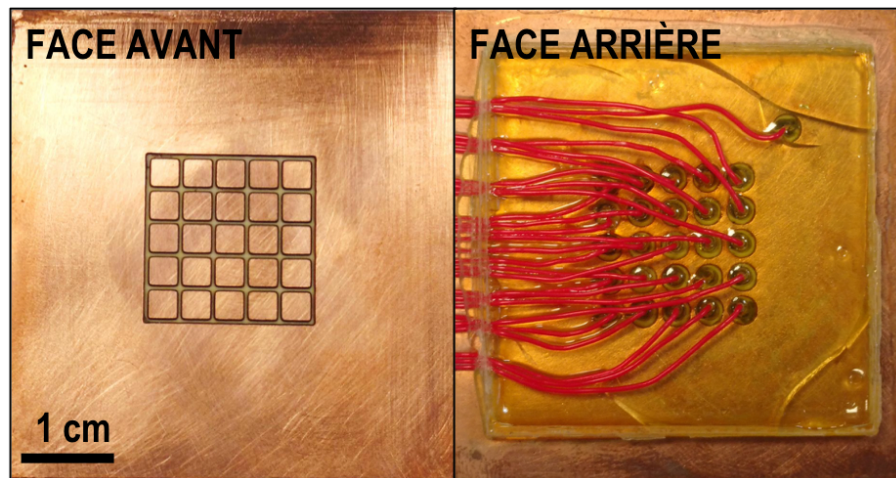
**Fig. 2.7.** Schéma électrique de la sonde de Mach pour la mesure du courant ionique. Un seul côté est représenté.

L'électrode de mesure est connectée à un ampèremètre, une résistance et à une alimentation en tension continue, le tout en série. La résistance  $R = 1\text{k}\Omega$  permet d'éviter qu'un courant trop important atteigne l'alimentation. Classiquement, on mesure le courant net provenant du plasma en mesurant la chute de tension au borne de la résistance. Pour obtenir une plus grande précision, nous avons directement branché un ampèremètre. La tension finalement appliquée sur l'électrode de mesure est  $V_{app} = V_{alim} - RI_i$  à cause de la chute de tension produite au travers de la résistance par le passage du courant  $I_i$ . La même tension  $V_{app}$  est appliquée sur l'anneau de garde. La mesure de courant est effectuée sur chaque face. Si un flux net de courant existe dans le plasma, alors un courant différent sera mesuré sur les deux faces de la sonde.

Les théories et sondes développées pour déduire la vitesse de dérive ionique en plasma magnétisé sont complexes. En effet, lorsque le plasma dérive, il se forme un sillage en aval de la sonde. La sonde perturbe alors le plasma et en modifie localement les paramètres. L'utilisation d'un tel diagnostic nécessite au préalable, une solide connaissance des paramètres du plasma afin de choisir une théorie adéquate. Dans le cas contraire, de fortes incertitudes sur la mesure de la vitesse de dérive apparaissent [38]. Cependant, une simple différence de courant de part et d'autre de la sonde permet de mettre en évidence une dérive. Face à la complexité du plasma étudié, nous ne chercherons donc pas à déterminer la vitesse de dérive, mais simplement à mettre en évidence l'existence d'une dérive.

#### 2.2.1.4. Sonde de flux au parois

Le plasma présente des zones à caractériser difficiles d'accès: les cusps au-dessus des aimants ainsi que les virages magnétiques. C'est pourquoi, une sonde de flux aux parois a été conçue durant le post-doctorat de Xavier Glad [39]. Celle-ci fonctionne suivant les mêmes principes que la sonde développée durant la thèse de R. Baude [40] et est présentée sur la figure 2.8.



**Fig. 2.8.** Sonde de flux aux parois développée au Laplace par Xavier Glad. La face avant et la face arrière sont présentées.

Les mêmes substrats alumine-cuivre, ainsi que le même procédé de gravure chimique que pour la sonde de Mach ont été utilisés. La face avant est composée de 25 électrodes de 3 mm de côté pouvant être polarisées individuellement. L'électrode périphérique est toujours polarisée à la masse. Sur la face inférieure, chaque fil est soudé à une électrode par une



soudure à l'étain. Afin de protéger les fils du plasma, ces derniers sont coulés dans de la résine epoxy haute température et leur partie extérieure est protégée du plasma par des perles en alumine.

Un tel dispositif permet de mesurer localement les flux ionique et électronique au niveau des parois. Avec 25 électrodes nous pouvons venir mesurer ces flux dans des régions singulières où de forts gradients sont présents. Nous pouvons ainsi établir une cartographie précise des flux dans chacune des zones d'intérêt. Les densités de courant électronique et ionique sont déduites d'après les équations suivantes [40]:

$$J_e = n_g e^{-\frac{e(V_g - V_w)}{k_B T_e}} \sqrt{\frac{k_B T_e}{2\pi m_e}} \quad (2.2.3)$$

Et

$$J_i = n_g \sqrt{\frac{k_B T_e}{m_i}} \quad (2.2.4)$$

Où  $V_g$ ,  $V_w$  et  $n_g$  représentent respectivement le potentiel à la gaine, à la paroi (ici  $V_w = 0$ ) et la densité à la frontière de la gaine. Nous pouvons déterminer ces paramètres en appliquant une rampe de tension à l'électrode de mesure. Ainsi, chaque électrode fonctionne comme une sonde de Langmuir plane mesurant la caractéristique  $I(V)$ . C'est à partir de cette caractéristique que nous déterminons  $T_e$ ,  $n_g$  et  $V_g$ . Les théories associées aux sondes planes sont présentées dans la partie suivante.

### 2.2.2. Théories liées aux sondes électrostatiques

Après avoir présenté les divers sondes utilisées ou conçues, nous allons passer rapidement en revue les éléments théoriques nécessaires à l'exploitation des mesures de sonde dans les plasmas. Les diagnostics électrostatiques sont simples à mettre en œuvre en pratique mais l'exploitation des résultats dépend fortement de la géométrie du collecteur ainsi que des caractéristiques du plasma. Le choix d'une théorie adaptée est donc nécessaire pour une bonne interprétation des données. C'est grâce à ces éléments théoriques que nous pourrions déduire  $n_i$ ,  $V_p$  et  $V_f$  ainsi que la FDEE pour déduire la densité et la température électronique du plasma, respectivement  $n_e$  et  $T_e$ .

Durant toute cette partie nous considérons que les libres parcours moyen des ions et électrons entre deux collisions, respectivement  $l_i$  et  $l_e$ , sont très grands devant la longueur

de Debye  $\lambda_D$ . Le plasma sera donc considéré localement non-collisionnel. De plus, nous supposons que la température électronique est très supérieure à celle des ions:  $T_e \gg T_i$ . Enfin le plasma est considéré électro-positif, stationnaire et isotrope.

### 2.2.2.1. La gaine ionique en géométrie plane

Dans un plasma froid, la température électronique est généralement très supérieure à celle des ions,  $T_e \gg T_i$ . Les électrons ayant une masse plus faible que celle des ions, ces derniers sont facilement perdus sur les parois du réacteur sous l'effet de leur agitation thermique, contrairement aux ions. La paroi se place spontanément à un potentiel flottant  $V_f < V_p$ . Il se forme alors une gaine ionique permettant de limiter la fuite des électrons vers les parois. La gaine ionique n'est rien d'autre qu'une barrière de potentiels répulsive pour les électrons et attractive pour les ions. Il se forme alors dans la gaine une charge d'espace entre ions et électrons, traduisant la rupture de la quasi-neutralité et par une densité ionique supérieure à la densité électronique en tout point de la gaine. Il est à noter que dans notre cas, la paroi est à la masse. Enfin, comme nous avons considéré  $l_e, l_i \gg \lambda_D$  nous supposons que la gaine est non collisionnelle.

Pour déterminer le profil de potentiel dans la gaine nous devons résoudre l'équation de Poisson. Dans le cas d'une géométrie plane, le problème peut se poser à une dimension. Ici l'axe  $x$  désigne l'axe perpendiculaire à la paroi. L'équation de Poisson devient:

$$\frac{d^2\Phi}{dx^2} = -\frac{e}{\epsilon_0} (n_i - n_e) \quad (2.2.5)$$

Où  $e$  est la charge électrique élémentaire,  $\epsilon_0$  la permittivité du vide,  $n_i$  et  $n_e$  sont respectivement la densité ionique et électronique et  $\Phi$  le potentiel dans la gaine (relativement au potentiel plasma). Afin de résoudre cette équation, il est impératif de connaître les profils de densités. Nous supposons que la densité électronique est régie par la loi de Boltzmann:

$$n_e = n_g \exp\left(\frac{e\Phi}{k_B T_e}\right) \quad (2.2.6)$$

Pour la densité ionique, nous allons utiliser les équations de continuité ainsi que de conservation de l'énergie cinétique appliquées sur les ions:

$$\frac{\partial n_i}{\partial t} + \nabla \cdot (n_i \vec{v}_i) = \Sigma_i \nu_i n_i \quad (2.2.7)$$

$$\frac{1}{2}m_i v^2(x) + e\Phi(x) = \frac{1}{2}m_i v_g^2 + e\Phi_g \quad (2.2.8)$$

Où le terme  $\Sigma_i \nu_i n$  est un terme de création et de perte d'ions par collision,  $\vec{v}$  la vitesse fluide des ions,  $m_i$  la masse des ions et  $\Phi_g$  est le potentiel à l'entrée de la gaine. Nous avons imposé dans les hypothèses que la gaine est stationnaire et non-collisionnelle. Nous pouvons réécrire l'équation 2.2.7 de la façon suivante:

$$\nabla \cdot (n\vec{v}) = 0 \quad (2.2.9)$$

Soit

$$n_i(x)v_i(x) = n_g v_g = \text{cste} \quad (2.2.10)$$

Où  $n_g$  et  $n_i(x)$  sont respectivement la densité à l'entrée de la gaine et à l'intérieur de celle-ci,  $v_i(x)$  et  $v_g$  sont respectivement la vitesse des ions à l'intérieur et à la frontière de la gaine. À l'aide de l'équation 2.2.8, nous pouvons déterminer une relation sur la vitesse des ions:

$$v_i(x) = \sqrt{v_g^2 - \frac{2e}{M_i} [\Phi(x) - \Phi_g]} \quad (2.2.11)$$

En insérant cette relation dans l'équation 2.2.10, on obtient l'expression de la densité ionique.

$$n_i(x) = n_g \left\{ 1 - \frac{2e [\Phi(x) - \Phi_g]}{m_i v_g^2} \right\}^{-\frac{1}{2}} \quad (2.2.12)$$

À ce stade, il est nécessaire de trouver une condition sur la vitesse des ions à l'entrée de la gaine ionique. Nous avons supposé que la gaine est partiellement répulsive pour les électrons et que le plasma est macroscopiquement neutre. Donc en tout point de la gaine, on a  $n_e(x) \leq n_i(x)$ , même lorsque  $[\Phi_g - \Phi(x)] \ll 1$ . Cela nous permet d'effectuer un développement limité sur les densités ionique et électronique, donné par les relations suivantes:

$$n_e(x) \simeq n_g \left\{ 1 + \frac{e}{k_B T_e} [\Phi(x) - \Phi_g] \right\} \quad (2.2.13)$$

et

$$n_i(x) \simeq n_g \left\{ 1 + \frac{e}{M_i v_g^2} [\Phi(x) - \Phi_g] \right\} \quad (2.2.14)$$

Au niveau de l'entrée de la gaine, en posant l'inégalité  $n_e(x) \leq n_i(x)$ , on peut déduire un critère affirmant que les ions doivent arriver dans la gaine avec une vitesse  $v_g$  telle que:

$$v_g \geq \sqrt{\frac{k_B T_e}{M_i}} \quad (2.2.15)$$

Cette vitesse à l'entrée de la gaine est appelée vitesse de Bohm et notée  $v_{\text{Bohm}}$ . Elle met en avant l'existence d'une région appelée pré-gaine qui permet d'accélérer les ions afin que la conservation du flux soit respectée dans la gaine. L'équation de Poisson à résoudre devient:

$$\frac{d^2\Phi}{dx^2} = \frac{en_g}{\epsilon_0} \left\{ \exp\left[\frac{e(\Phi(x) - \Phi_g)}{k_B T_e}\right] - \left[1 - \frac{2e}{M_i} \frac{[\Phi(x) - \Phi_g]}{v_g^2}\right]^{-\frac{1}{2}} \right\} \quad (2.2.16)$$

Cette équation ne peut pas être résolue analytiquement. Cependant des simplifications peuvent être effectuées dans le cas où la différence de potentiel entre le plasma et la paroi est grande. Dans ce cas, il est possible de retrouver un profil de potentiel découlant de la loi de Child-Langmuir. Pour déterminer le potentiel à la lisière de la gaine  $\Phi_g$ , on pose alors l'équation de conservation de l'énergie cinétique entre le plasma et la gaine:

$$\frac{1}{2}M_i v_g^2 + e\Phi_g = e\Phi_p \quad (2.2.17)$$

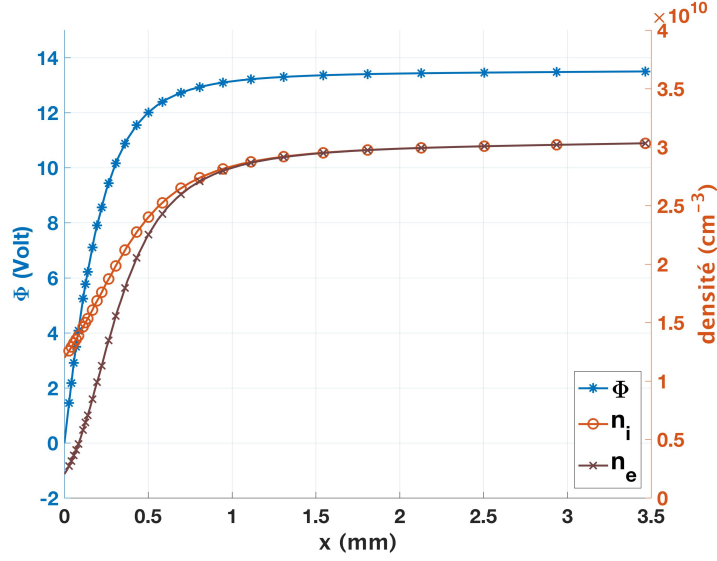
Par ailleurs, nous avons exprimé les potentiels relativement à ceux du plasma, nous posons  $\Phi_p = 0$ . Par ailleurs, la vitesse macroscopique des ions au sein du plasma est considérée nulle à cause de l'isotropie de ce dernier. Des relations 2.2.17 et 2.2.15, on en déduit le potentiel à la lisière de la gaine:

$$\Phi_g = -\frac{1}{2} \frac{k_B T_e}{e} \quad (2.2.18)$$

Nous pouvons déduire la densité plasma à la lisière de la gaine en remplaçant  $\Phi(x)$  par  $\Phi_g$  dans la relation de la densité électronique. Nous déduisons que la densité plasma à l'entrée de la gaine vaut:

$$n_g = n_0 \exp\left(\frac{-1}{2}\right) \quad (2.2.19)$$

Nous avons représenté sur la figure 2.9 l'évolution du potentiel et des densités électronique et ionique dans la gaine en fonction de la distance à une paroi à la masse. Ces résultats sont obtenus en résolvant numériquement l'équation 2.2.16. Dans cet exemple, nous avons pris



**Fig. 2.9.** Évolution du potentiel dans la gaine ionique (courbe bleue) ainsi que des densités ionique (courbe rouge) et électronique (courbe marron) en fonction de la distance à la paroi à la masse.

$V_p = 16V$ ,  $T_e = 5eV$ ,  $T_i = 0,1eV$  et  $n_{e0} = n_{i0} = 5.10^{10}m^{-3}$  dans le plasma. Avec ces paramètres plasma, nous pouvons déduire que la longueur de gaine équivaut environ à 45 fois la longueur de Debye du plasma.

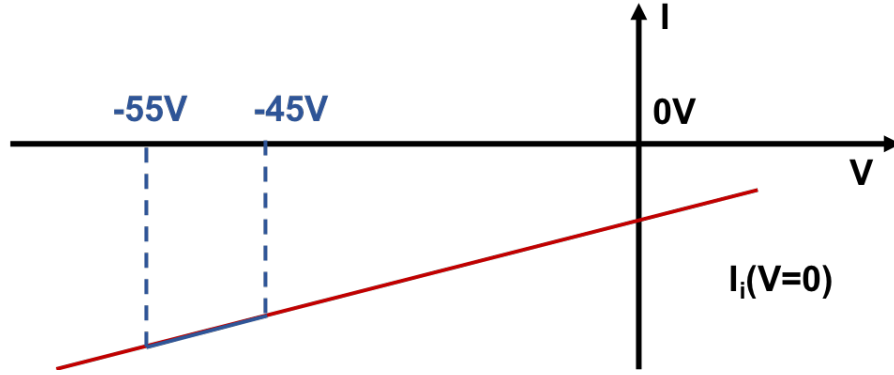
Enfin, nous pouvons estimer le courant ionique collecté par une sonde plane en utilisant le critère de Bohm. Le courant ionique s'écrit :

$$I_i = n_g A e v_{Bohm} \approx 0,61 n_i A e \sqrt{\frac{k_B T_e}{m_i}} \quad (2.2.20)$$

Le terme 0,61 est une approximation du terme  $\exp(-1/2)$ . Si l'on connaît la température électronique, il est alors possible de déduire la densité ionique  $n_i$  du plasma.

En pratique, cela peut s'appliquer à une sonde de Langmuir plane. Mais contrairement au cas idéal décrit ci-dessus, une sonde a une surface limitée, pouvant entraîner des effets de bord lorsque la sonde est fortement polarisée. Ainsi, il va se produire une augmentation de la surface effective de collection de la sonde. Comme la sonde de flux aux parois fonctionne comme une sonde de Langmuir plane, nous devons prendre en compte cet effet.

Nous avons représenté sur la figure 2.10 la méthode employée pour estimer le courant ionique lorsque la sonde est à la masse (cas de la sonde de flux aux parois). Dans le cas d'une sonde de géométrie plane, il est admis [41] que sa surface effective augmente de façon linéaire



**Fig. 2.10.** Méthode pour compenser la variation de la surface effective de collection pour la mesure du courant ionique à  $V = 0$ .

avec la tension. Nous choisissons une région de la caractéristique où la tension appliquée à la sonde est très inférieure au potentiel flottant. De cette façon, nous collectons exclusivement des ions. Nous effectuons un fit linéaire sur la portion sélectionnée et déterminons le courant ionique à  $V = 0$ .

#### 2.2.2.2. Fonction de distribution en énergie des électrons en géométrie plane

Dans un plasma hors équilibre thermodynamique, la FDEE peut s'écarter de la fonction de distribution de Maxwell-Boltzmann. Il est donc nécessaire de la déterminer à partir du courant électronique. Dans le cas de la sonde plane perpendiculaire à un axe arbitrairement noté  $x$ , le courant d'électrons ne dépend que de leur composante  $v_x$  des vitesses. Le courant électronique pouvant traverser la barrière de potentiel peut s'écrire de la façon suivante:

$$I_e = eA \int_{v_{\min}}^{\infty} v_x f(v_x) dv_x \quad (2.2.21)$$

Où  $v_{\min}$  est la vitesse minimale que doit avoir un électron pour franchir la barrière de potentiel produite par la différence de potentiel  $\Phi$  entre le plasma et la sonde.  $f(v_x)$  représente la fonction de distribution des vitesses des électrons selon  $x$ . Or, d'après la conservation de l'énergie entre la frontière de la gaine et la sonde, on a:

$$\frac{1}{2} m_e v_{\min}^2 = -e\Phi \quad (2.2.22)$$

Cette équation nous permet d'exprimer la borne inférieure  $v_{\min}$  en fonction du potentiel appliqué à la sonde. Cela correspond à l'énergie minimale  $E_{\min}$  (en eV) que doivent avoir les

électrons pour atteindre la sonde. En pratique,  $E_{\min}$  correspond à la différence de potentiel  $\Phi$  entre la sonde et le plasma. Enfin, en effectuant un changement de variable sur  $v_x$  à partir de l'équation 2.2.22, c'est-à-dire en exprimant  $v_x$  en fonction de leur énergie  $E$ , nous pouvons écrire:

$$dv_x = \frac{e}{mv_x} dE \quad (2.2.23)$$

La relation 2.2.21 peut alors s'exprimer de la façon suivante:

$$I_e = \frac{e^2 A n}{m_e} \int_{\Phi}^{\infty} f_e(v) dE \quad (2.2.24)$$

On voit qu'en dérivant l'expression 2.2.24 en fonction de  $\Phi$ , on peut déduire la fonction de distribution en énergie des électrons  $f_e(v_{\min})$ , qui s'exprime:

$$f_e(v_{\min}) = \frac{m_e}{Ae^2} \frac{dI_e}{d\Phi} \quad (2.2.25)$$

Nous obtenons donc la fonction de distribution des vitesses des électrons  $f_e(v_{\min})$ . Ici,  $v_{\min}$  est la vitesse minimale que doit avoir l'électron pour franchir la gaine lorsque la différence de potentiel entre la sonde et le plasma est  $\Phi$ . L'intégration de cette relation nous permet de déduire la densité électronique à la lisière de la gaine.

### 2.2.2.3. Paramètres plasma en géométrie cylindrique

Nous allons maintenant décrire les théories associées à une sonde de Langmuir cylindrique que nous avons utilisé afin de déterminer  $T_e$ ,  $n_e$  et  $n_i$ . Pour déterminer  $T_e$  et  $n_e$ , nous utilisons la théorie de Druyvesteyn [42] adaptée à la géométrie cylindrique. Contrairement à la géométrie plane, il est possible de montrer sous certaines hypothèses que la FDEE est proportionnelle à la dérivée seconde du courant électronique. Pour déterminer la densité ionique  $n_i$  nous utilisons le courant de saturation ionique. Dans nos conditions, le courant ionique peut être prédit par le modèle "Orbited Motion limited" (OML) développé par Langmuir [43].

#### • Détermination de la FDEE

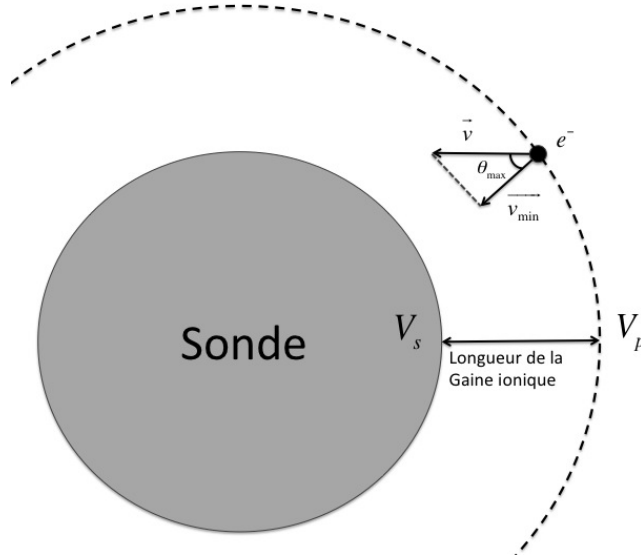
Avant de détailler le calcul de la fonction de distribution, nous allons déterminer la vitesse minimale que doit avoir une particule devant franchir une barrière de potentiel répulsive

induite par la polarisation d'une sonde. Comme la gaine est non collisionnelle, la loi de conservation de l'énergie nous donne la vitesse minimum que doit avoir cette particule pour franchir la gaine:

$$v_{\min} = \sqrt{\frac{2e(V_p - V_s)}{m}} \quad (2.2.26)$$

Où  $V_s$  est le potentiel appliqué à la sonde. Donc si la sonde est cylindrique ou sphérique, la composante radiale de la vitesse de la particule chargée doit être au minimum égale à la vitesse minimum décrite ci-dessus. Il faudra donc associer un angle  $\theta$  à la vitesse minimum d'entrée dans la gaine comme le montre la figure 2.11 de sorte que:

$$\cos(\theta_{\max}) = \frac{v_{\min}}{v} \quad (2.2.27)$$



**Fig. 2.11.** Schéma représentant l'entrée d'un électron dans la gaine ionique entourant une sonde. On voit que la composante radiale de la vitesse de la particule doit être au minimum égale à  $\vec{v}_{\min}$ .

L'avantage de la méthode de Druyvesteyn est que le résultat obtenu à la fin est valable pour n'importe quelle géométrie convexe [44]. Par simplicité, nous pouvons donc directement calculer le courant électronique collecté par la sonde en géométrie sphérique. De cette façon l'expression du courant devient:

$$I_e = eA \int_{v_{\min}}^{\infty} \int_0^{\theta_{\max}} \int_0^{2\pi} v^3 \cos(\theta) \sin(\theta) f_e(v) dv d\theta d\phi \quad (2.2.28)$$

Or d'après la relation 2.2.27 on peut réécrire la borne de la façon suivante:



$$\theta_{\max} = \cos^{-1} \left( \frac{v_{\min}}{v} \right)$$

En intégrant sur  $\phi$  et sur  $\theta$  et en remplaçant la borne de l'intégrale  $\theta_{\max}$  par la relation ci-dessus, l'expression du courant électronique devient:

$$I_e = \pi e A \int_{v_{\min}}^{\infty} v^3 \left[ 1 - \cos^2(\theta) \right]_0^{\cos^{-1} \left( \frac{v_{\min}}{v} \right)} f_e(v) dv \quad (2.2.29)$$

Puis,

$$I_e = \pi e A \int_{v_{\min}}^{\infty} v^3 \left[ 1 - \left( \frac{v_{\min}}{v} \right)^2 \right] f_e(v) dv \quad (2.2.30)$$

Un changement de variable permet de passer d'une fonction de distribution en vitesse à une fonction de distribution en énergie. En utilisant l'expression de l'énergie cinétique, nous pouvons exprimer  $v$  ainsi que l'élément infinitésimal  $dv$  de la façon suivante:

$$v = \sqrt{\frac{2eE}{m}}$$

$$dv = \sqrt{\frac{e}{2mE}} dE$$

Où  $E$  représente l'énergie en eV. De plus la borne inférieure de l'intégrale  $v_{\min}$  devient  $E_{\min} = V$  avec  $V = V_p - V_{\text{sonde}}$  la différence de potentiel entre le plasma et la sonde. Le courant électronique peut maintenant être exprimé en fonction de l'énergie:

$$I_e = \frac{2\pi e^3 A}{m^2} \int_V^{\infty} E \left( 1 - \frac{V}{E} \right) f_e(v(E)) dE \quad (2.2.31)$$

La règle de Liebniz qui permet de dériver une intégrale dont la variable se trouve dans les bornes s'écrit:

$$\frac{d}{dt} \left( \int_{a(x)}^{b(x)} f(x,t) dx \right) = (f(t,b(x)).b'(x) - f(t,a(x)).a'(x)) \frac{dx}{dt} + \int_{a(x)}^{b(x)} \frac{\partial}{\partial t} f(x,t) dx$$

Si l'on applique cette règle de calcul à la relation 2.2.31 en prenant  $t = V$ ,  $x = E$ ,  $b(x) \rightarrow \infty$ ,  $a(x) = V$  on obtient la première dérivée de  $I_e$ :

$$\frac{dI_e}{dV} = -\frac{2\pi e^3 A}{m^2} \int_V^\infty f_e(v(E)) dE$$

Une deuxième dérivation nous amène à la relation recherchée:

$$\frac{d^2 I_e}{dV^2} = \frac{2\pi e^3 A}{m^2} f_e(v(E)) \quad (2.2.32)$$

Nous avons donc établi une relation entre la dérivée seconde du courant électronique et la fonction de distribution des vitesses des électrons. En considérant que le plasma est isotrope, il est possible d'exprimer la FDEE  $F_e(E)$  par rapport à la fonction de distribution des vitesses des électrons  $f_e(v(E))$ , de la façon suivante:

$$F_e(E) dE = 4\pi v^2 f_e(v) dv$$

En utilisant la relation liant  $E$  et  $v$  et en substituant l'expression de  $f_e(v)$  obtenue dans (2.2.32), on obtient au final la FDEE:

$$F_e(E) = \frac{2m}{e^2 A} \sqrt{\frac{2eV}{m}} \frac{d^2 I_e}{dV^2} \quad (2.2.33)$$

La détermination expérimentale de  $\frac{d^2 I_e}{dV^2}$  et donc de  $F_e(E)$  nous permet de remonter aux paramètres du plasma comme la température électronique effective du plasma ainsi que la densité électronique à l'aide des relations suivantes:

$$n_e = \int_0^\infty F_e(E) dE \quad (2.2.34)$$

$$T_{\text{eff}} = \frac{2}{3n_e} \int_0^\infty E F_e(E) dE \quad (2.2.35)$$

**Remarque:** Dans notre cas, la fonction de distribution en énergie des électrons va s'écarter de la distribution maxwellienne. En effet, dans des plasmas multipolaires, on peut observer une FDEE scindée en deux parties: le corps de la FDEE composé d'électrons thermalisés, et une queue de distribution. En utilisant la relation (2.2.35), on calculera donc une température moyenne ou effective, pondérée par la quantité d'électrons froids et chauds.

• **Modèle Orbited Motion Limited**

Dans un plasma, la gaine ionique est considérée épaisse lorsque la taille de celle-ci est supérieure à la longueur de Debye. Pour exprimer le courant de saturation collecté par une sonde, nous devons alors prendre en compte l'effet des trajectoires des particules. L'attraction de particules ayant une distribution Maxwellienne des vitesses a été étudiée par Mott-Smith et Langmuir [43]. Dans leur modèle, les ions vont orbiter autour de la sonde avant d'être collectés. La collection des ions est donc limitée par leur moment angulaire. En théorie, ce modèle est applicable dès lors que le rapport entre le rayon de sonde et la longueur de Debye ( $r_s/\lambda_D$ ) est inférieur à 3. Lorsque l'on suppose que la largeur de gaine est très supérieure au rayon de la sonde, le courant ionique s'écrit:

$$I_i = \frac{1}{4}eA_s n_i \sqrt{\frac{8k_B T_i}{\pi m_i}} \left\{ \frac{2}{\sqrt{\pi}} \sqrt{-\frac{e\Phi}{k_B T_i}} + \exp\left(-\frac{e\Phi}{k_B T_i}\right) \left[ 1 - \operatorname{erf}\left(\sqrt{-\frac{e\Phi}{k_B T_i}}\right) \right] \right\} \quad (2.2.36)$$

Où  $A_s$ ,  $m_i$  et  $T_i$  représentent respectivement l'aire de la sonde, la masse et la température des ions.

Cette expression peut être simplifiée lorsque le ratio  $-\frac{e\Phi}{k_B T_i} \gg 1$ , c'est à dire lorsque la différence de potentiel entre le potentiel appliquée à la sonde et le potentiel plasma est élevée ou lorsque  $T_i$  est faible. L'expression du courant ionique est alors approximée par:

$$I_i = eA_s n_i \frac{\sqrt{2}}{\pi} \sqrt{-\frac{e\Phi}{m_i}} \quad (2.2.37)$$

En pratique, nous pouvons donc déduire la densité ionique  $n_i$  à partir d'une valeur du courant de la sonde  $I$  pour  $\Phi \ll \Phi_f$  où  $\Phi_f$  est le potentiel flottant relativement au potentiel plasma.

2.2.2.4. *Lissage du courant et de ses dérivées*

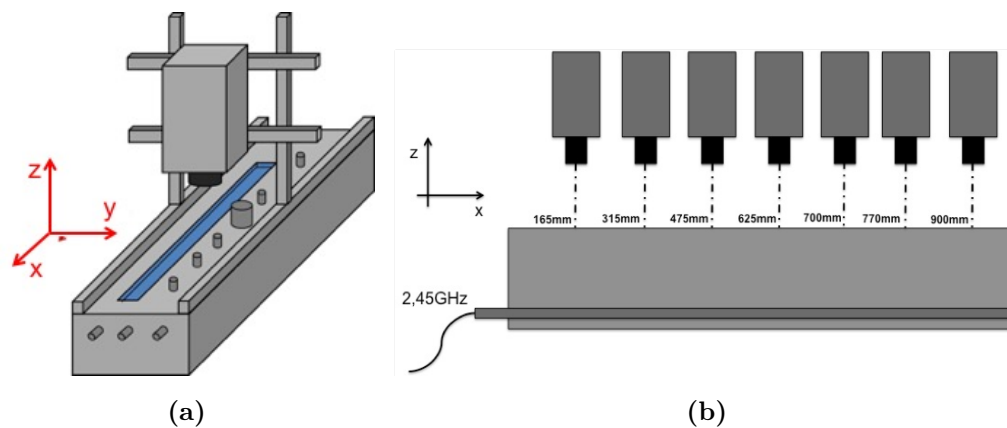
Derrière la simplicité théorique de ces méthodes de traitement des données, se cachent des contraintes numériques. En effet, toute mesure de sonde dans un plasma est *a minima* bruitée. Bien que ce bruit paraisse minime sur une caractéristique  $I(V)$ , celui-ci s'amplifiera à chaque dérivée pouvant perturber grandement les paramètres déduits. Il est alors nécessaire d'appliquer un filtre numérique afin de lisser les caractéristiques et leurs dérivées.

La plupart des filtres fonctionnent de la façon suivante: la  $k^{\text{ième}}$  valeur de courant mesurée est moyennée par les  $m$  points qui entourent le point de mesure  $k$ . De façon générale, les points les plus éloignés du point de mesure  $k$  sont pondérés de façon à ce qu'ils reçoivent un poids plus faible. Les coefficients de pondération sont liés à la forme caractéristique du filtre.

Dans cette étude, nous avons utilisé une méthode de filtrage développée par Hayden et Jacobson puis introduite par Fernandez Palop *et al* [45]. L'utilisation de ce type de filtre doit se faire de façon précautionneuse. Si les paramètres associés au filtre ne sont pas ajustés de façon empirique pour chaque mesure, les paramètres déterminés  $V_p$ ,  $n_e$  et  $T_e$  peuvent être erronés.

### 2.2.3. Suivi des poussières par imagerie rapide

Afin d'étudier le transport des poussières incandescentes au sein du plasma, nous avons utilisé une caméra rapide (Photron® APX-RS). Celle-ci nous a permis d'enregistrer avec précision le déplacement des poussières dans le plasma. La caméra fut utilisée avec une cadence de 20 000 images par seconde pour une résolution de 256 x 384 pixels carrés. Après enregistrement, à l'aide d'une mire, nous avons pu faire la correspondance entre pixel et dimensions réelles, ainsi que déterminer la profondeur de champ. La dimension de la fenêtre est équivalente à un rectangle de 2,5 cm (x) par 1,5 cm (y) et la profondeur de champ est de 3 mm environ. La caméra rapide a été fixée sur un dispositif créé au LAPLACE dont le montage est illustré sur la figure 2.12a.



**Fig. 2.12.** (a) Schéma du support de la caméra rapide; (b) Schéma montrant les différentes positions auxquelles les poussières ont été filmées

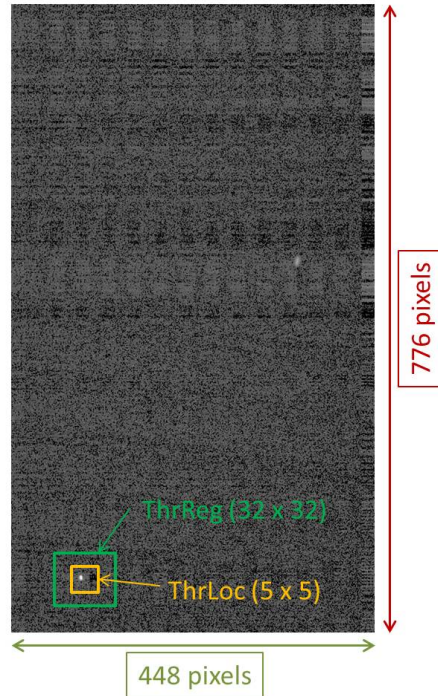
La caméra est positionnée de façon perpendiculaire à l'enceinte, de ce fait nous pouvons filmer les poussières à travers le hublot à différentes positions  $x$  dans le réacteur telle que le montre la figure 2.12b. Le support permet aussi de filmer avec différents angles pour atteindre des zones d'intérêt non accessibles perpendiculairement au hublot. L'objectif utilisé lors des campagnes d'imagerie rapide est un Nikkor 55mm f2,8 micro monté sur une bague allonge de 12 mm. Celui-ci ayant une distance de mise au point inférieure à une vingtaine de centimètre, il permet de descendre la caméra à quelques centimètres du hublot et d'avoir la fenêtre la plus large possible. La mise au point est faite à  $z = 3$  cm du fond du réacteur, plan dans lequel les poussières incandescentes sont observées.

#### 2.2.4. Analyse des films

Les films sont ensuite analysés à l'aide d'un programme écrit en langage Matlab, TRACE ("TRACKing and Classification of pin-point Event"). Cet algorithme a été développé à l'Institut Jean Lamour à Nancy [46]. Ce dernier est actuellement utilisé pour la reconstruction de trajectoires en trois dimensions dans les Tokamaks. Ce programme a deux fonctions principales: la détection des particules et leur suivi.

La détection des particules s'effectue image par image, chaque image étant analysée indépendamment. Pour déterminer si un pixel appartient à une particule, l'algorithme relève son intensité lumineuse (valeur du pixel) notée  $I_{pp}$  (Intensité Particule Potentielle). Ce pixel est effectivement considéré comme une particule si son intensité  $I_{pp}$  respecte les quatre conditions suivantes 2.13:

- $I_{pp}$  doit être un maximum local.
- $I_{pp}$  doit être supérieure à un seuil global défini sur toute la fenêtre de l'image, soit  $I_{pp} > Thr_{Glob}$ . Ce dernier paramètre est défini à partir de l'intensité moyenne de l'image et de sa déviation standard.
- $I_{pp}$  doit être supérieure à un seuil régional  $Thr_{Reg}$  défini sur une zone de  $32 \times 32$  pixels, centré sur le pixel d'intérêt.  $Thr_{Reg}$  est défini tel une fonction de l'intensité



**Fig. 2.13.** Schéma du principe de détection des poussières

maximum et minimum de cette zone.

- $I_{pp}$  doit être supérieure à un seuil local  $ThrLoc$  défini sur une zone de  $5 \times 5$  pixels, centré sur le pixel d'intérêt. Ce seuil est calculé à partir d'une discrétisation du seuil régional et de  $I_{pp}$ .

Si ces quatre conditions sont remplies alors le pixel étudié est considéré comme une particule réelle.

Les particules étant répertoriées, il faut maintenant définir la surface apparente de chaque particule et ceci pour chaque image du film. Pour déterminer si un pixel voisin à la particule appartient à la dite poussière il faut que son intensité lumineuse notée  $I_{pix}$  soit supérieure à un "seuil d'appartenance". Ce nouveau seuil dépend de deux paramètres :

- $I_{pp}$  est multipliée par un coefficient noté  $C_{pp}$  qui est inférieur à 1, soit:  $I_{pp} \times C_{pp}$ .

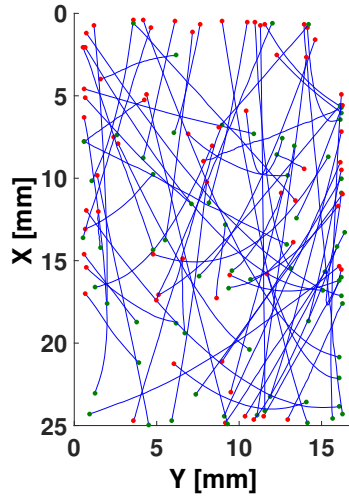
- L'intensité moyenne  $I_{moy}$  d'une fenêtre de taille  $10 \times 10$  centrée sur la particule est multipliée par un coefficient noté  $C_{moy}$  supérieur à 1, soit :  $I_{moy} \times C_{moy}$ .

Une fois le "seuil d'appartenance" déterminé, on vérifie que le pixel voisin a une intensité  $I_{pix}$  supérieure au "seuil d'appartenance". Si tel est le cas, il est considéré comme faisant parti de la particule réelle. La généralisation de cette procédure à tous les pixels entourant la particule potentielle permet ainsi de déterminer la surface apparente de la particule réelle. Enfin, il est important de pouvoir suivre chaque particule dans le temps, soit image par image, en relevant leurs positions successives. Cette procédure s'appelle le « suivi » ou « tracking » en anglais. Ceci revient à connecter entre elles les positions occupées par les particules sur des images successives. Pour se faire, l'algorithme envisage toutes les possibilités pour connecter entre elles les positions occupées par les particules d'une image à l'autre. La solution qui sera retenue par le programme est celle qui minimise la distance quadratique totale (le déplacement total).

Lors de cette procédure, deux paramètres sont particulièrement importants:

- Il est nécessaire de définir une vitesse maximale des poussières. Ce premier paramètre correspond donc à la distance maximale en pixel que peut parcourir une particule entre deux images. La définition de cette distance doit tenir compte de la densité de poussières présentes sur le film. En effet, il ne faut pas que la trajectoire de la particule suivie se reconnecte avec celle d'une autre.
- Il peut arriver aussi qu'une particule suivie ne soit plus détectée pendant quelques images consécutives. Il est donc important de définir un nombre d'image durant lequel on peut se permettre de perdre la poussière. Dans notre cas, l'incandescence des poussières nous permet de fixer ce paramètre à 0.

Une fois ces trois étapes effectuées, les données qui en ressortent sont stockées dans un tableau. Ce tableau comprend la position en x et en y du barycentre de la poussière, son intensité maximale, sa surface apparente, le numéro de l'image, le numéro associé à la particule, le type de particule, etc. C'est à partir de ces données que sont déterminées les



**Fig. 2.14.** Reconstruction des trajectoires après suivi. Les points verts et rouges représentent respectivement le début et la fin du suivi d'une poussière.

distributions des vitesses, les distributions d'accélération, les directions préférentielles des poussières, leurs trajectoires, etc.

Une fois le film traité, on vérifie si la détection des poussières est correctement effectuée. Pour cela on utilise un nouvel algorithme programmé en langage Matlab. Celui-ci va afficher des cercles sur les films traités. Si les cercles se superposent aux poussières présentes dans le plan focal, alors la détection est réussie. La qualité du film est aussi un élément clé pour assurer la détection des poussières. Lorsque les paramètres de détection sont corrects, on peut appliquer pour la suite de la série les mêmes critères. L'opération est répétée pour chaque série différente. À la fin nous conservons un fichier sous forme de tableau contenant toutes les informations nécessaires pour reconstruire les trajectoires des particules détectées, déterminer leur vitesse moyenne, angle moyen, etc. La figure 2.14 donne un exemple de la reconstruction de toutes les trajectoires des particules détectées durant un film.



# Chapitre 3

---

## Processus de chargement des poussières

Nous étudions le transport de particules incandescentes dans un plasma d'acétylène RCER. La charge d'une poussière joue un rôle clé sur son transport. L'objectif de ce chapitre est de comprendre les processus de chargement associé au chauffage des poussières.

Comme nous ne pouvons mener notre étude directement sur ces dernières, nous utilisons une sonde de Langmuir. En effet, sous certaines conditions de pression et à certaines positions dans le réacteur, nous observons un phénomène analogue à celui observé chez les poussières: la sonde devient incandescente.

En parallèle de ces mesures expérimentales, nous avons développé un modèle couplant les équations bilans des courants et des flux de chaleur reçus ou émis par la sonde. Afin de valider ce modèle, nous l'avons adapté à la géométrie cylindrique de la sonde, pour déterminer son potentiel flottant ainsi que sa température dans un plasma de gaz rare. Enfin, le modèle en géométrie sphérique nous permet de pouvoir estimer la charge des poussières.

Ce chapitre est basé sur un article soumis au journal Plasma Sources Science and Technology.

**Charging and heating processes of dust particles  
in a very low pressure ECR plasma.**

M. Rojo<sup>(1,2)</sup>, X. Glad<sup>(2)</sup>, S. Dap<sup>(1)</sup>, J. Margot<sup>(2)</sup>, R. Clergereaux<sup>(1)</sup>

(1) LAPLACE, Université Toulouse III Paul Sabatier, 118 route de Narbonne 31062 TOULOUSE CEDEX

9

(2) Groupe de physique des plasmas, Université de Montréal, 2900, boul. Édouard-Montpetit Montréal  
(Québec) H3T1J4

## Abstract

Dust particles are observed with the naked eye in ECR plasmas suggesting that they reach really high temperature. Measurements of the floating potential of a Langmuir probe immersed in the plasma, together with dust temperature estimations are reported. By coupling this experimental study with numerical simulations of the charge collection and heating process based on current and heat flux balance, the key role of energetic primary electrons present in ECR plasmas is emphasized. These electrons are found to be responsible for the observed very negative floating potential and for the high probe temperature. Numerical simulations show that the dust particles are still negatively charged even though they can reach temperatures near 1600 K.

## 3.1. Introduction

It is now admitted that dust particles can be formed in very low-pressure, low-temperature, reactive plasmas. These growth processes take place when the plasma density is high enough to allow an efficient and rapid electrostatic confinement of charged species in the plasma volume [47]. For example, in plasmas produced by an electromagnetic surface wave in argon/acetylene mixtures, where plasma densities is larger than  $10^{16}\text{m}^{-3}$  [48], dust particles of few 100 nm in radius can be formed at pressure smaller than 0.3 Pa [49].

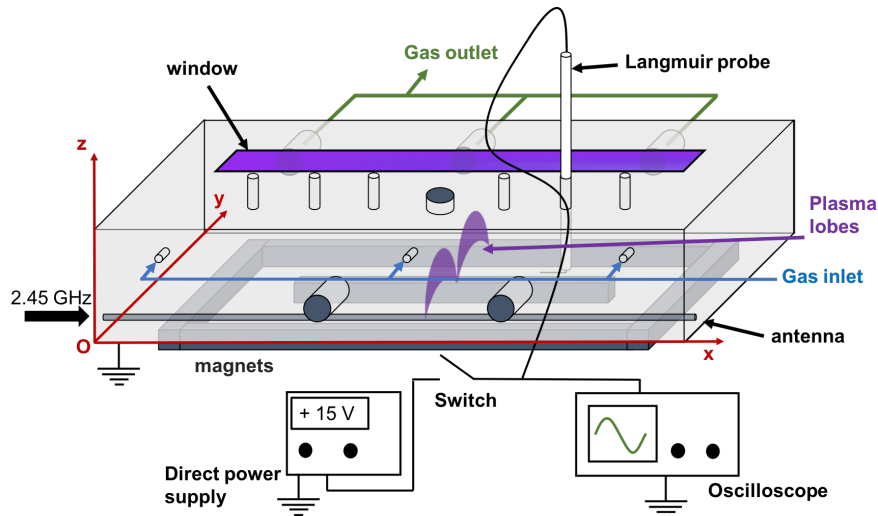
Sometimes, in such very low-pressure conditions, incandescent dust particles are observed [50, 51, 52]. This occurrence allows studying: (1) the dust particle dynamics in the plasma. For example, rapid imaging of dust particles produced in pure acetylene in plasmas excited at electron cyclotron resonance (ECR) shows anisotropic transport depending on the position in the reactor [53]; (2) the plasma characteristics. Considering dust particles as electrostatic probes immersed in the plasma [54], their transport and trapping bring local information about plasma properties such as the presence of electric field, gradients, etc.

The dynamic of dust particles is not only controlled by the local electromagnetic fields but also by the electrical charge they acquire. In low pressure conditions, the widely used model to estimate the charge of an isolated dust particle is the orbital motion limited (OML) theory [43]. This charge is proportional to the difference between the dust floating potential,  $V_f$ , and the plasma potential,  $V_p$ , is generally negative. However, the OML theory is sometimes inappropriate because as the dust particle charge is determined by the balance of electron and ion fluxes impinging and coming out from its surface, it can be positive in the presence of energetic electrons or when dust reaches high temperatures [55, 56]. In such cases, secondary electron emission (SEE) or thermoemission from the dust particle surface can strongly affect the current balance and consequently the electrical charge. Such phenomena are barely considered in cold plasmas where only one Maxwellian electron population is usually considered. The electron energy distribution function in ECR plasmas is actually more complex, these discharges presenting features similar to those of filamentary multipolar discharges [57, 30]. Indeed, in such plasmas, so-called “primary” electrons (that should be distinguished from “thermalized” ones with typical temperatures of a few eV) emitted from tungsten filaments negatively biased ( $V \approx -100$  V) are responsible for the ionization processes. In ECR plasmas, these “primary” electrons are produced by ECR heating. For the sake of clarity, this terminology of “primary” electrons will be kept in the whole paper. In addition, energetic electrons sometimes called “hot electrons” and corresponding to primary electrons having experienced a few collisions are sometimes observed in the tail of the EEDF [58]. The presence of incandescent dust particles suggests that their temperature is significantly high, which can affect the charging processes. For example, the transport of dust particles in fusion devices where similar incandescent dust particles are present, is modeled by considering simultaneously the different charging mechanisms, the heating and the ablation processes [59, 60]. It is difficult to study experimentally such processes on isolated dust particles. However, one can observe similar processes on a floating Langmuir probe inserted in the high magnetic field regions. Considering that similar mechanisms occur for dust particles and cylindrical probes, our study aims to investigate experimentally and numerically the charging and heating processes of dust particles in an ECR plasma by using a Langmuir probe as a simulated dust particle. The probes are used to (1) measure the floating potential with respect the plasma potential and (2) estimate the temperature

reached by the probe. To limit material deposition on the probe tip, the experiments are performed in plasmas produced in rare gases (argon or helium). The experimental results are compared with numerical simulations of the probe bias and heating processes. The key role of primary electrons is demonstrated. Experimental and numerical results are combined to estimate the dust particle charge and temperature.

### 3.2. Experimental Setup

Experiments are carried out in the stainless-steel vacuum chamber schematized in figure 3.1. The inner dimensions of the chamber are 1.1 m (x-axis)  $\times$  160 mm (y-axis)  $\times$  120 mm (z-axis). The multipolar magnetic field structure is formed by parallel samarium-cobalt bars arranged with alternating polarities (rectangular racetrack). Along the x-axis, the magnetic field is assumed to be invariant under translation except at the extremities ( $x < 200$  and  $x > 900$  mm) where the closed magnetic racetrack is forming magnetic corners. In the (y,z)-plane, the topography of the magnetic field exhibits cusps – where the B-field lines are converging towards or diverging out of the magnetic poles – and lobes, in between two magnets. In this plane, the B-field decreases along the z-axis range from 1300 (z = 10 mm) to 10 Gauss (z = 100 mm).



**Fig. 3.1.** Sketch of the reactor and experimental set-up.

The plasma is generated by injecting microwave power (2.45 GHz) produced by a solid-state generator (SAIREM GMS 200W), in a 1.1 m long antenna. For all experiments, the input power was set to 150 W. A triple stub was used for impedance matching allowing the

reflected power to remain below 1 W. Rotary and turbomolecular pumps were used to reach a base vacuum better than  $10^{-3}$  Pa. Argon or helium was injected through a throttle valve and maintained at a pressure ranging from 0.1 to 2 mTorr for argon and 0.1 to 3.5 mTorr for helium.

A cylindrical electrostatic probe is introduced from the top of the reactor through the magnetic lobe at  $x = 250$  mm. The probe tip is oriented along the x-axis, i.e. perpendicular to the magnetic field, and mounted on a translation stage enabling to scan its position from  $z = 10$  to  $z = 100$  mm with a 5 mm step, each position corresponding to a different B-field intensity. Note that in contrast with an isolated dust particle, the probe is cylindrical and connected to an electrical circuit. Therefore, heat is conducted along the metallic probe tip, and consequently a heat flux is oriented from the tip to the tip-holder. To reduce this effect, a thin (radius,  $r_p = 62.5 \mu\text{m}$ ) and long (length,  $l_p = 25$  mm) tip is used. The cable linked to the probe is  $L_{\text{wire}} \approx 1$  m. The Langmuir probe enables three kinds of measurements, namely (1) the determination of plasma parameters (plasma density, potential and electronic temperature) using a homemade system, (2) the floating potential using a power supply (LAMBDA, LPD-425A-FM-W) and an oscilloscope (Lecroy, Wavejet 314a) and (3) the plasma conditions required to melt the probe tip for different metals. Additionally, an optical fiber connected to a spectrometer (Jobin Yvon, VS140) is focused towards the probe tip to analyze the light that it emits.

### 3.3. Experimental results

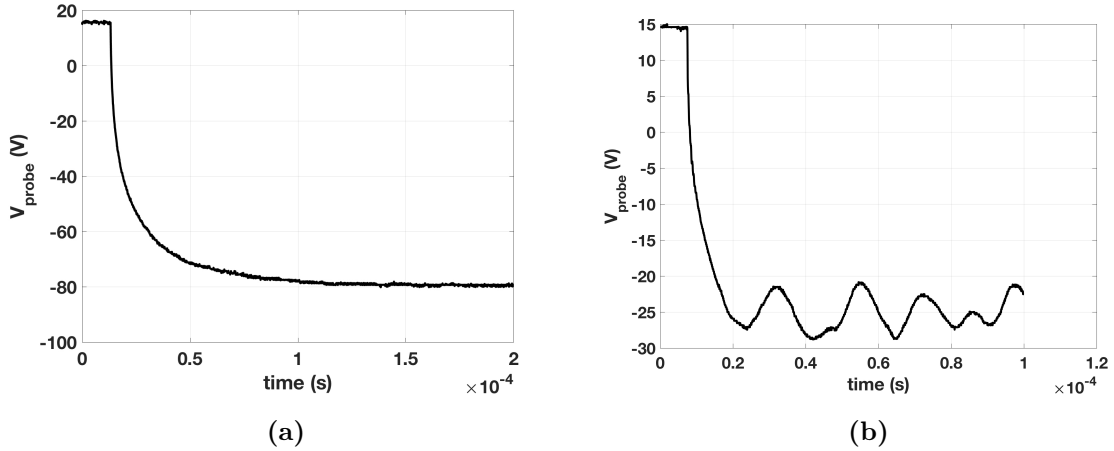
#### 3.3.1. Determination of plasma parameters

Langmuir probe measurements are first performed in argon or helium for different pressures and positions along the z-axis using a cylindrical tungsten probe for a rough characterization of the plasma characteristics (Druyvesteyn Method). In both gases, the plasma potential,  $V_p$ , is found constant all along the z-axis at 15 V in argon and 11 V in helium, independently of the working pressure. In comparison, the floating potential,  $V_f$ , strongly varies (see section 3.3.2). In addition, the electron density,  $n_e$ , and the average electron temperature,  $T_e$ , are estimated considering a Maxwellian distribution function. Their value at  $z = 35$  mm, i.e. just above the region where incandescent dust particles are visually

observed in acetylene, are  $n_e \approx 5.1^{16} \text{m}^{-3}$  and  $T_e \approx 5 \text{ eV}$  in argon and  $7 \text{ eV}$  in helium. These data will be used as input parameters in sections 3.4.1, 3.4.2 and 3.4.3.

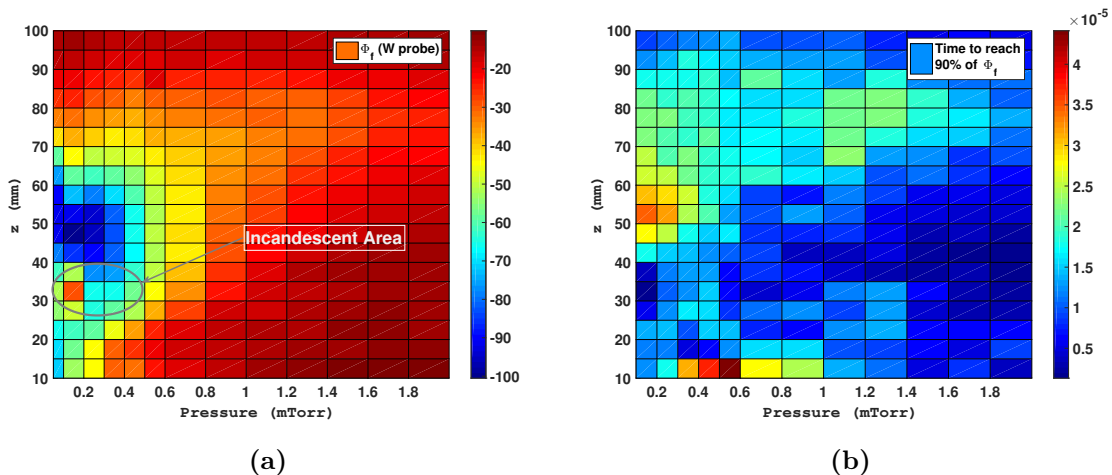
### 3.3.2. Establishment of the floating potential

The time evolution of the probe potential was measured in different plasma conditions. The probe was initially isolated from the external circuit, i.e. set at  $V_f$ . A switch located between the probe and the DC power supply enables temporarily (a few ms) (1) to fix near  $V_p$  the previously measured probe bias, and (2), when released, to measure the time evolution of the probe potential,  $V_{\text{probe}}$ . This set of experiments was performed as as quickly as possible to limit the variations of the probe temperature when biasing near  $V_p$ .



**Fig. 3.2.** Time evolution of a cylindrical tungsten probe potential relatively to the ground in an argon plasma at (a)  $z = 50 \text{ mm}$ ,  $p = 0.2 \text{ mTorr}$  and (b)  $z = 35 \text{ mm}$ ,  $p = 0.6 \text{ mTorr}$ .

Figure 3.2 shows the time evolution of the probe potential,  $V_{\text{probe}}$ , measured in argon in two cases, namely (a)  $z = 50 \text{ mm}$ ,  $p = 0.2 \text{ mTorr}$  and (b)  $z = 35 \text{ mm}$ ,  $p = 0.6 \text{ mTorr}$ . The probe potential is always lower than the plasma potential and it decreases down to the floating potential in the first tens of  $\mu\text{s}$ . Measurements performed for pressure ranging between 0.1 and 2 mTorr along the  $z$ -axis allow to determine  $V_f(p,z)$  or  $\Phi_f(p,z) = V_f(p,z) - V_p$ , as well as the characteristic time,  $t_{90}(p,z)$ , corresponding to the time when the probe potential is equal to 90% of  $V_f$ . Note that, in some conditions (Figure 3.2b), oscillations appear. Therefore, to determine  $V_f$ , the probe potential is averaged over several oscillations, which reduces the artifacts related to these instabilities.

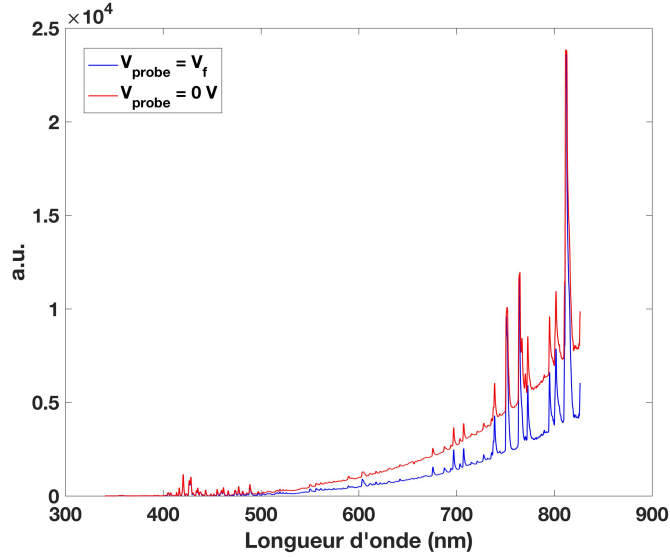


**Fig. 3.3.** Variations of (a) the difference of potential,  $\Phi_f = V_f - V_p$  (in V), and (b) the characteristic time,  $t_{90}$  (in s), as a function of the  $z$ -position and of the working pressure in argon plasmas.

The values of  $\Phi_f(p,z)$  and  $t_{90}(p,z)$  measured in argon plasmas are reported in figures 3.3a and 3.3b, respectively.  $\Phi_f$  ranges from  $-10$  to  $-100$  V. Independently of the position, for  $p > 1$  mTorr, it remains above  $-30$  V. In contrast, at lower pressure,  $\Phi_f$  highly varies along the  $z$ -axis. For  $p < 0.5$  mTorr and  $z < 60$  mm, it reaches very negative values down to  $-95$  V at  $z = 45$  mm for  $p = 0.1$  mTorr. This condition corresponds to a magnetic field of about 200 Gauss and to the lowest pressure studied. In addition, whatever the experimental conditions are, the characteristic time  $t_{90}$ , which is about of a few tens of  $\mu\text{s}$  (figure 3.3b), increases as  $\Phi_f$  decreases, except when the oscillations occurring in figure 3.2b are observed.

### 3.3.3. Incandescence of probe tip

It was observed in previous experiments that the probe tip becomes incandescent when the experimental conditions are in the  $(p,z)$  domain delimited by a circle in figure 3.3a. It occurs at low pressure in the high magnetic field region ( $z = 30 - 40$  mm from the bottom of the plasma reactor). This position corresponds to that where incandescent dust particles are observed in acetylene. From Figure 3.3a, the probe is significantly heated when the potential is strongly negative i.e. ranging from  $-70$  to  $-50$  V. At this potential, thermalized electrons with temperature of 5 or 7 eV, as previously measured, are efficiently repelled. Therefore, they are unable to significantly heat the probe.



**Fig. 3.4.** Spectra of the light emitted by an incandescent probe ( $z = 35\text{mm}$ ,  $p = 0.2\text{mTorr}$  in argon). The probe is grounded ( $V_{\text{probe}} = 0\text{V}$  in red) or floating ( $V_{\text{probe}} = V_f = -65\text{V}$  in blue).

To gain further insight on the mechanisms involved, we recorded the light emitted from the probe by optical emission spectroscopy (OES). A typical example is provided in figure 3.4. The emitted light results from the superimposition of argon lines and of a continuous signal corresponding to the incandescence of the probe tip. The emission of the probe depends of the potential. Indeed, the light emission increases when  $V_{\text{probe}}$  is varied from the floating potential ( $V_{\text{probe}} = V_f = -65\text{ V}$ ) to the ground ( $V_{\text{probe}} = 0\text{ V}$ ). Consequently, the ions cannot be considered as the heating source since more of them are collected when the probe is more negatively biased. Hence, only the primary electron population can explain the very negative floating potential and the probe heating. This suggests that the area reported in figure 3.3a corresponds to regions associated to a high density of primary electrons.

### 3.3.4. Estimation of probe temperature

In our previous experiments, the tungsten tip never melted, indicating that the fusion temperature (3795 K) was never reached. To estimate the probe temperature, we used copper, nickel, titanium or platinum as the fusion temperature of such materials ranges from 1358 to 2041 K (table 3.1). Probes were inserted in the reactor at  $z = 35\text{ mm}$ . The plasma was ignited in argon and helium with an initial pressure set to 1 or 3 mTorr respectively. The pressure was then progressively decreased until the probe tip melts. The pressure



corresponding to the observed fusion temperature as well as the corresponding potential  $\Phi_{f,melt} = V_{f,melt} - V_p$ , are reported in table 3.1.

Materials	$T_{\text{fusion}}$ (K)	$p$ (mTorr)		$\Phi_{f,melt}$ (V)	
		Ar	He	Ar	He
Cu	1358	0.5	-	-28.5 (-50)	-
Ni	1728	0.2	2	-39 (-77)	-42
Ti	1941	0.1	1.2	-38 (-52)	-53
Pt	2041	X	1	X	-19
W	3795	X	X	X	X

**Tab. 3.1.** Working pressure to melt different probe tip materials in argon and helium plasma. The potential difference at the fusion temperature is compared to that obtained on a tungsten probe.

In Table 1, the hyphens for the copper tip in helium mean that the measurement was not taken while the crosses mean that the tip did not melt.

Note that there is no obvious relationship between  $\Phi_{f,melt}$  and the probe tip temperature in argon and helium. Indeed, as reported in Figure 3.3a and as written in brackets, the floating potential measured on a tungsten probe is not monotonous with the pressure, suggesting that different mechanisms are controlling the floating potential at high temperature. In addition, the comparison of the values obtained for tungsten or for the different other materials highlight a real role of material properties.

Several observations can be made from Table 3.1 concerning the probe temperature. First, it can reach temperatures higher than 2000 K in the range of pressure studied. In addition, regardless the gas nature, the probe temperature increases as the working pressure decreases. Moreover, for a given tip material, the melting pressure is always higher in helium than in argon. While Cu always melts in helium, it happens only below 0.5 mTorr in argon. Similarly, while Pt does not melt even at pressure as low as 0.1 mTorr in argon, it occurs below 1 mTorr in helium. Therefore, at a given pressure, heating appears more important in helium than in argon.

It is well known that the energy of the primary electron population is controlled by the pressure because of the electron-neutral collisions [61]. Indeed, the electron-neutral collision frequency is proportional to the gas density,  $N_{\text{gas}}$ :

$$\nu_{e-n}(E) = \sigma_{e-n} \sqrt{\frac{2eE_p}{m_e}} N_{\text{gas}} \quad (3.3.1)$$

where  $e$  and  $m_e$  represent the electron charge and the electron mass respectively, and where  $E_p$  is the energy of the incident primary electron in eV. The value of  $\nu_{e-n}$  is estimated considering the electron-neutral collision cross-section,  $\sigma_{e-n}$ , from Biagi et al. [62]. For primary electrons of  $E_p = 100$  eV [63, 64, 65], the collision frequency at  $p = 2$  mTorr is  $\nu_{e-n} = 5.7$  MHz for argon and 1.0 MHz in helium. This difference is related to the lower electron-neutral collision cross-section in helium, which means that the primary electrons experience less collisions in helium than in argon. The primary electrons can transfer their energy to the probe and allow (in helium) or not (in argon) the nickel tip melting, in good agreement with our experiments (Table 3.1). In addition, when decreasing the pressure down to  $p = 0.2$  mTorr in argon, the collision frequency reduces to  $\nu_{e-n} = 0.6$  MHz, i.e. similar to the one found in helium at  $p = 2$  mTorr: hence, in that condition, the probe tip melts. A similar comparison can be drawn for the other materials.

Probe measurements along the  $z$ -axis for different working pressures allow to understand the effect of primary electrons. Indeed, this effect depends on the working pressure through the collision frequency and on the magnetic field i.e. on the  $z$ -position. When increasing the pressure, the primary electrons undergo more collisions with the neutral species, resulting in a decrease of their mean energy and of their confinement in the magnetic field.

As an intermediate conclusion, the negative value of  $\Phi_f$  [63, 64] as well as the high temperature of the probe are directly related to the primary electrons. To understand our experimental observations, a numerical model is developed. In the following sections, it is developed for a cylindrical probe, compared to the experimental results and finally extended to spherical dust particles.

### 3.4. Description of the model

The charge collection and heating mechanism is modelled using the current and heat balance equations. To simplify the calculations, the effect of the magnetic field on the collected currents is neglected. Indeed, the Larmor radius of electrons ( $T_e = 5$  eV) and  $\text{Ar}^+$

ions ( $T_i = 0.2$  eV) are  $R_{Le} \approx 0.17$  mm and  $R_{Li} \approx 9.2$  mm respectively. Their Larmor radius is then larger than the radius of the probe where  $r_p = 0.067$  mm.

### 3.4.1. Current balance

The current balance equation describes the sum of all the currents flowing to and out of the floating object:

$$C_d \frac{d\Phi}{dt} = \sum_j I_j \quad (3.4.1)$$

where  $C_d$  is the capacitance and  $\Phi = V_{\text{probe}} - V_p$ . The current is assumed to be composed of 6 components related to ions,  $I_i$ , thermalized electrons,  $I_e$ , primary electrons,  $I_{e,p}$ , secondary electrons associated to thermalized electrons,  $I_{se}$ , and to primary electrons,  $I_{se,p}$ , and finally the current due to thermionic emission,  $I_{th}$ . Equation 3.4.1 thus becomes:

$$C_d \frac{d\Phi}{dt} = I_i + I_e + I_{se} + I_{e,p} + I_{se,p} + I_{th} \quad (3.4.2)$$

The currents due to ions and electrons are derived from the orbital-motion-limited (OML) theory. However, in the case of primary electrons, it remains to determine which population should be considered and which type of distribution should be used. In the literature, the primary electrons are described either by a Dirac distribution i.e. a mono-energetic population [63, 64, 65, 66] or by a Maxwellian distribution function [67]. These two cases will be investigated in the present work by characterizing the population of primary electrons either by a single energy  $E_p$  or by an electron temperature  $T_{e,p}$ . These primary electrons will contribute to the current in addition to the thermalized electrons associated to the electron temperature  $T_e$ .

The following part deals with the definition of the equations used in the model. They are defined in the two geometries considered, *i.e.* cylindrical for a probe and spherical for a dust particle.

- **Capacitance:**

Calculation of the probe capacitance of a probe requires to consider the probe tip directly immersed in the plasma, as well as the whole electrical circuit. For the cylindrical geometry, the capacitance is written:

$$C_d = \frac{2\pi\epsilon_0 L_{\text{wire}}}{\log\left(\frac{2\lambda_D + r_p}{r_p}\right)} \quad (3.4.3)$$

where,  $\epsilon_0, \lambda_D$  and  $r_p$  are the vacuum permittivity, the Debye length and the probe radius respectively.  $L_{\text{wire}}$  represents the total length of the cable linked to the probe.

For a dust particle immersed in the plasma, the capacitance is given by the OML model applied to a spherical geometry [20]:

$$C_d = 4\pi\epsilon_0 r_d \left(1 + \frac{r_d}{\lambda_D}\right) \quad (3.4.4)$$

where  $r_d$  the dust particle radius.

• **Ion and electron currents on a cylindrical probe:**

Depending on the probe potential  $\Phi$ , the ion current is described by the following equations:

$$I_i = \frac{1}{4} A_p n_i \sqrt{\frac{8k_B T_i}{\pi m_i}} F_{\text{OML},i} \quad \text{for } \Phi \leq 0, \quad (3.4.5)$$

$$I_i = \frac{1}{4} A_p n_i \sqrt{\frac{8k_B T_i}{\pi m_i}} \exp\left(\frac{-e\Phi}{k_B T_i}\right) \quad \text{for } \Phi > 0 \quad (3.4.6)$$

where  $A_p$  is the probe area,  $T_i$ ,  $n_i$  and  $m_i$  the ion temperature, density and mass respectively,  $k_B$  the Boltzmann constant.

Thermalized and primary electrons can be described by a Maxwellian distribution function. The sum of their related currents is described by:

$$I_{e,(p)} = \frac{1}{4} A_p n_e \sqrt{\frac{8k_B T_{e,(p)}}{\pi m_e}} \exp\left(\frac{e\Phi}{k_B T_e}\right) \quad \text{for } \Phi \leq 0 \quad (3.4.7)$$

$$I_{e,(p)} = \frac{1}{4} A_p n_e \sqrt{\frac{8k_B T_{e,(p)}}{\pi m_e}} F_{\text{OML},e,(p)} \quad \text{for } \Phi > 0 \quad (3.4.8)$$

where  $T_{e,(p)}$  is the electron temperature associated to either thermalized or energetic electrons.  $F_{\text{OML}}$  is the function defined by Langmuir and Mott-Smith [43] ] and given by the following equation for ions and electrons respectively:

$$F_{\text{OML},i} = \frac{2}{\sqrt{\pi}} \sqrt{-\frac{e\Phi}{k_B T_i}} + \exp\left(-\frac{e\Phi}{k_B T_i}\right) \left[1 - \operatorname{erf}\left(\sqrt{-\frac{e\Phi}{k_B T_i}}\right)\right] \quad (3.4.9)$$

and

$$F_{\text{OML},e,(p)} = \frac{2}{\sqrt{\pi}} \sqrt{\frac{e\Phi}{k_B T_{e,(p)}}} + \exp\left(\frac{e\Phi}{k_B T_{e,(p)}}\right) \left[1 - \operatorname{erf}\left(\sqrt{\frac{e\Phi}{k_B T_{e,(p)}}}\right)\right] \quad (3.4.10)$$

In the case where the primary electron population is described by a Dirac distribution at the energy  $E_p$  rather than by a Maxwellian distribution, the current is given by [43]:

$$I_{e,p} = \frac{A_p}{2\pi} e n_{e,(p)} \sqrt{\frac{2eE_p}{m_e}} f_{e,p} \quad (3.4.11)$$

with

$$f_{e,p} = \sqrt{\frac{\Phi}{E_p}} + \left(1 + \frac{\Phi}{E_p}\right) \sin^{-1}\left(\frac{E_p}{E_p + \Phi}\right) \quad \text{for } \Phi \geq 0, \quad (3.4.12)$$

$$f_{e,p} = \left(1 + \frac{\Phi}{E_p}\right) \quad \text{for } \Phi < 0, |\Phi| < E_p \quad (3.4.13)$$

$$f_{e,p} = 0 \quad \text{for } \Phi < 0, |\Phi| \geq E_p \quad (3.4.14)$$

• **Ion and electron currents on a spherical dust:**

For spherical geometry, the ion current is :

$$I_i = \frac{1}{4} A_p e n_i \sqrt{\frac{8k_B T_i}{\pi m_i}} \left(1 - \frac{e\Phi}{k_B T_i}\right) \quad \text{for } \Phi \leq 0, \quad (3.4.15)$$

$$I_i = \frac{1}{4} A_p e n_i \sqrt{\frac{8k_B T_i}{\pi m_i}} \exp\left(\frac{-e\Phi}{k_B T_i}\right) \quad \text{for } \Phi > 0 \quad (3.4.16)$$

On the other hand, for a bi-Maxwellian distribution function, the current due both thermalized and primary electrons (p) can be expressed as:

$$I_{e,(p)} = \frac{1}{4} A_p n_{e,(p)} \sqrt{\frac{8k_B T_{e,(p)}}{\pi m_e}} \exp\left(\frac{e\Phi}{k_B T_{e,(p)}}\right) \quad \text{for } \Phi \leq 0, \quad (3.4.17)$$

$$I_{e,(p)} = \frac{1}{4} A_p n_{e,(p)} \sqrt{\frac{8k_B T_{e,(p)}}{\pi m_e}} \left(1 + \frac{e\Phi}{k_B T_{e,(p)}}\right) \quad \text{for } \Phi > 0 \quad (3.4.18)$$

If the energy distribution is described by a Dirac distribution, the primary electronic current rather is:

$$I_{e,p} = \frac{A_p}{2\pi} n_{e,(p)} \sqrt{\frac{2eE_p}{m_e}} f_{e,p} \quad (3.4.19)$$

with

$$f_{e,p} = \left(1 + \frac{\Phi}{E_p}\right) \quad \text{for } \Phi \geq 0 \text{ and for } \Phi \leq 0 \text{ if } |\Phi| < E_p \quad (3.4.20)$$

$$f_{e,p} = 0 \quad \text{elsewhere} \quad (3.4.21)$$

- **Secondary electronic emission currents:**

The secondary electron current can be described by the expression established by Meyer-Vernet [56] and reformulated by Shukla [20] as follows:

$$I_{se,(p)} = A_p n_{e,(p)} \frac{2\pi}{m_e^2} \int_0^\infty E \delta_{se}(E) f(E - e\Phi) dE \quad \text{for } \Phi \leq 0 \quad (3.4.22)$$

$$I_{se,(p)} = A_p n_{e,(p)} \frac{2\pi}{m_e^2} \exp\left(-\frac{e\Phi}{k_B T_{se}}\right) \left(1 + \frac{e\Phi}{k_B T_{se}}\right) \times \int_{e\Phi}^\infty E \delta_{se}(E) f(E - e\Phi) dE \quad \text{for } \Phi > 0 \quad (3.4.23)$$

where,  $T_{se}$  represents the temperature of emitted electrons and is taken to be about 3eV [68]. The secondary emission yield will be approximated by the widely used Sternglass formula [20]:

$$\delta_{se}(E) = 7.4 \frac{E}{E_m} \delta_m \exp\left(-2\sqrt{\frac{E}{E_m}}\right) \quad (3.4.24)$$

where  $E$  is the energy of the incident electrons,  $\delta_m$  is the maximal value of secondary emission yield associated with the energy  $E_m$ . In 3.4.23,  $f(E - e\Phi)$ , represents the electron energy distribution function assumed to be either Maxwellian:

$$f(E - e\Phi) = f_{\text{Maxwell}}(E - e\Phi) = \left( \frac{m_e}{2\pi k_B T_{e,(p)}} \right)^{3/2} \exp \left( -\frac{E - e\Phi}{k_B T_{e,(p)}} \right) \quad (3.4.25)$$

or mono-energetic [63]:

$$f(E - e\Phi) = f_{\text{Dirac}}(E - e\Phi) = \frac{m_e}{4\pi v_{ep}} \delta(E - (E_p + \Phi)) \quad (3.4.26)$$

with  $v_{ep} = \sqrt{2eE_p}/m_e$  the velocity of monoenergetic electrons.

The secondary emission current is calculated by inserting this distribution function in equation 3.4.22 and 3.4.23. Of course, if the energy of primary electrons  $E_p$  is below  $|e\Phi|$ ,  $I_{e,p} = I_{se,p} = 0$  because no primary electron is able to reach the probe.

- **Thermionic currents:**

Finally, the thermionic current is given by the Dushman-Richardson law [60]:

$$I_{th} = \frac{A_p 4\pi e m_e (k_B T_d)^2}{h^3} \exp \left( -\frac{W}{k_B T_d} \right) \quad \text{for } \Phi \leq 0 \quad (3.4.27)$$

$$I_{th} = \frac{A_p 4\pi e m_e (k_B T_d)^2}{h^3} \left( 1 + \frac{e\Phi}{k_B T_d} \right) \exp \left( -\frac{W + e\Phi}{k_B T_d} \right) \quad \text{for } \Phi > 0 \quad (3.4.28)$$

where  $h$  is the Planck constant and  $W$  the work function of the material. As the thermionic current depends on the dust temperature,  $T_d$ , the problem needs to be considered in the model as detailed below.

### 3.4.2. Heat balance

The heat balance equation is given by:

$$m C_p \frac{dT}{dt} = \sum_j Q_j = Q_e + Q_{e,p} + Q_i - Q_{se} - Q_{se,p} - Q_{th} - Q_{rad} - Q_n \quad (3.4.29)$$

where  $m$ ,  $C_p$ , and  $T$  represent respectively the mass, the specific heat and the temperature of the immersed object (probe or dust) respectively. As for  $Q_e$ ,  $Q_{e,p}$ ,  $Q_i$ ,  $Q_{se}$ , and  $Q_{se,p}$ ,

they represent the heat fluxes associated to electrons, primary electrons, ions, and to the secondary electrons resulting from electrons ( $Q_{se}$ ) and from the primary electrons ( $Q_{se,p}$ ). In addition,  $Q_{th}$ ,  $Q_{rad}$  and  $Q_n$  are the thermionic, radiative and neutral heat fluxes, respectively. As a rough approximation, equation 3.4.29 can be solved by considering the specific heat,  $C_p$  independent of the temperature.

- **Electronic and ionic heat fluxes:**

The heat fluxes related to electrons and ions are proportional to the corresponding currents [69]. Therefore, they can be expressed as follows:

- For ions,

$$Q_i = \frac{k_B T_i}{e} \left( \frac{2 - \frac{e\Phi}{k_B T_i}}{1 - \frac{e\Phi}{k_B T_i}} - \frac{e\Phi}{k_B T_i} \right) I_i \quad \text{for } \Phi \leq 0 \quad (3.4.30)$$

$$Q_i = 2 \frac{k_B T_i}{e} I_i \quad \text{for } \Phi > 0 \quad (3.4.31)$$

- For thermalized and primary electrons as well as for secondary electrons and those due to the thermionic emitted:

$$Q_{e,(p)/th/se,(p)} = 2 \frac{k_B T_{e,(p)/th/se,(p)}}{e} |I_{e,(p)/th/se,(p)}| \quad \text{for } \Phi \leq 0 \quad (3.4.32)$$

$$Q_{e,(p)/th/se,(p)} = \frac{k_B T_{e,(p)/th/se,(p)}}{e} \quad (3.4.33)$$

$$\left( \frac{2 - \frac{e\Phi}{k_B T_{e,(p)/th/se,(p)}}}{1 - \frac{e\Phi}{k_B T_{e,(p)/th/se,(p)}}} - \frac{e\Phi}{k_B T_{e,(p)/th/se,(p)}} \right) |I_{e,(p)/th/se,(p)}| \quad \text{for } \Phi > 0 \quad (3.4.34)$$

- **Neutral heat fluxes:**

$$Q_n = 2k_B T_n N_{gas} v_{th,n} \quad (3.4.35)$$

Where  $T_n$ ,  $N_{gas}$  and  $v_{th,n} = \sqrt{\frac{8k_B T_n}{\pi m_i}}$  are the neutral temperature, density and thermal speed respectively.

- **Radiative heat fluxes:**



$$Q_n = A_{p/d} \sigma \epsilon \left( T_{p/d}^4 - T_{\text{wall}}^4 \right) \quad (3.4.36)$$

Where  $A_{p/d}$ ,  $\sigma$ ,  $\epsilon$ ,  $T_{\text{wall}}$  and  $T_{p/d}$  represent the probe/dust surface, Stefan constant, the emissivity of the material, the temperature of the reactor's wall and the temperature of the probe/dust respectively. We assume that the temperature of the walls and the neutral gas are 300 K. Similarly to  $C_p$ , we assume that the emissivity,  $\epsilon$  is constant.

### 3.4.3. Method of Calculation

The model describes how the floating potential and the temperature of the probe tip are established as a function of time. Table 3.2 summarizes the values of the specific heat  $C_p$ , the density  $\rho$ , the work function  $W$ , and of the emissivity  $\epsilon$  used in the heat balance equations. The values of the maximum of the secondary emission coefficient yield,  $\delta_m$  at the energy value  $E_m$  used in the current balance equation. All these values are used in the model.

Materials	$C_p$ (J.kg <sup>-1</sup> .K <sup>-1</sup> )	$\rho$ (kg.m <sup>-3</sup> )	$W$ (eV)	$E_m$ (eV)	$\delta_m$	$\epsilon$
Cu	1358	8960	4.7	550	1.4	0.26
Ni	1728	8900	5	500	1.3	0.19
Ti	1941	4500	4.3	250	1.0	0.36
Pt	2041	21450	5.6	750	1.8	0.1
W	3795	19300	4.5	700	1.4	0.4

**Tab. 3.2.** Parameters of the materials used in the experimental part and introduced in the numerical simulations as input parameters of the probe tips [1, 2, 3].

The Langmuir probe measurements (plasma density and thermalized electron temperature; see section 3.3.1) are used as inputs for the plasma parameters. In addition, according to Nakano et al. [70], the ion temperature  $T_i$  is set to 0.2 eV. The two parameters varied in the calculations are the fraction of primary electrons density compared to the plasma density, as well as their energy (mono-energetic distribution) or temperature (Maxwellian distribution). The density of primary electrons,  $n_{e,p}$ , is tuned by changing the ratio  $\eta = n_{e,p}/n_0$

where  $n_0$  is the plasma density, i.e.  $n_0 = n_i = n_e + n_{e,p}$ . Calculations are performed for different values of  $\eta$  and of either  $T_{e,p}$  or  $E_p$ . The model output provides the time evolution of the probe potential  $\Phi(t) = V_{\text{probe}}(t) - V_p$  and of the probe temperature  $T_p$ . Comparison with the experimental results includes the potential difference  $\Phi_f = V_f - V_p$ , the final probe temperature at  $\Phi_f$ ,  $T(p, \Phi_f)$ , as well as the characteristic time  $t_{90}$  where the probe potential is equal to 90% of  $V_f$  (see Section 3.3.2).

Similar initial conditions have to be used to compare both numerical and experimental results. Experimentally, the probe tip gets incandescent at the floating potential as soon as it is immersed in the plasma at the corresponding  $z$ -position. Note that the corresponding probe temperature, i.e.  $T_{p, \Phi_f}$ , is however unknown. The initial experimental conditions thus correspond to  $\Phi = 0$  and  $T = T_{p, \Phi_f}$ . A first run is therefore performed with the initial conditions  $\Phi = 0$  and  $T = 300$  K to determine the probe temperature  $T_{p, \Phi_f}$  in the steady state. A second computation is further performed starting from  $\Phi = 0$  and the obtained value  $T = T_{p, \Phi_f}$ . This second computation provides the experimental evolution of  $\Phi(t)$  and an estimate of  $t_{90}$ . It should be emphasized that changing the initial conditions does not influence the results once the steady state is reached.

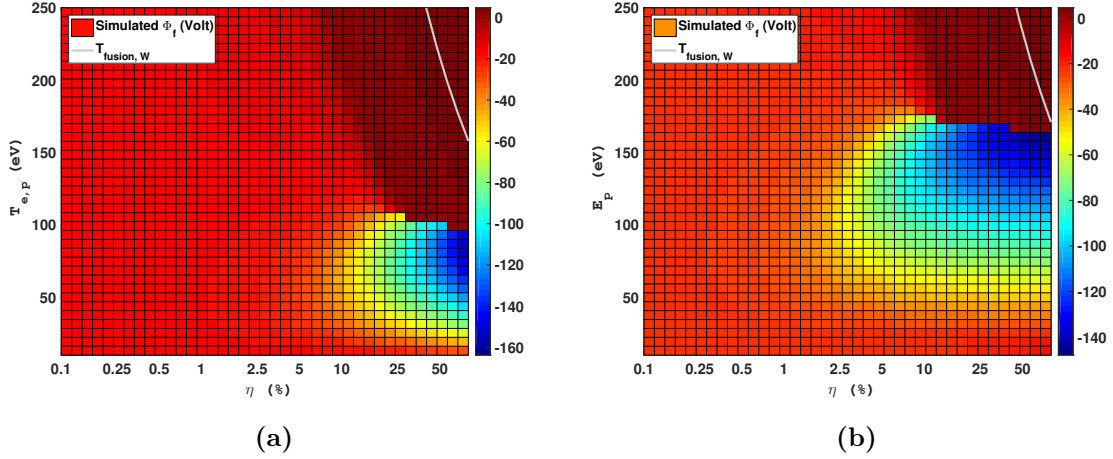
## 3.5. Numerical results

### 3.5.1. Stationary state

In this section, the results obtained in the steady state, namely  $\Phi_f$  and  $T_{p, \Phi_f}$  are presented together with the characteristic time  $t_{90}$ . Figure 3.5 shows the variation of the floating potential  $\Phi_f$  in a steady-state argon plasma in the steady state considering that the primary electron distribution function is either (a) Maxwellian or (b) mono-energetic.

The overall behavior of the floating potential is similar whether a Maxwellian or a mono-energetic distribution is considered. In addition, the floating potential exhibits strong variations ranging from  $-140$  to  $5$  V like those determined experimentally. Furthermore, from Figure 3.5, three distinct regions can be identified.

- (1) Moderate densities and low temperature/energy of primary electrons: in this region (defined by (a)  $\eta < 10\%$  and/or  $T_{e,p} < 20$  eV or (b)  $\eta < 2.5\%$  and/or  $E_p < 50$  eV),  $\Phi_f$  is negative and its absolute value remains smaller than  $60$  V. Such values of

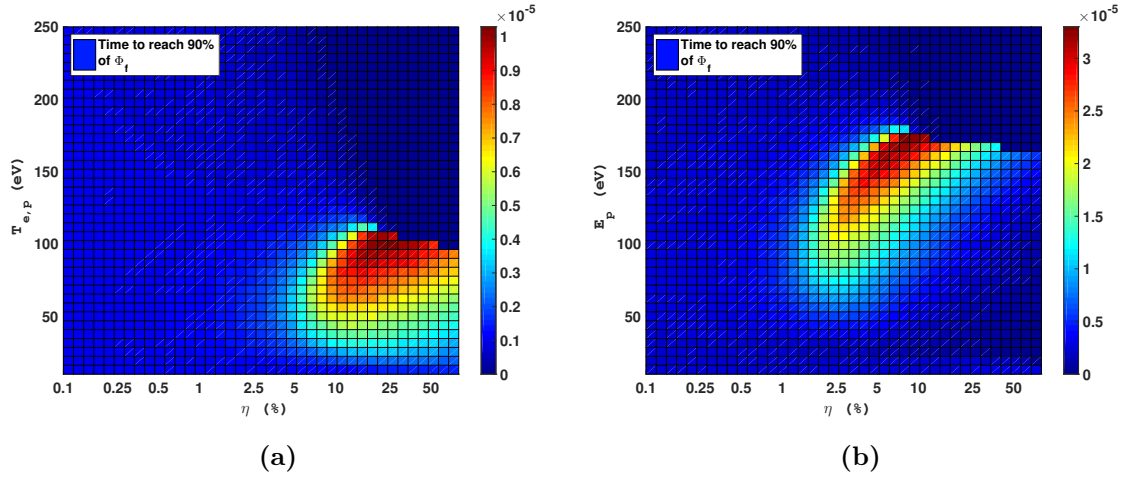


**Fig. 3.5.** : Floating potential  $\Phi_f$  as a function of the fraction of primary electrons  $\eta = n_{e,p}/n_0$ , for an electron distribution function either (a) Maxwellian with temperature  $T_{e,p}$  or (b) mono-energetic with energy  $E_p$ .

$\Phi_f$  correspond to the experimental conditions where  $p > 0.5$  mTorr and  $z > 60$  mm (Figure 3.3a)).

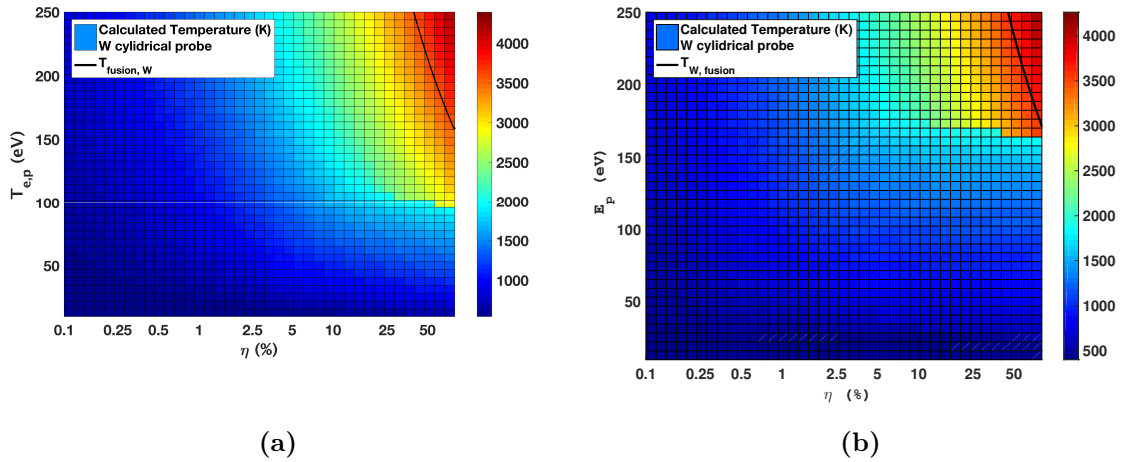
- (2) High density and moderate temperature/energy of primary electrons: in this region (defined by (a)  $\eta > 10\%$  and  $T_{e,p} < 100$  eV or (b)  $\eta > 2.5\%$  and  $E_p < 160$  eV),  $\Phi_f$  reaches very negative values, as large as  $-140$  V. Such values of  $\phi_f$  corresponds to the experimental conditions where  $p < 0.5$  mTorr and  $z < 60$  mm (Figure 3.3a)).
- (3) High density and high temperature/energy of primary electrons: in this region (defined by (a)  $\eta > 10\%$  and  $T_{e,p} > 100$  eV or (b)  $\eta > 2.5\%$  and  $E_p > 160$  eV),  $\Phi_f$  is slightly positive. Note that in figure 3.5, the grey line corresponds to the conditions in which tungsten melts. Hence, the results above this line (top right of figures 3.5a and 3.5b) do not have any physical meaning. In addition, during experiments, positive values of  $\Phi_f$  are never observed indicating that in the range of experimental parameters investigated, these conditions are never met.

In the regions (1) and (2), the characteristic time,  $t_{90}$ , presented in figure 3.6, is of few tens of  $\mu s$ , the longer time being obtained at lower  $\Phi_f$  values as observed experimentally (figure 3.3b). However, its structure looks slightly more complex in region (3) (as it will be discussed in section 3.5.2).



**Fig. 3.6.** Time constant  $t_{90}$ , as a function of the fraction of primary electrons  $\eta = n_{e,p}/n_0$ , for an electron distribution function either (a) Maxwellian with temperature  $T_{e,p}$  or (b) mono-energetic with energy  $E_p$ .

Finally, the temperature of the probe tip in the steady state  $TT_{p,\phi_f}$  is presented in figure 3.7. In region (1) the temperature remains below 1500 K for both distribution functions. In contrast, in region (2),  $T_{p,\phi_f}$  ranges from 1000 to 2500 K, which is high enough to make the probe tip incandescent - as observed with the naked eye - but still below the fusion temperature of tungsten (shown as the black curves in figure 3.7). Hence, in good agreement with the experimental values, the probe temperature gets its highest value when  $\Phi_f$  is the lowest, i.e. when  $p < 0.5$  mTorr and  $z < 60$  mm.



**Fig. 3.7.** Temperature  $T_{p,\phi_f}$ , as a function of the fraction of primary electrons  $\eta = n_{e,p}/n_0$ , for an electron distribution function either (a) Maxwellian with temperature  $T_{e,p}$  or (b) mono-energetic with energy  $E_p$ .

The experimental and numerical results are in good agreement. Therefore, the model provides an appropriate description of the probe biasing and heating. Furthermore, the observed incandescence of the probe for  $\Phi_f \ll 0$  implies that primary electrons are involved. To achieve a better understanding of the underlying phenomena, the time dependence of the different contributions to the current and heat fluxes is detailed in the following section.

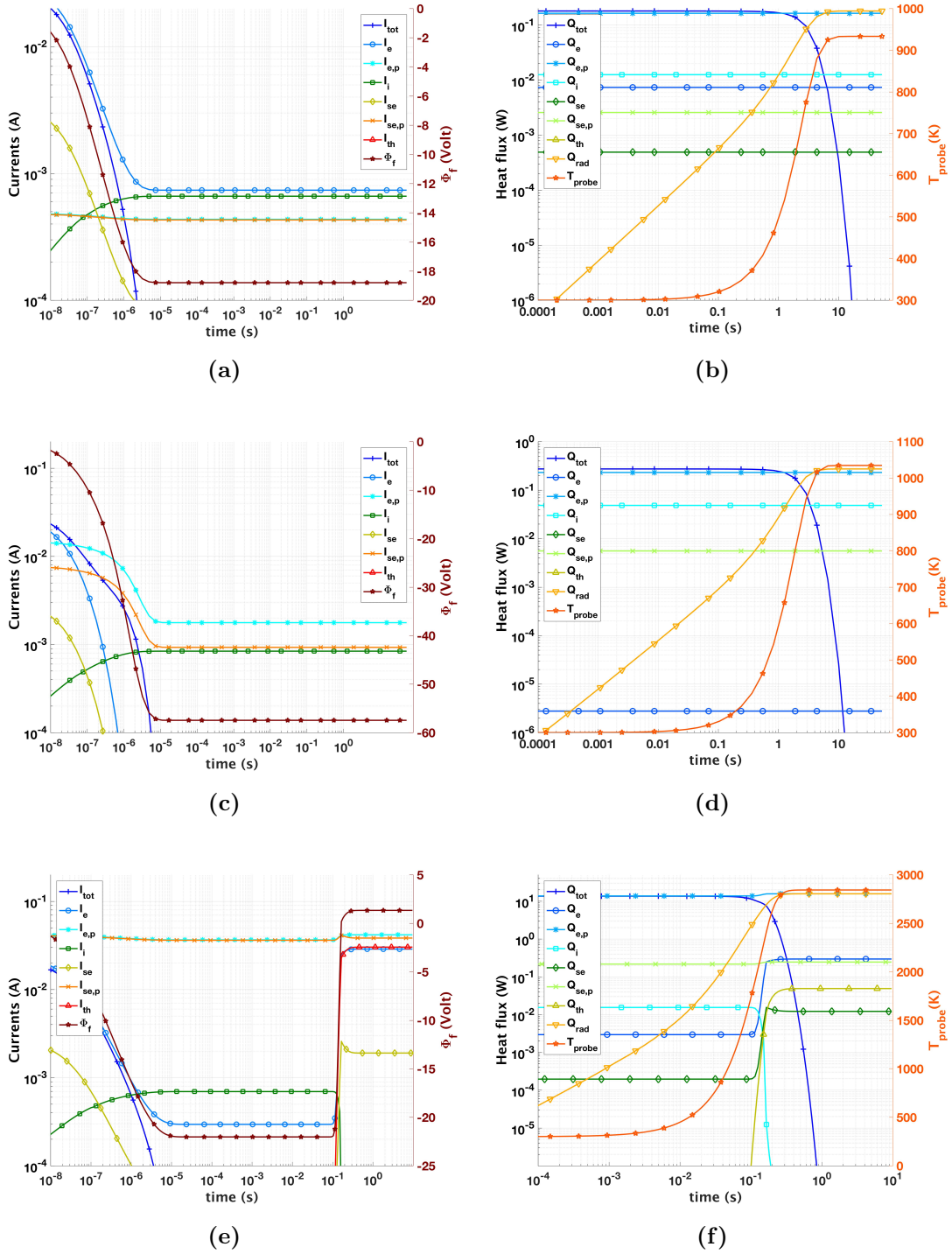
### 3.5.2. Transient phenomena

In order to study the temporal evolutions of both the probe potential,  $\Phi(t)$ , and temperature,  $T_p(t)$ , the numerical simulations reported here are obtained for initial conditions  $\Phi(t = 0) = 0$  and  $T_p(t = 0) = 300\text{K}$ . Here, we will only consider a Maxwellian distribution, the behaviors being similar with a delta Dirac distribution.

First, Figure 3.8 reports the time-evolutions of the collected and emitted currents corresponding to the three aforementioned regions – namely, for region (1), (2) and (3),  $\eta = 0.028\%$  and  $T_{e,p} = 121\text{eV}$ , (b)  $\eta = 14.3\%$  and  $T_{e,p} = 65\text{eV}$  and (c)  $\eta = 24\%$  and  $T_{e,p} = 189\text{eV}$ , respectively. The time-evolution of the probe potential  $\Phi(t)$  is also depicted.

As usually reported [71], in region 1 (Figure 3.8a), from  $\Phi = 0$  V,  $\Phi$  decreases towards negative values that induces the growth of the number of ions collected by the probe. Saturation occurs when the thermalized electron and ion currents almost balance. This corresponds to a negative value of  $\Phi_f = -23$  V. In contrast, in region (2), the current of primary electrons is dominating (Figure 3.8c) and induce a drastic drop of  $\Phi$  towards very negative values. This can be understood since the primary electrons are able to overcome strong potential barriers in contrast with thermalized electrons that are easily repelled. As for the case of region 1, the negative value of  $\Phi$  results in the generation of an ion current that however does not dominate the positive current contribution. Indeed, the secondary electron emission induced by the primary electrons is approximatively one decade higher. Note that thermionic current is quite negligible (lower than  $10^{-4}$  A). Thus, in region (2), the resulting floating potential  $\Phi_f$  is essentially controlled by the balance between primary electrons, secondary electrons and ions.

As previously discussed, the behavior of the current components in region (3) is more complex and therefore requires careful attention (Figure 3.8e). This region is characterized by the high density of primary electrons with very high kinetic energies. As a result, the



**Fig. 3.8.** Time evolution of the simulated currents with the resulting probe potential and of the simulated heat fluxes with the resulting probe temperature, respectively, in the 3 regions previously described, (a) and (b) region 1 -  $\eta = 0.028\%$  and  $T_{e,p} = 121$  eV, (c) and (d) region 2 -  $\eta = 14.3\%$  and  $T_{e,p} = 65$  eV, (e) and (f) region 3 -  $\eta = 24\%$  and  $T_{e,p} = 189$  eV. Calculations are performed considering an argon plasma, primary electrons with a delta Dirac Distribution and a tungsten tip probe.

current of these electrons is important and this impacts the corresponding secondary emission that strongly depends on the kinetic energy of the incident particles. Both currents have very similar values. Consequently, the initial decrease of  $\Phi$  is less pronounced than in region (2), which allows a larger number of thermalized electrons to reach the probe. At  $t \approx 10^{-1}$  s, the thermionic current suddenly increases indicating that the probe tip has reached a threshold temperature that was not reached in region (2). It yields in the steady state  $\Phi = \Phi_f > 0$ . Thus, in region 3,  $\Phi_f$  is mainly controlled by the current balance between thermalized and primary electrons, secondary electrons and thermionic emission (see Figure 3.8e and 3.8f).

The corresponding time evolutions of the heat fluxes are reported in parallel to the currents in figure 3.8 with the probe temperature  $T_p(t)$ . In region 1, heating is controlled by ions, primary and thermalized electrons fluxes on the probe (Figure 3.8b). The temporal evolution of their thermal fluxes is directly related to their respective currents. Note that the primary electrons have a really important role on the probe heating even if they represent only 0.028% of the plasma density. In addition, as shown by Stoffels et al. [72], the dominant cooling mechanism is the radiation emitted from the probe. Hence, the time required to reach the thermal equilibrium on the probe tip is of about 10 s. In contrast, for the two other regions (Figure 3.8d and 3.8f), the roles of thermalized electrons and ions are significantly reduced. Primary electrons are mainly responsible for the probe tip heating whereas the cooling is ensured by the thermal radiation emitted by the tip. In region 2 (Figure 3.8d), the thermal equilibrium is reached after approximately 1 s whereas it arises at  $\approx 0.1$  s in region 3 (Figure 3.8f). It can be explained by the very large energy brought by primary electrons, which rapidly increases the probe tip temperature, then triggering the radiative cooling.

The corresponding time evolutions of the heat fluxes are also reported in figure 8, with the corresponding probe temperature  $T_p(t)$  on the right scale. For region 1, probe heating is controlled by the fluxes of ions, primary and thermalized electrons (Figure 3.8b). The temporal evolutions of their thermal flux directly follow that of their respective current. Note that the primary electrons play an important role on probe heating even though they represent only 0.028% of the plasma density. In addition, as shown by Stoffels et al. [72], cooling is essentially controlled by the radiation emitted from the probe. The time required to reach the thermal equilibrium on the probe tip is of about 10 s. In contrast to the case of region 1, for the two other regions (Figure 3.8d and 3.8f), the roles of ions and thermalized

electrons are significantly reduced. The probe tip heating is mainly due to the primary electrons whereas the cooling is ensured by the thermal radiation emitted by the probe. In region 2 (Figure 3.8d), thermal equilibrium is reached after approximately 1 s while it decreases at  $\approx 0.1$  s in region 3 (Figure 3.8f). These shorter times can be explained by the very large energy brought by the primary electrons that rapidly yield a probe temperature increase, then triggering radiative cooling. These qualitative results for regions 2 and 3 confirm that probe charging and heating are mainly governed by the primary electrons.

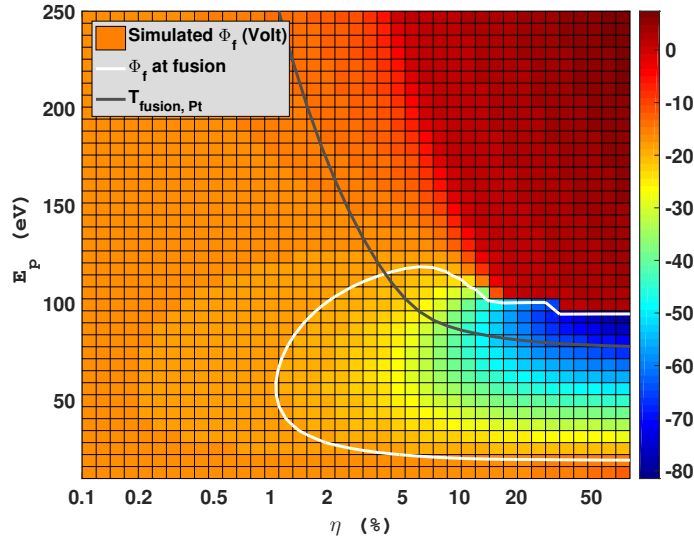
### 3.5.3. Characterization of primary electrons

A better description of these primary electrons can be achieved by comparing the numerical and experimental results obtained for different probe materials. First,  $\phi_f$  and  $T_{p,\Phi_f}$  are determined by performing numerical simulations for different tip materials in argon and helium plasma, considering primary electrons with either a Maxwellian or a Dirac distribution function. The parameters related to the different tip materials considered in the calculations are reported in Table 3.2. Figure 3.9 shows the results of calculations performed for a platinum probe in a helium plasma with primary electrons described by a delta Dirac distribution.

The iso- $\phi_f$  curve corresponding to the experimental value of the floating potential at the melting temperature of the probe material (white curve) and the iso- $T_{\text{fusion}}$  curve corresponding to the numerical values of the floating potential at the fusion temperature (black curve) are drawn in Figure 3.9. The intersection of both curves allows estimating the primary electron characteristics ( $\eta, T_{e,p}$  or  $E_p$ ). For example, from Figure 3.9, the fraction of primary electrons is about  $\eta = 4\%$  with an energy of 115 eV . The results obtained for each tip materials in argon and helium plasmas are summarized in Table 3.3, according to increasing fusion temperature.

Except for the platinum tip, the fraction of primary electrons needs to be increased to achieve higher probe temperature. Indeed, independently of the gas, the ratio  $\eta$  increases from 4 to 15 % for primary electrons described as by Maxwellian and from 2 to 19 % for a delta function. The numerical results are in good agreement with the experimental measurements in which the working pressure needs to be decreased (to reduce the collision





**Fig. 3.9.** Evolution on a platinum probe of simulated difference of potential,  $\Phi_f$ , as a function of the fraction,  $\eta = n_{e,p}/n_0$ , of primary electrons with a temperature,  $T_{e,p}$ , derived from a Maxwellian distribution function. The contour of the temperature and  $\Phi_f$  at the melting point for a platinum probe are represented by the white and black curves respectively.

Experimental conditions tip material/gas/pressure	$\eta(\%)$	$T_{e,p}$ (eV)	$\eta(\%)$	$T_{e,p}$ (eV)
	Maxwellian		Dirac	
Cu/Ar/0.5 mTorr	4	85	2	120
Ni/Ar/0.2 mTorr	5	100	4	140
Ni/He.2.0 mTorr	10	75	8	100
Ti/Ar/0.1 mTorr	X	X	10	145
Ti/He/1.2 mTorr	15	115	19	110
Pt/He/1.0 mTorr	8	70	4	115

**Tab. 3.3.** Estimation of primary electron characteristics during the melting of the probe tip.

frequency) to reach higher fusion temperature. We assume that the disagreement observed for the platinum case could be explained by the specificities of this metal properties.

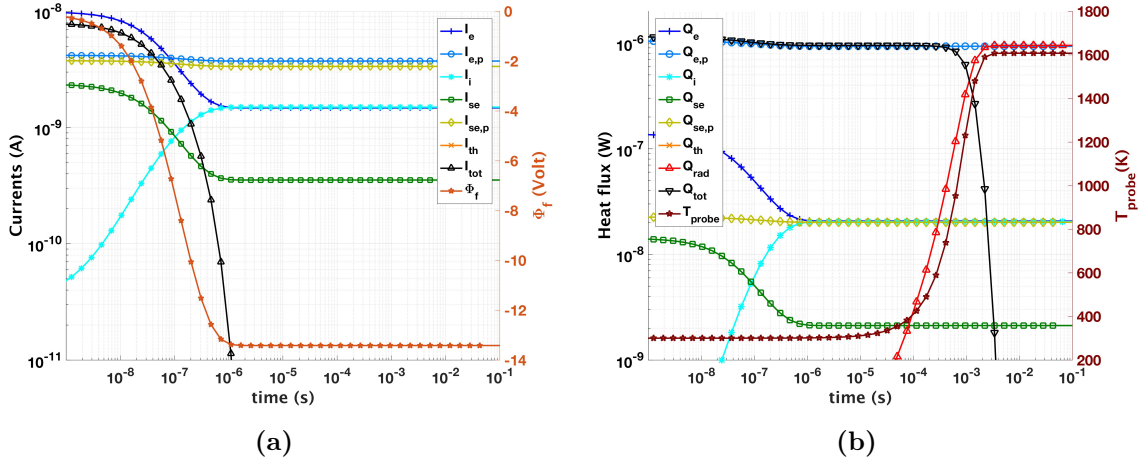
Both the temperature,  $T_{e,p}$ , and the energy,  $E_p$ , are quite constant, with an average value of  $90 \pm 20$  and  $125 \pm 20$  eV, respectively. This supports the assumption of local electron heating. Due to the numerous simplifications and assumptions of the model, the returned values must be considered has orders of magnitude. To the authors knowledge,

only a few data on the energetic electron populations in ECR plasmas are available in the literature. Lagarde et al. [67] performed measurements in an ECR plasma in argon at 0.05 mTorr. They found a population of hot electrons with a temperature of 13.9 eV and a density corresponding to 21 % of the low energy electron population. Even though this hot electron population were heated by ECR and have experienced collisions with neutrals, they can be related to the primary electron population. Bechu et al. [73] performed similar measurements in a hydrogen ECR plasma at 2 mTorr. They found a population of hot electrons with a temperature of 11 eV and a density corresponding to seven times that of the low energy population. Hopkins et al. [65] determined a population of primary electrons with kinetic energy of 65 eV in a filamentary multipolar plasma at 0.05 mTorr. At 2 mTorr, the increase of the collision frequency results in hot electrons with a temperature about 10 – 20 eV. In a similar discharge, Stamate et al. [24] found three populations of electrons: a cold one, a hot one with a temperature around 20 eV and a primary electron population with an energy of about 45 eV.

#### 3.5.4. Numerical results for dust particles

This section aims to examine if primary electrons could also be responsible for the heating of carbonaceous dust particles as observed in acetylene [50, 51, 53]. For this purpose, the model was applied to a spherical dust particle immersed in a helium plasma. For primary electrons, the average characteristics previously determined,  $E_p = 125$  eV and  $\eta = 10$  % were used. For the dust particles, graphite is considered, with the following properties:  $C_p = 750$  J.kg<sup>(-1)</sup>.K<sup>(-1)</sup>,  $\rho = 2230$  kg.m<sup>(-3)</sup>,  $\epsilon = 0.8$ ,  $\delta_m = 1$ ,  $E_m = 250$  eV. Since in the steady state the floating potential of the dust particles,  $\Phi_d$  (section 3.4.1), and their temperature,  $T_d$  (section 3.4.2), are independent of the dust radius, we arbitrarily consider a dust radius  $r_d = 500$  nm. Figure 3.10 presents the results obtained for (a) the transient currents and (b) the thermal fluxes.

As in the case of the cylindrical probe, the dominating contributions regarding the dust particle bias are the current of primary electrons and the current due to the secondary electrons that they induce. The additional contributions are those related to the ions and to the thermalized electrons. Once the equilibrium is reached, the value of  $\Phi_f$  is about -13 V, which indicates that the dust particle remains negatively charged. Using the relation



**Fig. 3.10.** Time evolutions of (a) the simulated currents with the resulting dust potential and of (b) the simulated heat fluxes with the resulting dust temperature on a dust particle of  $r_d = 500$  nm in a helium plasma with  $\eta = 10$  % and  $E_p = 125$  eV.

$Z_d = C_d \Phi_f / e$  for a dust grain with a diameter  $60 \mu\text{m}$  (order of magnitude of dust particle used in [64]), it is found that the particle charge is about  $Z_d = -1.5 \times 10^5$  electrons, in good agreement with Walch et al. [64]. Similarly, dust particle heating is dominated by the thermal flux associated with primary electrons and cooling is mainly due to radiative emission. In the steady state, the dust temperature reaches 1600 K, which is sufficient to cause its incandescence. Hence, dust particles are observed when they travel across the regions where the density of primary electrons is high. This region is located at  $z = 30 - 40$  mm and corresponds to the zones of high magnetic field intensity, where the confinement of primary electrons is efficient.

### 3.6. Conclusion

The spontaneous heating of floating objects immersed in a very low-pressure ECR plasma is studied. Experiments carried out with a Langmuir probe indicate that the probe tip becomes incandescent when the pressure is sufficiently low and when it is located in regions of specific magnetic field intensities, where very negative floating potentials occur. Different metals were used as the probe tip. It enabled to identify the conditions required for the probe to melt. Actually, the higher is the metal fusion temperature, the lower the pressure has to be to observe the melting of the probe tip. This suggests that the very energetic

primary electrons produced by ECR heating are involved in the heating of the probe. To test this assumption, a model of charging and heating of the tip was developed. The results indicate that at low pressure, the probe is efficiently biased to very negative floating potential by an energetic electron population. This bias mainly results from the equilibrium between the collection of these energetic electrons and the associated secondary electron population. This electron population also provides significant heating of the probe tip that reaches high temperature, cooling being ensured by radiative emission. A rough estimation of this electron population indicates that, in the range of interest, it can represent up to tens of percent of the overall electron density, i.e. a few  $10^9 \text{ cm}^{-3}$ . Their typical kinetic energy is around 100 eV. Finally, the model was applied to a carbonaceous spherical dust particle. It was found that the dust temperature can reach up to 1600 K. Therefore, the incandescence of dust particles reported in references [50, 51, 52, 53] could be related to their efficient heating by energetic electrons heated by ECR.

### 3.7. Conclusion du chapitre

Dans ce chapitre, nous avons étudié les mécanismes de chargement et de chauffage des poussières. Des mesures expérimentales montrent que les électrons primaires du plasma sont responsables du chauffage des poussières. En effet, en utilisant une sonde de Langmuir, nous retrouvons un comportement analogue à celui des poussières: la sonde devient incandescente dans la même zone que les poussières. Dans ces zones, nous observons des potentiels flottants très négatifs. De plus, le temps caractéristique  $t_{90}$  pour atteindre le potentiel flottant est plus long que celui mesuré dans les zones où les électrons primaires sont très peu présents.

Nous avons développé un modèle couplé, permettant de décrire le chargement et le chauffage d'une poussière. L'équation bilan du courant prend en compte les courants électroniques (thermique et primaire), ionique, d'émission secondaire (thermique et primaire) ainsi que le courant thermoionique. Les flux de chaleurs sont les flux radiatifs et ceux associés aux courants.

Le modèle de chargement des poussières est adapté à la géométrie cylindrique. Nous retrouvons les comportements mesurés expérimentalement: en présence d'électrons primaires, le potentiel flottant devient très négatif et  $t_{90}$  augmente, ce qui semble valider notre modèle.

Pour schématiser, le modèle prédit trois comportements types: (1) la sonde n'est pas affectée par les électrons primaires (faible densité d'électrons primaires); (2) la sonde se polarise très négativement et sa température est de l'ordre de 1500K (forte densité d'électrons primaires dont l'énergie  $E_p < 100\text{eV}$ ); (3) La sonde se polarise positivement (forte densité d'électrons primaires dont l'énergie  $E_p > 100\text{eV}$ ). Le cas (3) n'est jamais atteint expérimentalement.

Dans la gamme d'énergie considérée pour les électrons primaires ( $10 \leq E_p \leq 250\text{eV}$ ), l'émission secondaire ne peut pas être responsable du potentiel flottant positif de la sonde ou d'une poussière. En effet, les coefficients d'émission secondaire sont trop faibles pour les matériaux conducteurs, seul l'effet thermoïonique peut en être responsable.

Nous montrons qu'il est possible de faire une estimation des paramètres des électrons primaires en utilisant différents métaux pour la sonde. En effet, lorsque le matériaux de la sonde fond, nous avons une mesure direct de la température atteinte par celui-ci, ainsi que de son potentiel flottant. Il est donc possible d'estimer graphiquement l'énergie des électrons primaires ainsi que leur densité.

À partir de là, nous pouvons faire une estimation de la charge et de la température atteinte par une poussière dans un plasma de gaz rare. Nous montrons que les électrons primaires sont responsables de l'incandescence des poussières en hélium. L'estimation de la charge est en bon accord avec la littérature.



# Chapitre 4

---

## Étude du transport des poussières

Ce chapitre est dédié à l'étude du transport des poussières observées en acétylène. Ce chapitre se décompose en deux parties. La première se focalise sur la caractérisation du transport des poussières. La deuxième se concentre sur les forces en jeu dans leur transport.

La première partie de ce chapitre est tirée de l'article *Transport of dust particle in very low-pressure magnetized plasma by rapid imaging* soumis au journal IEEE Transactions on Plasma Science.

### 4.1. Caractérisation du transport par imagerie rapide

## Transport of dust particle in very low-pressure magnetized plasma by rapid imaging.

M. Rojo<sup>(1,2)</sup>, J-L Briançon<sup>(3)</sup>, S. Dap<sup>(1)</sup>, J. Margot<sup>(2)</sup>, R. Clergereaux<sup>(1)</sup>

(1) LAPLACE, Université Toulouse III Paul Sabatier, 118 route de Narbonne 31062 TOULOUSE CEDEX

(2) Groupe de physique des plasmas, Université de Montréal, 2900, boul. Édouard-Montpetit Montréal (Québec) H3T1J4

(3) Université de Lorraine–CNRS, Institut Jean Lamour UMR 7198, 54506 Vandœuvre-lès-Nancy, France

## Abstract

Incandescent dust particles are observed with the naked eye in acetylene plasmas excited at Electron Cyclotron Resonance (ECR). Their transport is studied in a plane parallel to the magnets using fast imaging combined with a tracking algorithm. This study highlights precious insight into the main mechanisms in ECR plasmas. Indeed, the dynamics of dust particles exhibit specific trends depending on the direction considered within the magnetic field ( $\vec{B}$ ), the position in the plasma reactor and the time after plasma ignition. Transport is discussed considering only the electric and the ion drag forces. While the transport of dust particles is governed by the space-charge electric field in the direction parallel to  $\vec{B}$ , it involves cross-field mechanisms in the direction perpendicular to  $\vec{B}$  related, specifically, to the ambipolar  $\vec{E} \times \vec{B}$  drift. This behavior is supported by a simple model. However, to fully describe the transport in the different position in the reactor, one would also consider spatial and time-evolutions of plasma parameters in the dusty plasma. **Keywords:** Dusty plasmas, ECR plasmas, fast imaging, plasma transport processes

### 4.1.1. Introduction

Plasmas excited at the electron cyclotron resonance (ECR) are operated by coupling an electromagnetic wave to the plasma at a frequency equal to the cyclotron gyration of electrons in a static magnetic field,  $\vec{B}$ . At the microwave frequency of 2.45 GHz, the resonance occurs at the position where  $B = 875$  Gauss [74]. To achieve ECR heating, one must guarantee that the collision frequency must be really lower than the electron cyclotron frequency. Hence, ECR plasma needs to work typically in the  $10^{-2} - 10^{-1}$  Pa range.

Due to this very low working pressure, it is generally admitted that the recombination processes in the plasma volume and then the generation of heavy particles such as dust particles are negligible. They are nonetheless observed with the naked eyes in ECR plasmas produced in acetylene [50].

Dusty plasmas have significant fields of interest in plasma physics. Indeed, dust particles can be considered as electrostatic probes immersed in the plasma volume [75]. Studies of their dynamics have been performed, for example, to describe the plasma sheath or the dust particles charges [76, 77, 78, 79]. Indeed, dust particle motion is controlled by a combination of mechanisms.



First and foremost, dust particles immersed in the plasma acquire an electrical charge by collecting electrons and ions [71]. In low pressure conditions, the sheath size (of several hundreds of  $\mu\text{m}$ ) is usually much larger than the particle radius,  $r_d$ , (up to few  $\mu\text{m}$ ). Due to the high electron mobility and diffusion coefficient, the dust particle charge,  $Q_d$ , is then usually negative and approximates, in the steady state using a spherical capacitance model, to  $Q_d = 4\pi\epsilon_0 r_d V_d$ , where  $V_d$  is the floating potential (related to the plasma potential  $V_p$ ).

The transport of the dust particles is besides controlled by different forces. In nonthermal plasmas, the electrostatic, neutral and ion drag, thermophoretic and gravitational forces are generally considered [80, 81].

The magnitudes of these forces highly vary with the dust particle size. For example, in low pressure plasmas, the dynamics are controlled by the electric force ( $\propto r_d$ ) for dust particles smaller than tens of nanometers, by the ion drag force ( $\propto r_d^2$ ) in the tens of nanometers – micrometers range and by gravity ( $\propto r_d^3$ ) over 10  $\mu\text{m}$  [80].

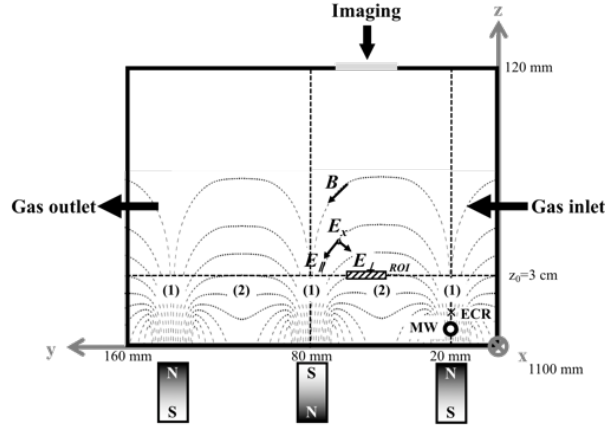
Furthermore, the dynamics strongly depend on the operating conditions due to their strong impacts on the electric fields, the plasma characteristics and the neutral densities. For example, while neutral drag force is dominating at atmospheric pressure [82], it is negligible at very low-pressure [83]. Hence, precious insight into the plasma characteristics would be revealed from attentive studies of dust particles dynamics [84, 77, 51].

This paper aims to pursue our previous work in ECR plasmas where some examples of incandescent dust particles trajectories were discussed [51]. However, a comprehensive analysis of the dusty plasma requires to image and to track dust particle on their overall trajectories on a significant number of events for a good statistic [85]. Here, highly resolved hundreds of dust particle trajectories are recorded by fast imaging and analyzed. It shows that the dynamics of dust particles in ECR plasmas is highly anisotropic depending on the direction considered within the magnetic field. This anisotropy is attributed to cross-field mechanisms.

## 4.1.2. Experimental details

### 4.1.2.1. Plasma Reactor

Experiments were carried out in a stainless-steel vacuum chamber similar to that used by Lagarde et al. [67]. The inner dimensions of the chamber are 1.1 m (x-axis)  $\times$  160 mm (y-axis)  $\times$  120 mm (z-axis).



**Fig. 4.1.** Schematic drawing of a section of the plasma reactor in the  $(y,z)$ -plane. The magnetic field is forming (1) cusps above each magnet and (2) lobes between two magnets. In this study, a camera, positioned on the top window of the reactor, to record the trajectories of incandescent dust particles. The observed area, as schematized by the dashed rectangle, is situated in the middle of the plasma generation lobe between  $y = 48$  and  $65$  mm, focused at  $z = 30$  mm and can be performed along the x-axis.

Figure 4.1 shows the sketch of the reactor cross-section. It consists in:

(i) A multipolar magnetic field structure based on a rectangular racetrack with a central magnet. It leads to a magnetic field invariant under translation along the x-axis far from the reactor extremities ( $x < 200$  and  $> 900$  mm) where the closed racetrack is forming magnetic corners. In the  $(y,z)$ -plane (see Figure 4.1), due to the alternating polarities of magnets, the magnetic field topology comprises:

- (1) **cusps** cusps ( $y = 20, 80$  and  $140$  mm) where the B field lines are converging toward or diverging out from the magnetic poles. Along the z-axis of a cusp, the magnitude of the field is decreasing exponentially away from the magnetic pole from a maximal value of  $B = 3300$  Gauss at  $z = 0$  (for samarium-cobalt magnets) to  $B < 100$  Gauss for  $z > 80$  mm;

(2) **lobes**, in between two magnets, which are regions that delimit the plasma. At the lobes centers ( $y = 50$  and  $110$  mm), the magnetic field has a maximum value of  $B = 1000$  Gauss at  $z = 10$  mm and decreases on both sides. It reaches  $B = 530$  Gauss at  $z = 30$  mm.

(ii) A 1.1 m-long antenna positioned parallel and above the external magnet situated at  $y = 20$  mm. It is used to inject, from the position situated at  $x = 0$ , microwave power (150 W) using a SAIREM GMS 200W generator. The ECR condition, i.e. where the electron gyration frequency matches the excitation frequency, is located just above the antenna at  $z = 18$  mm.

(iii) A combination of a rotary and turbomolecular pumps, the resulting residual vacuum being of about  $10^{-4}$  Pa.

(iv) A gas injection system, the inlet facing the outlet, respectively located at  $y = 0$  and  $160$  mm. Pure acetylene is injected at a flow rate of 1.2 sccm as monitored by a mass flow controller, resulting in a working pressure of  $8 \times 10^{-2}$  Pa.

#### 4.1.2.2. *Dusty plasma*

In pure acetylene plasmas, incandescent dust particles are observed with the naked eye after few minutes. They are observed in the entire volume of the reactor. However, in this study, we limit our investigations to the plasma generation zone, i.e. the region in between the two first magnets ( $20 < y < 80$  mm).

Note that before each experiment, to ensure well controlled initial plasma conditions, the reactor is thoroughly and manually cleaned with ethanol, followed by an oxygen plasma (up to the maximization of the 777 nm O line and complete disappearance of 656 nm  $H_\alpha$  line) and a 20 min argon plasma.

#### 4.1.2.3. *Fast imaging*

Trajectories are recorded from the top window situated above the lobe (Figure 4.1) using a camera (Photron APX RS) at really high acquisition frame rate (20000 frames per second) equipped with a Nikkor lens (55 mm, 2.8) and a macro extension tube. The later, positioned perpendicularly to the z-axis, allows to image the (x,y) plane during 1 s. Indeed, with a single camera, the observed trajectories are 2D projections in the (x,y)-plane of the actual 3D trajectories along the process.

Movies are recorded on an observation window set to  $25 \times 17 \text{ mm}^2$  with a spatial resolution of about 15 pixel/mm - a typical movie can be read in the supplementary data. Measurements are performed in different x-positions far from the magnetic corners ( $x > 200$  and  $< 900 \text{ mm}$ ) and in the middle of the lobe ( $48 < y < 65 \text{ mm}$ ). This is to provide that, in the region of interest (ROI), the magnetic field is parallel in each point to the y-axis,  $B(y,z) = B_y(z)$ .

Preliminary measurements are taken to define the experimental procedure. By moving the camera along the z-axis, incandescent dust particles are only found in the (x,y)-plane located around  $z = 30 \text{ mm}$ . The focal plane is then fixed at this position on a depth of field of about 3 mm. It means that incandescent dust particles are only found in a specific location in the lobe - the local heating of the dust particles in the ECR plasma is beyond the scope of this paper and discussed in another work [86].

#### 4.1.2.4. *Tracking method*

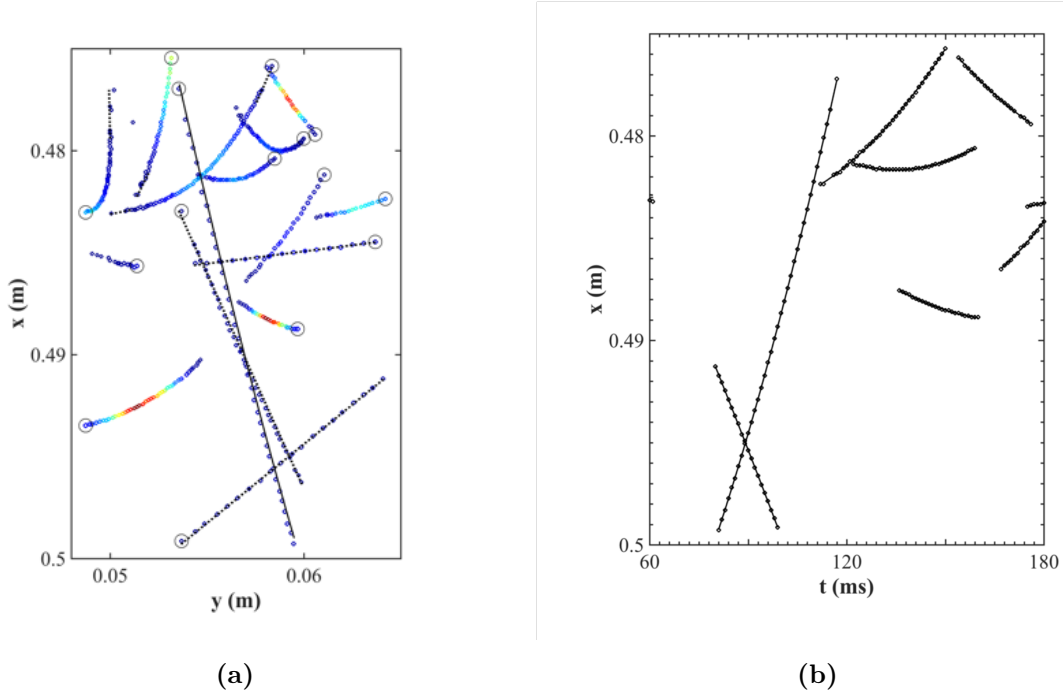
The dust particle tracking method is based on the algorithm TRACE (Tracking and Classification of pinpoint Events) [85]. It was developed to automatically detect and track dust particles in plasmas from fast camera data. By comparing local brightness levels on each frame, it allows to define for each dust particle, its apparent surface,  $S(t)$  as well as the intensity,  $I(t)$ , and the positions,  $x(t)$ ,  $y(t)$  of the brightest pixel.

### 4.1.3. Results

#### 4.1.3.1. *Analysis of the dust particle dynamics*

The trajectories of dust particles are reconstructed in the (x,y)-plane by connecting every successive position  $(x(t), y(t))$  for one dust particles as reported, for example, at  $x = 475 \text{ mm}$ ,  $t = 30 \text{ min}$  in Figure 4.2a. As previously reported [51], 2 types are observed:

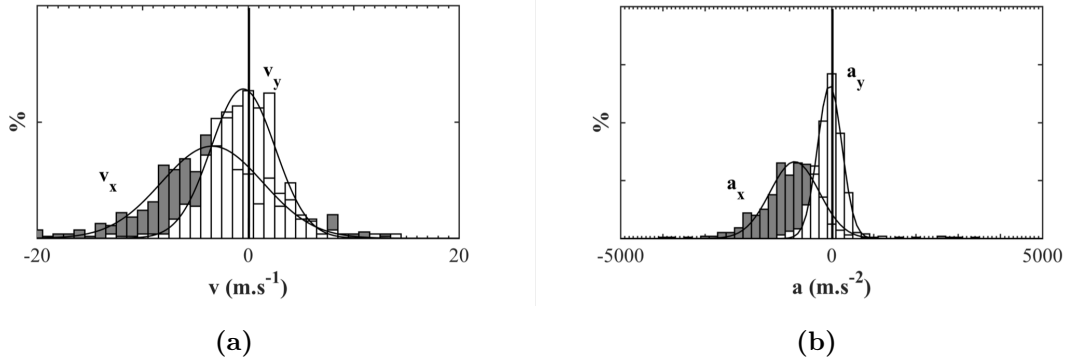
- straight and long trajectories are formed by the fastest dust particles. The intensity of the brightest pixel as well as the apparent surface remain constant all along the motion.
- curved trajectories are also recorded. However, while the apparent surface remains constant, one can observe some variation of the intensity along the trajectory.



**Fig. 4.2.** (a) Example of some reconstructed trajectories of dust particles recorded at  $x = 475$  mm,  $t = 30$  min. The size and color of the symbols represent the apparent surface and the intensity of the most intense pixel, respectively. Circles highlight the last recorded position. The trajectories can be described by an uniform acceleration motion - as can be seen on the examples of  $x(t)$  reported in (b).

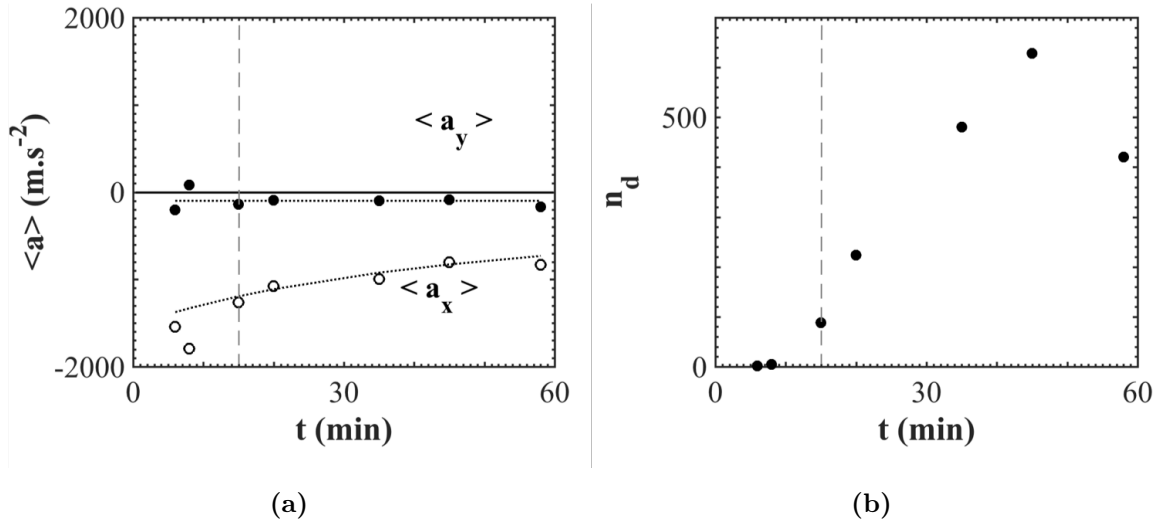
Independently of the shape, trajectories are characteristics of a uniform acceleration movement. Indeed, the shape of the time-evolutions of  $x$  (Figure 4.2b) and  $y$  are parabolic. This formalism allows to define a velocity and a constant acceleration for each dust particles. The method is used for each movie to determine the velocities,  $v_x$ ,  $v_y$ , and the accelerations,  $a_x$ ,  $a_y$  of each dust particle as well as their distributions.

Figure 4.3a reports an example of the distributions of velocities determined on the movie recorded at  $x = 475$  mm,  $t = 30$  min. While the distribution of  $v_y$  is roughly centered on zero ( $\langle v_y \rangle = -0.1 \pm 2.1 \text{ m.s}^{-1}$ ), the one of  $v_x$  shifts toward negative values ( $\langle v_x \rangle = -2.0 \pm 3.3 \text{ m.s}^{-1}$ ). The trend is similar for the accelerations (Figure 4.3b). While  $a_y$  is centered on zero ( $\langle a_y \rangle = -100 \pm 260 \text{ m.s}^{-2}$ ), the distribution of  $a_x$  shifts toward a really negative average value ( $\langle a_x \rangle = -990 \pm 480 \text{ m.s}^{-2}$ ). It means that dust particles at  $x = 475$  mm are mainly transported toward the microwave input region, i.e. that the balance of forces is oriented in the  $-x$ -direction.



**Fig. 4.3.** Distributions of (a) velocities and (b) accelerations recorded at  $x = 475$  mm and  $t = 30$  min. The distributions are normalized to the number of dust particles ( $n_d = 476$ ). Gaussian fits plotted as plain curves are guides to the eye.

The same behavior is observed all along the process. Indeed, rapid imaging recorded at different times after plasma ignition always highlight a preferential transport in the  $-x$ -direction: as reported in Figure 4.4, while the average value of the acceleration in the  $y$ -direction remains constant with time,  $\langle a_x \rangle$  decreases in absolute value (Figure 4.4a). In parallel, the number of incandescent dust particles significantly increases with time (Figure 4.4b). However, due to the small number of dust particles detected shortly after plasma ignition, the statistics on measurements only begins significant for  $t > 8$  min.

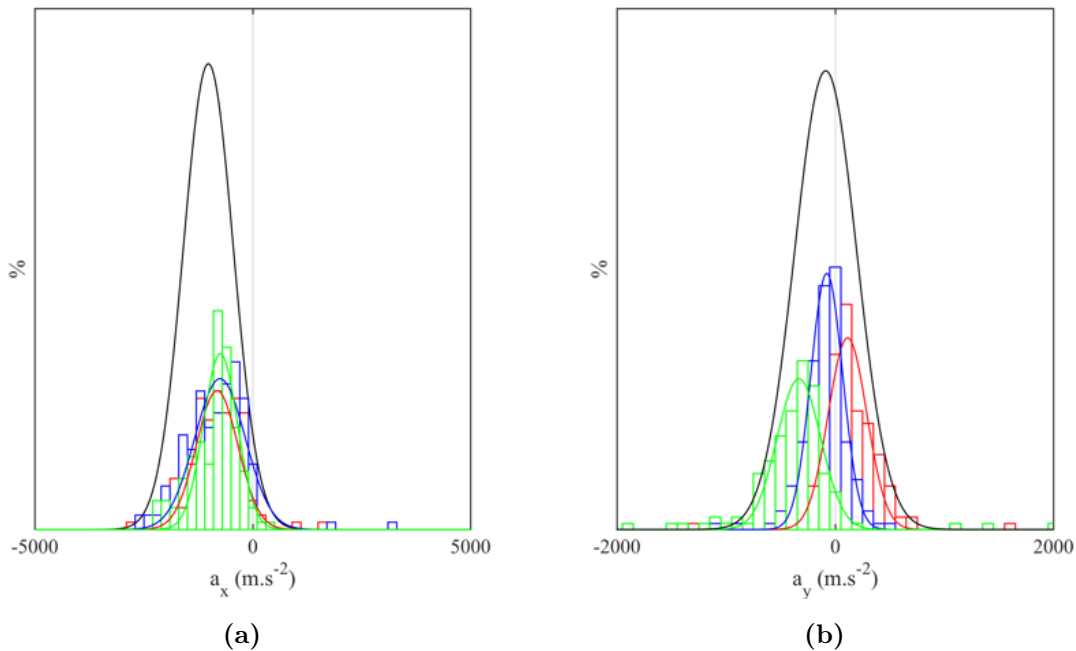


**Fig. 4.4.** Time evolution of (a)  $\langle a_x \rangle$  (open) and  $\langle a_y \rangle$  (closed symbols) and (b) the number of dust particles recorded at  $x = 475$  mm.

To summarize, the balance of forces on dust particles recorded at  $x = 475$  mm depends on the direction considered: all along the process,  $a_x < 0$  suggesting a preferential transport along the x-axis toward the microwave injection point. Nevertheless, no specific motion in the y-direction can be given by analyzing the whole observation window.

#### 4.1.3.2. Evolution along the y-axis

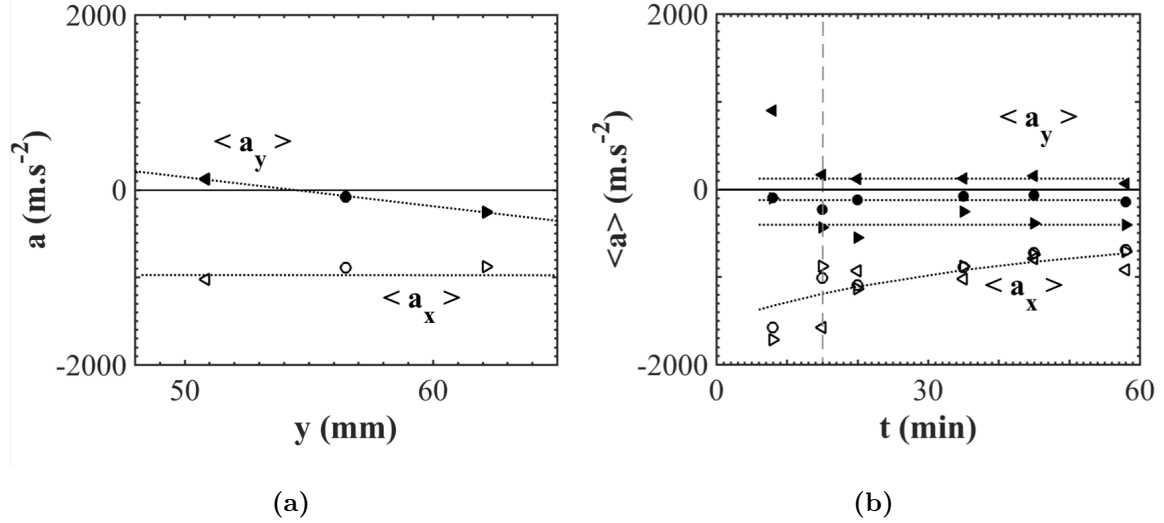
To evidence any evolution along the y-axis, the trajectories are analyzed by splitting the observation window into columns. For example, Figure 4.5 reports the distributions of  $a_x$  and  $a_y$  determined when cutting the whole observation window into three equivalent columns. In contrast, with the  $a_x$  distributions that do not reveal any significant evolution with y (Figure 4.5a), the  $a_y$  distributions shift from positive to negative values (Figure 4.5b).



**Fig. 4.5.** Distributions of accelerations at  $x = 475$  mm and  $t = 30$  min obtained by splitting the observation window into 3 columns (in red, blue and green for trajectories analyzed in columns centered around  $y = 50.9$ ,  $56.5$  and  $62.1$  mm, respectively). Gaussian fits are a guide to the eye. The black curves correspond to the distributions on the whole observation region as reported in Figure 4.3b.

Indeed, the evolutions of the average values along the y-axis are reported in Figure 4.6a. At  $x = 475$  mm, while  $\langle a_x \rangle$  variation lies within the FWHM of the acceleration distributions,  $\langle a_y \rangle$  decreases linearly, the sign inversion occurring approximately in the

middle of the lobe. This means that dust particles are preferentially transported in between the magnets, i.e. that the balance of forces reverse along the y-axis.



**Fig. 4.6.** Evolution along the y-axis of the average accelerations,  $\langle a_x \rangle$  (open) and  $\langle a_y \rangle$  (closed symbols) at  $x = 475$  mm and  $t = 30$  min. The time evolutions are reported in (b) (left triangle, circle and right triangle corresponding to accelerations determined in the first, the second and the third column, respectively).

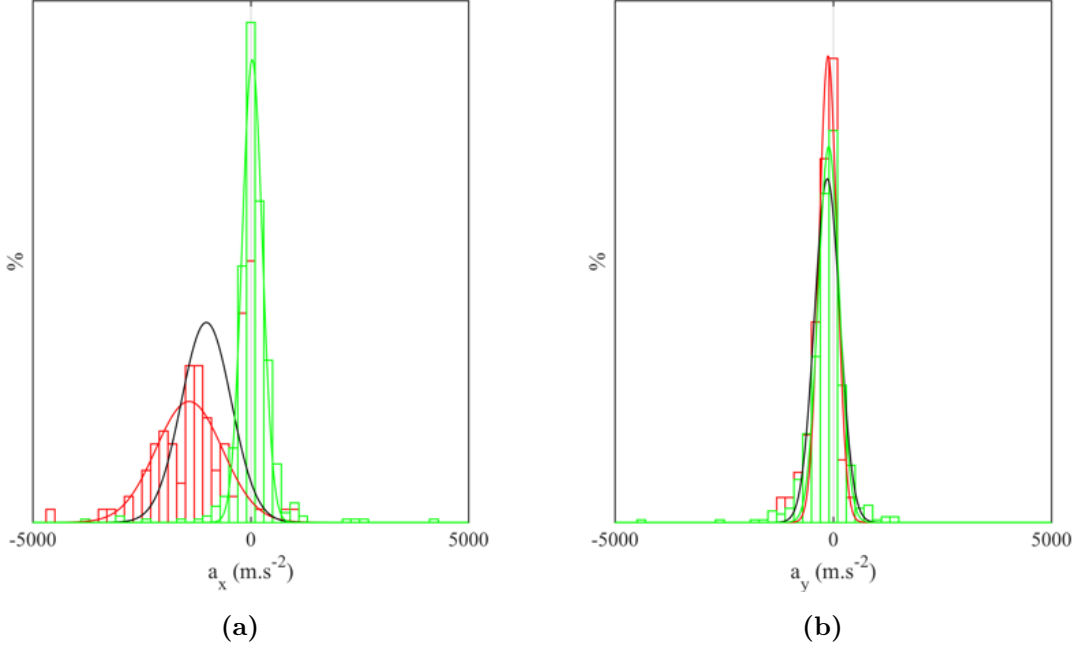
The same procedure is used for the different movies recorded along the process. The time evolutions of the accelerations determined in the three columns are reported in Figure 4.6b. All along the process, in contrast with  $\langle a_y \rangle$  that always reverses along the y-axis,  $\langle a_x \rangle$  does not significantly vary.

To summarize, in addition to the preferential transport along the x-axis toward the microwave injection point, the sign of  $a_y$  changes along the y-axis suggesting an inversion of the balance of forces along the axis parallel to the B-field.

#### 4.1.3.3. Evolution along the x-axis

Finally, trajectories are analyzed on movies recorded at different x-positions. Dust particle dynamics is highly modified along the x-axis. For example, Figure 4.7 shows on the distributions of accelerations determined on the movies recorded at  $x = 315$  and  $800$  mm,  $t = 30$  min, that, in contrast with  $a_y$  that does not vary,  $a_x$  behaves differently from the onset to the end of the antenna: specifically, it shifts from negative to positive values along the x-axis.

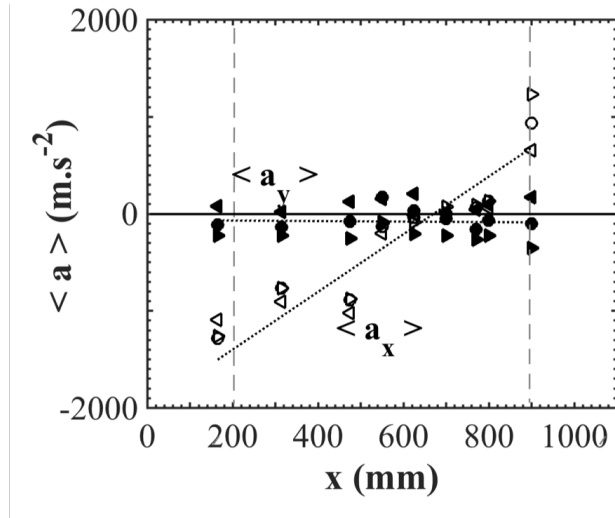




**Fig. 4.7.** Distributions of accelerations along (a) the x- and (b) the y-directions recorded at  $x = 315$  (red) and  $800$  mm (green),  $t = 30$  min. The distributions are normalized to the total number of incandescent dust particles recorded ( $n_d = 476$ ). Gaussian fits are a guide to the eye. The black curves correspond to the distributions calculated at  $x = 475$  mm (Figure 4.3b).

Figure 4.8 reports the average accelerations  $\langle a_x \rangle$  and  $\langle a_y \rangle$  determined in the different x-positions. It appears that, in contrast with  $\langle a_y \rangle$  that does not vary along  $x$ , the average acceleration  $\langle a_x \rangle$  increases monotonously with  $x$ . In addition, analyses performed on columns (as in the case of Figure 4.6a) only reveal a variation with the  $y$ -position of  $\langle a_y \rangle - \langle a_x \rangle$  being constant into the three columns and only dependent on the  $x$ -position.

To summarize, the balance of forces on dust particles in the ECR plasma depends on the direction considered and on the recorded position: all along the process,  $a_x < 0$  or  $> 0$  depending on the  $x$ -position suggesting a preferential transport along the  $x$ -axis toward the microwave injection point or the opposite direction. In addition, the inversion of  $a_y$  is observed all along the plasma reactor, i.e. that the transport along the axis parallel to the B-field is independent on the time and the position.

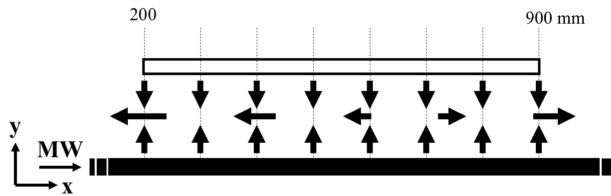


**Fig. 4.8.** Evolution of  $\langle a_x \rangle$  (open) and  $\langle a_y \rangle$  (closed symbols) of dust particles recorded along the x-axis,  $t = 30$  min. The evolutions along the y-axis are reported (left triangle, circle and right triangle corresponding to the accelerations determined in the columns centered around  $y = 50.9$ ,  $56.5$  and  $62.1$  mm, respectively). The dotted lines are used as a guide for the readers.

#### 4.1.4. Discussion

##### 4.1.4.1. Dust particle dynamics

Figure 4.9 summarizes the dust particles dynamics. The particles are accelerated (1) along the x-axis toward opposite directions depending on the x location and (2) toward the lobe center along the y-axis independently of the x-position. In addition, only  $a_x$  varies with time, i.e. with the number of dust particles.



**Fig. 4.9.** Schematic summary of the dynamics of dust particles in the ECR plasma.

To discuss these dynamics, we consider that dust particles are spherical (with a radius,  $r_d$ ) and negatively charged [71]. In addition, as previously mentioned, in the ROI, the magnetic field is limited to its y-component. Hence, x and y correspond to the direction of the dynamics perpendicular and parallel to  $B$ , respectively.

#### 4.1.4.2. Forces considered

As mentioned in the introduction, the dynamics of dust particles can be controlled by different forces. However, some of them must be neglected to explain the dynamics in the (x,y)-plane. For example, the gravitational force,  $\vec{F}_g$ , acting in the  $-z$ -direction has therefore no influence on the dynamics in the (x,y)-plane. Furthermore, due to the very low working pressure, the flow is in the free molecular regime (Knudsen number larger than 3) and the friction exerted by neutrals on dust particles during their motion remains low. Therefore, the neutral drag force,  $\vec{F}_n$ , is unlikely to efficiently transport the dust particles and can be neglected. Finally, the magnetic field is weak enough to neglect the Lorentz force acting on dust particles.

For the thermophoretic force,  $\vec{F}_{th}$ , one must consider the gradient of gas temperature,  $\vec{\nabla}(T)$ . Considering that the hottest region is located near the antenna i.e. where ECR heating occurs, this force would be oriented in the  $+z$  and  $+y$  directions. However, the gradient of gas temperature has proven difficult to evaluate. Ouaras et al. [52] defined a steep gradient of 250 K in the first 30 mm from the surface of an ECR dipolar source to the walls, the later remaining close to room temperature. In our case, as the ECR region is outside the ROI, the temperature gradient must be rather weak in the observation window. Hence, it is reasonable to neglect the thermophoretic force in our situation.

As a consequence of the above considerations, only the electrostatic  $\vec{F}_E$  and the ion drag  $\vec{F}_i$  forces will be considered. The electric force is given by:

$$\vec{F}_e = Q_d \vec{E} \quad (4.1.1)$$

It can be defined by the three components related to the B-field configuration,  $F_{E,x}$ ,  $F_{E,y}$  and  $F_{E,z}$  proportional to the three electric field components,  $E_x$ ,  $E_y$  and  $E_z$ . For the ion drag force, one should consider the ion density, mass and velocities, namely  $n_i$ ,  $m_i$  and  $v_i$ :

$$\vec{F}_i = n_i m_i \langle v_i \rangle \pi \phi r_d^2 \vec{v}_i \quad (4.1.2)$$

where  $\phi$  is related to the Coulomb interactions.  $\vec{v}_i$ , the oriented velocity, can be defined by the three components  $v_{i,x}$ ,  $v_{i,y}$  and  $v_{i,z}$ . As a crude assumption, we consider that ions are not magnetized. The oriented velocity is then limited to ion diffusion in the electric field,

$\vec{v}_i = \mu_i \vec{E}$ , where  $\mu_i$  represents the ion mobility, i.e. to the three electric field components,  $E_x$ ,  $E_y$  and  $E_z$ . In addition, as the ion diffusion velocity is small compared with their thermal velocity, the quadratic average velocity  $\langle v_i \rangle$  is considered constant. Hence, the ion drag force can be defined by the three components  $F_{i,x}$ ,  $F_{i,y}$  and  $F_{i,z}$  proportional to the three electric field components,  $E_x$ ,  $E_y$  and  $E_z$ . The balance of forces in the three directions is then controlled by the three electric field components,  $E_x$ ,  $E_y$  and  $E_z$ .

#### 4.1.4.3. *Transport in the direction parallel to B*

Along the y-axis, the charged particles diffusion is parallel to the B-field lines. Due to their low mass and consequently their higher diffusion and mobility coefficients, electrons diffuse faster than ions. This results in a space-charge electric field (pseudo-ambipolar in magnetized plasmas) that reduces the electron losses to maintain the balance of charged particles. It means that, in our experimental configuration, the electric field component parallel to B,  $E_y$ , must be oriented from the center of the plasma lobe toward the cusps.  $E_y$  is then increasing from negative to positive values along the y-axis. Consequently, the electrostatic force on a dust particle,  $F_{E,y}$ , is decreasing along y i.e. that it is oriented from +y or -y direction depending on the position in between the two magnets. On the other hand, the ion drag force points in the direction opposite to the electrostatic one. As a consequence, the dust dynamics observed by rapid imaging (i.e. oriented to the +y or -y direction along the y-axis as reported in Figure 4.7a), suggests that the electrostatic force dominates the ion drag one in the y-direction, as in the case of really small dust particles [80].

In addition, the weak variation of  $a_y$  (determined in the whole observation window or in the three defined different columns) along the process (Figure 4.7b) suggests that both the average dust particle size and the space-charge electric field  $E_y$  are time independent. Otherwise,  $E_y$  would vary with time in such a way to exactly compensate the growth of the dust particle size. Finally, the weak variation of  $a_y$  along the x-axis (Figure 4.8) highlights that the space-charge field,  $E_y$ , is inherent in the ECR plasma operation.

To summarize, the major force controlling the dynamics of dust particles in the direction parallel to B is expected to be the electrostatic force associated to the space-charge electric

field, the ion drag force exerting its action on dust particles in the opposite direction being smaller in every position and time.

#### 4.1.4.4. *Transport in the directions perpendicular to B*

In the directions perpendicular to  $B$ , the transport of dust particles is frequently observed in the direction opposite to  $\vec{E} \times \vec{B}$  [87, 88]. Indeed, in the sheath of a RF discharge in presence of a magnetic field, the charge separation between the heavy particles (ions and dust particles) and the magnetized electrons generate an ambipolar electric field in the opposite direction than  $\vec{E} \times \vec{B}$ . Applied to our case and using the assumption that only electrons are magnetized, one can find from the current balance equation that the electric field component along the x-axis,  $E_x$ , is proportional to the sum of the x-component of the magnetic,  $v_{m,x}$ , and the electric,  $v_{e,x}$ , drift velocities of electrons:

$$E_x = -\frac{\beta_e n_e - \beta_i n_i}{n_i \mu_{x,i} + n_e \mu_{x,e} + Z_d n_d \mu_{x,d}} \cdot \frac{E_z}{B_y} \quad (4.1.3)$$

where  $n_j$  and  $\mu_{x,j}$  are the density and mobility of particle  $j$  (i, e and d for ions, electrons and dust particles, respectively).  $Z_d$  is the number of electrical charges per dust particle and  $\beta_j = \frac{h_j^2}{(1 + h_j^2)}$  with  $h_j$  the Hall parameter of particle  $j$ . The magnetic and electric drifts consider the cross-fields  $-e\vec{B} \times \vec{\nabla}B$  and  $\vec{E} \times \vec{B}$ , respectively. As described in part II, the magnetic field is decreasing with  $z$ . It means that electrons drift with the curvature and the gradient of the magnetic field in the  $+x$ -direction. In addition, the x-component of the electric drift velocity is directly proportional to the z-component of the electric field,  $v_{e,x} = -\frac{E_z}{B_y}$ .

However, in  $C_2H_2$  plasmas, it is difficult to measure precisely  $E_x$ : indeed, film deposition combined with heating processes will highly affect Langmuir probe measurements. Nevertheless, if we consider a negative x-component of the electric field,  $E_x < 0$ , it implies using equation 3 that  $v_{m,x} < -v_{e,x}$ , i.e. that the z-component of the electric field is positive,  $E_z > 0$ . Consequently, the z-component of the electric force on a dust particle,  $F_{E,z}$ , would be oriented to the bottom of the reactor. It means that, with the gravity, the electric force efficiently transports dust particle on the bottom of the reactor under the plasma lobe. However, our experiments do not provide evidence of any dust particle deposited on the reactor wall in this region. Hence, one must consider that  $E_x > 0$ .

In agreement with the experimental data obtained at  $x = 475$  mm, it means that, as in the case parallel to  $B$ , the dynamics of dust particles in the  $-x$ -direction is mainly controlled by the electric force,  $F_{E,x}$  dominating the ion drag one,  $F_{i,x}$ .

Equation 4.1.3 is also consistent with the time-evolution of the experimental accelerations. The dotted line reported in Figure 4.4b and 4.6b, obtained by considering  $v_{m,x} + v_{e,x}$  constant, highlights that, at  $x = 475$  mm, the dynamics only vary along the process with  $E_x$  through the increase of the number of dust particles. However, equation 4.1.3 cannot describe the spatial variation of the dynamics along the  $x$ -axis, especially the sign inversion of  $a_x$  observed at  $x > 700$  mm (Figure 4.9). Indeed, it would imply a sign inversion of  $E_x$  along the axis of the reactor affecting the distribution of charged species in an ECR dusty plasma. In addition, this disagreement can be supported by the weakness of some assumptions we considered. Indeed, in  $C_2H_2$  ECR plasmas, one must consider for the sake of completeness the role of negative ions and of the magnetic field on ions – the latter can be considered as magnetized in the region considered. However, without additional data, it is difficult to fully conclude on the transport of dust particles in the direction perpendicular to  $B$ .

#### 4.1.5. Conclusion

In this work, we investigated the transport of incandescent dust particles in the volume of a very low-pressure ECR plasma produced in pure acetylene. The transport was analyzed by fast imaging (20000 fps) in the  $(x,y)$ -plane, i.e. in the plane parallel to the magnetic racetrack situated at  $z = 30$  mm of the reactor. This transport is likely to result from the balance between the electrostatic and ion drag forces. In the direction parallel to  $B$ , the transport occurs in between the magnets toward the middle of the lobe due to the space charge electric field. In contrast, in the direction perpendicular to  $B$ , their dynamics differ along the  $x$ -axis. Indeed, the dust particles are accelerated toward decreasing or increasing  $x$  values depending on the  $x$ -position. This behavior is attributed to mechanisms related to the cross-field  $\vec{E} \times \vec{B}$  drift. This assumption is supported by a simple model. However, experimental data coupled with the model highlight that plasma characteristics are varying along the  $x$ -axis and along the process.

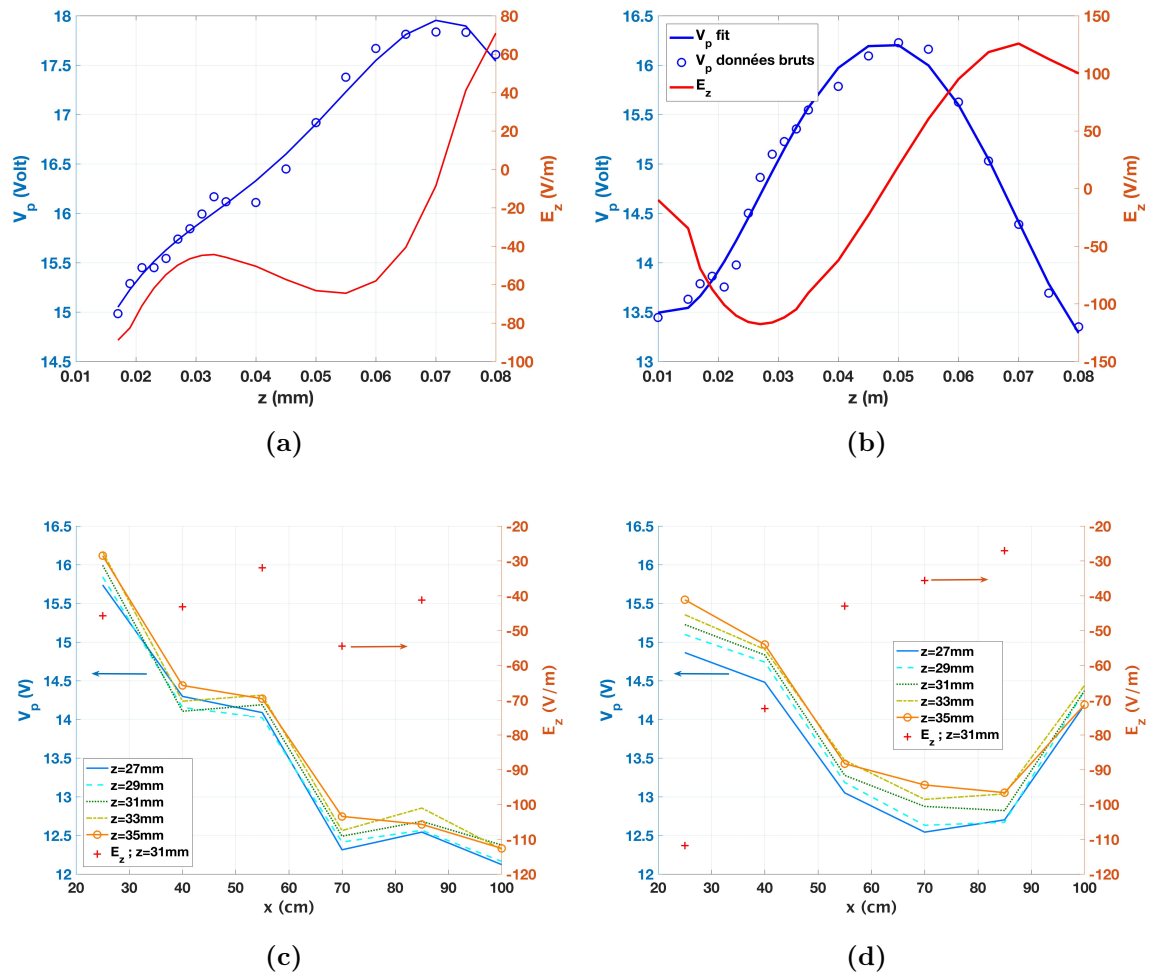
L'incandescence des poussières nous permet donc de caractériser leur dynamique dans le plan  $(x,y)$  par imagerie rapide via l'utilisation de l'algorithme TRACE. Nous avons montré qu'elles sont transportées dans des directions privilégiées. Suivant l'axe  $x$ , l'accélération des poussières est négative pour  $x < 550\text{mm}$ , proche de 0 pour  $550 \leq x \leq 800\text{mm}$  et positive pour  $x > 800\text{mm}$ . Sur l'axe  $y$ , les poussières sont accélérées depuis les aimants, vers le centre des festons quel que soit  $x$ , excepté dans les virages magnétiques (où le champ magnétique devient plus complexe). Dans la deuxième partie de l'article, nous discutons des forces qui peuvent être responsables du transport. Dans la fenêtre d'observation, les forces de trainée ionique et électrique semblent être les meilleurs candidates pour transporter les poussières. Suivant  $y$ , nous concluons qu'un champ électrique ambipolaire parallèle à  $\vec{B}$  accélère les poussières au centre du feston. À partir d'un modèle simple [87], nous déduisons qu'une force électrique doit être orientée suivant  $-x$ . Concernant la force de trainée ionique, si l'on suppose que la dérive ionique est principalement de type  $\vec{E} \times \vec{B}$ , nous concluons que cette force est orientée suivant  $+x$ . Donc, suivant cet axe, les poussières sont soumises à la somme de  $\vec{F}_e$  et de  $\vec{F}_i$ . La suite de ce chapitre est consacrée à l'estimation de ces forces. Cependant, il est difficile de caractériser un plasma d'acétylène à l'aide d'une sonde de Langmuir. En effet, un tel plasma contient de nombreuses espèces ioniques qui peuvent être positivement ou négativement chargées, ce qui complique l'interprétation des caractéristiques de courant. De plus, lorsqu'une sonde est introduite dans un plasma réactif, celle-ci est recouverte d'un dépôt menant à de fortes incertitudes sur les mesures. Face à ces contraintes, nous avons caractérisé un plasma d'argon à deux pressions différentes, afin de discuter des forces (électrique et de trainée ionique) qui s'appliqueraient sur une poussière sphérique isolée. Nous pourrions voir s'il existe des similitudes entre le transport de poussières observé en acétylène et celui prédit en argon.

## 4.2. Caractérisation d'un plasma d'argon

L'estimation de la force électrique et de la force de trainée ionique passe, dans un premier temps, par la caractérisation du plasma. À l'aide d'une sonde de Langmuir, nous allons alors déterminer le potentiel plasma  $V_p$ , les densités électronique et ionique,  $n_e$  et  $n_i$ , ainsi que la température électronique  $T_e$ .

### 4.2.1. Profil de potentiel et de densité d'un plasma d'argon

Dans la première partie du chapitre, nous avons vu que les champs électriques dans la direction perpendiculaire à  $B$  peuvent être liés. Ainsi, la première série de mesures consiste à mettre en évidence ces champs. Nous mesurons le potentiel plasma aux positions  $x = [25,40,55,70,85,100]$  cm pour  $10 \leq z \leq 80$  mm. De cette façon nous pouvons estimer les composantes du champ électrique  $E_x$  et  $E_z$  en calculant  $\vec{E} = -\vec{\nabla}V_p$ . Nous présentons les résultats sur la figure 4.10.



**Fig. 4.10.** Évolution du potentiel plasma  $V_p$  et du champ électrique  $E_z$  en  $x = 25$  cm, en fonction de  $z$  à (a) 1 mTorr et (b) 0,5 mTorr en plasma d'argon. Évolution de  $V_p$  à différentes hauteurs ( $29 \leq z \leq 35$  mm) et de  $E_z$  à  $z = 31$  mm en fonction de  $x$  à (c) 1 mTorr et (d) à 0,5 mTorr. En (a) et (b), les symboles correspondent aux données brutes et les traits pleins aux fit polynomiaux.

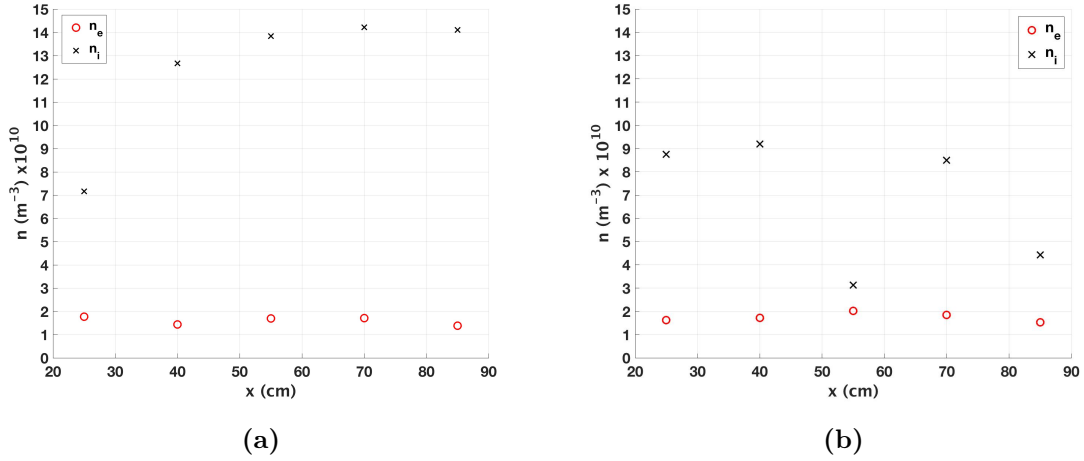


Les figures 4.10a et 4.10b présentent deux mesures de  $V_p$  respectivement à 1 mTorr et à 0,5 mTorr à la position  $x = 25$  mm. Nous avons effectué un fit polynomial (trait plein) des données brutes (cercle) du potentiel plasma. De cette façon, nous pouvons obtenir une estimation du signe ainsi que de l'ordre de grandeur du champ électrique suivant  $z$ . Nous remarquons que la position du maximum de  $V_p$  diminue:  $z_{\max, V_p} \approx 70$  mm et  $z_{\max, V_p} \approx 50$  mm à 1 mTorr et 0,5 mTorr respectivement. Il en résulte une augmentation de  $E_z$  à la position d'observation des poussières ( $z = 30$  mm).

Les figures 4.10c et 4.10d représentent l'évolution de  $V_p$  en fonction de  $x$  respectivement à 1 mTorr et à 0,5 mTorr aux environs de  $z \approx 30$  mm. Sur chaque figure, nous avons aussi représenté les valeurs de  $E_z$  à  $z \approx 30$  mm. À 1 mTorr nous observons une décroissance monotone et quasi-linéaire du potentiel plasma. En approximant la variation de  $V_p$  par une droite, nous trouvons  $E_x = 5$  V/m. En revanche, à 0,5 mTorr,  $V_p$  décroît jusqu'à  $x = 85$  cm et augmente en  $x = 100$  cm. Avec la même approche, nous trouvons  $E_x \approx 5$  V/m pour  $25 < x < 70$  cm et  $E_x \approx -10$  V/m pour  $85 < x < 100$  cm. Enfin,  $E_z$  évolue de façon différente avec la pression. En effet, à 1 mTorr,  $E_z \approx -40$  V/m quel que soit  $x$ , alors qu'à 0,5 mTorr,  $E_z$  augmente, passant de  $-120$  à  $-35$  V/m lorsque  $x$  augmente.

Nous remarquons que ces résultats sont en accord avec le modèle présenté dans la section 4.1.4. En effet, nous observons que la composante  $E_z$  du champ électrique est toujours négative dans la région d'observation des poussières. En conséquence, une poussière de petite taille ne peut pas se déposer à la paroi entre les aimants. De plus, nous constatons l'apparition d'un champ électrique  $E_x > 0$  ce qui est aussi en accord avec la création d'un champ  $E_x$  permettant aux ions de suivre la dérive des électrons. La dérive des ions peut être responsable du transport des poussières. Pour estimer la force de trainé ionique, nous devons mesurer la densité ionique du plasma.

La figure 4.11 montre l'évolution des densités ionique et électronique en plasma d'argon à  $z \approx 30$  mm à 1 mTorr (4.11a) et 0,5 mTorr (4.11b), en fonction de  $x$ . D'abord, nous constatons que la densité électronique ne semble pas évoluer en fonction de la pression. En revanche, Le comportement de  $n_i$  semble dépendant de la pression: les densités ioniques sont globalement plus élevées à 1 mTorr qu'à 0,5 mTorr. De plus,  $n_i$  semble dépendant de  $x$ . En effet, nous observons qu'à 1 mTorr,  $n_i$  augmente avec  $x$ :  $n_i \approx 7.10^{10}$  cm $^{-3}$  à  $x = 25$  cm et  $n_i \approx 14.10^{10}$  cm $^{-3}$  à  $x = 85$ cm. Alors qu'à 0,5 mTorr, la tendance est inversée:  $n_i \approx 9.10^{10}$



**Fig. 4.11.** Évolution de la densité ionique  $n_i$  et électronique  $n_e$  en fonction de  $x$  à (a) 1 mTorr et (b) 0,5 mTorr en plasma d’argon, à la position  $z \approx 30$  mm.

$\text{cm}^{-3}$  à  $x = 25$  cm et  $n_i \approx 4,5 \cdot 10^{10} \text{ cm}^{-3}$  à  $x = 85$  cm. À la même pression, la densité ionique chute brusquement à  $x = 55$  cm pour atteindre  $n_i \approx 3 \cdot 10^{10} \text{ cm}^{-3}$  (la mesure a été répétée plusieurs fois à cette position).

Enfin, nous remarquons que  $n_i \approx 5 \times n_e$  à 0,5 mTorr et  $n_i \approx 7 \times n_e$  à 1 mTorr. Ce résultat est contradictoire avec le principe de neutralité macroscopique du plasma. Dans un plasma, il est d’ordinaire mesuré que  $n_i \approx 1,2 \times n_e$ .

Dans notre cas, à  $z = 30$  mm, les critères s’appliquant au modèle OML pour le courant de saturation ionique sont parfaitement applicables puisque  $r_s/\lambda_D \approx 0,8 < 3$ . De plus, le rayon de Larmor moyen des ions  $r_{Li} \approx 8$  mm soit 140 fois plus grand que le rayon de la sonde. Cependant, nous savons que les électrons primaires du plasma sont confinés dans cette zone. Nous avons vu au chapitre précédent que ces derniers peuvent induire un courant d’émission secondaire, ce qui amplifie la valeur du courant de saturation ionique. Il est donc possible que  $n_i$  soit sur-estimé. Pour la mesure de  $n_e$  à la même hauteur, la méthode de Druyvesteyn ne s’applique plus puisque  $\Psi_{\perp} > 0,75$  et  $r_{Le} \approx r_s$  [37]. Ainsi, la mesure sous-estime la densité électronique.

Pour conclure, nous utiliserons  $n_i$  comme étant la valeur la plus proche de la densité plasma. Ces valeurs seront utilisées pour estimer la force de trainée ionique agissant sur une poussière isolée dans un plasma d’argon. Avant de pouvoir estimer son accélération, nous devons estimer les vitesses de dérive dans le plasma à  $z = 30$  mm.

### 4.2.2. Dérive des ions

Dans cette section, nous estimons les vitesses de dérive à la hauteur  $z \approx 30$  mm. Ici, nous ne considérons que les dérives ioniques électrique et magnétique:

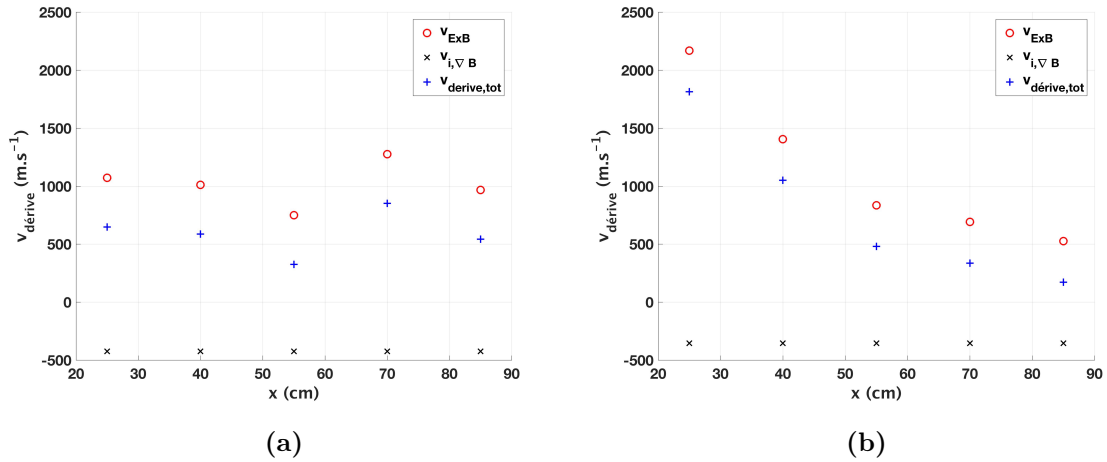
- **Dérive électrique:** Dans la première partie de ce chapitre, nous avons considéré que  $\vec{B} = B_y(z) \cdot \vec{e}_y$ . De cette façon, nous pouvons estimer que:

$$\vec{v}_{E \times B} = -\frac{E_z}{B} \quad (4.2.1)$$

- **La dérive magnétique:** Dans notre configuration magnétique, la dérive magnétique est composée d'une contribution associée au rayon de courbure et d'une contribution associée au gradient du  $\vec{B}$ . Dans la fenêtre d'observation, nous avons supposé que  $\vec{B} = B_y(z) \cdot \vec{e}_y$ . Une telle condition implique que le rayon de courbure  $R_c$  est infini, et donc que la dérive associée aussi. Nous prenons donc:

$$\vec{v}_B = \vec{v}_{\nabla B} = \pm \frac{\mu}{e} \frac{\vec{B} \times \nabla B}{B^2} \quad (4.2.2)$$

Nous rappelons que  $\mu = E_{c,\perp}/B$  avec  $E_{c,\perp} = \frac{1}{2} m_i v_{\perp}^2$ . Dans le cas présent, afin d'estimer la vitesse de dérive magnétique, nous posons que  $v_{\perp}$  est égale la vitesse thermique des ions  $v_{th,i} = \sqrt{\frac{8k_B T_i}{\pi m_i}} \approx 1100$  m.s<sup>-1</sup>. Les vitesses de dérives estimées sont représentées sur la figure 4.12:



**Fig. 4.12.** Évolution des vitesses de dérives des ions (électrique: rouge; magnétique: noir; totale: bleu) en fonction de x à (a) 1 mTorr et (b) 0,5 mTorr en plasma d'argon, à la position  $z \approx 30$  mm.

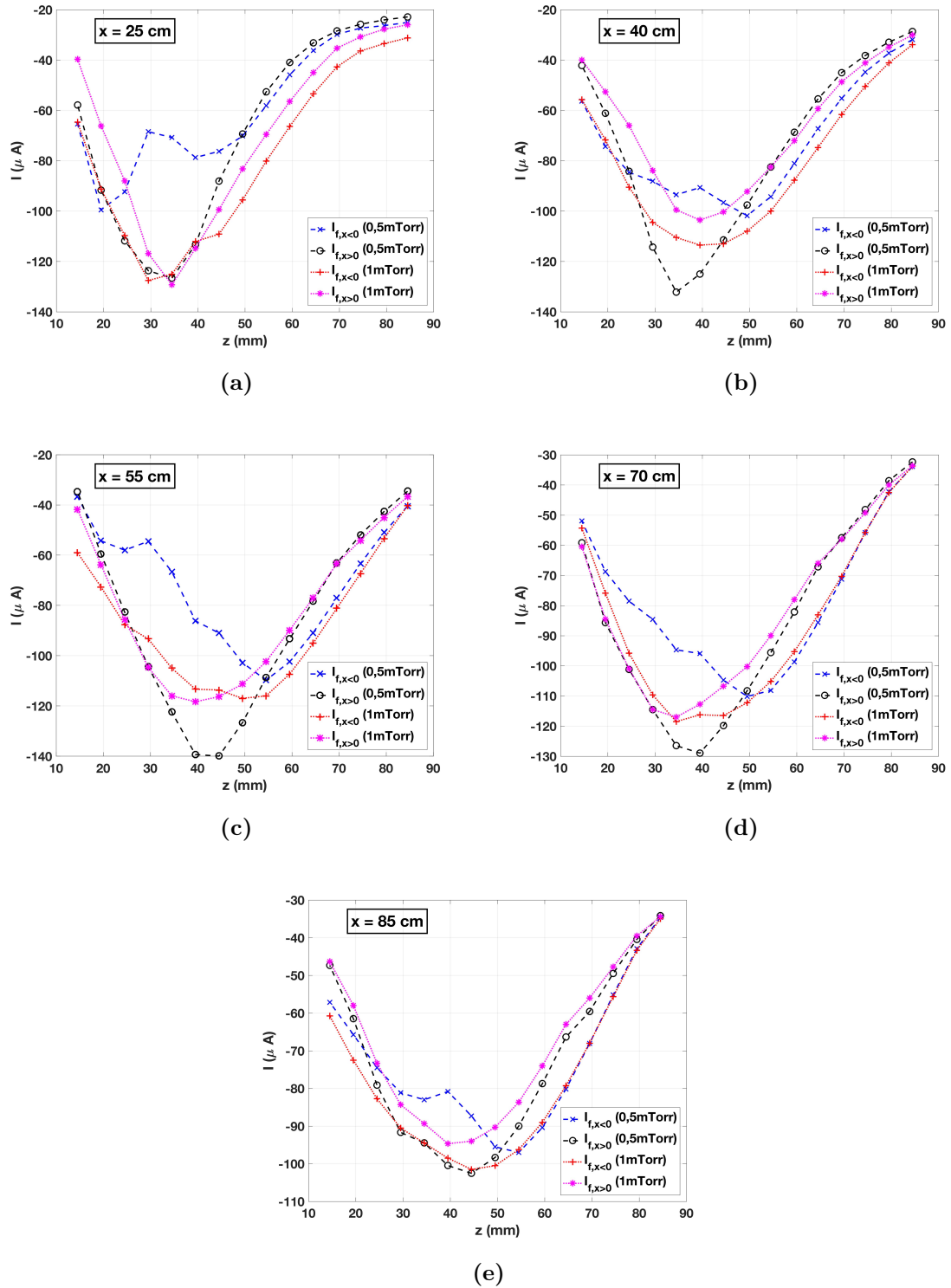
L'estimation des vitesses de dérive des poussières à 1 mTorr et 0,5 mTorr d'argon sont respectivement représentées sur les figures 4.12a et 4.12b. Quelle que soit la pression, la vitesse de dérive totale est positive (dirigée vers les x positifs) et donc, dans les deux cas, la vitesse de dérive électrique l'emporte sur la vitesse de dérive magnétique. Enfin, la vitesse de dérive magnétique est de l'ordre de  $420 \text{ m.s}^{-1}$ , bien inférieure à la vitesse thermique. Donc, à  $z \approx 30 \text{ mm}$  l'approximation du centre guide semble vérifiée, ce qui justifie a posteriori la prise en compte de la dérive magnétique pour les ions.

Encore une fois ces résultats sont en accord avec le modèle présenté dans la section 4.1.4. Il convient de vérifier que le sens de la dérive est orienté dans le même sens que celui prédit par nos estimations. Pour cela, nous utilisons une sonde de Mach. Ce diagnostic permet de déterminer si une dérive des ions existe et quelle est son orientation. La sonde est disposée de façon à mesurer la dérive des ions suivant l'axe x. La sonde est polarisée à  $-140 \text{ V}$  afin de collecter uniquement des ions.  $I_{f,x<0}$  et  $I_{f,x>0}$  correspondent respectivement aux courants mesurés par la face orientée vers les x négatifs et les x positifs. Si  $|I_{f,x<0}| > |I_{f,x>0}|$  alors la dérive des ions est dirigée vers les x positifs et inversement. Les résultats sont présentés sur la figure 4.13

Les figures 4.13a, 4.13b, 4.13c, 4.13d et 4.13e représentent respectivement les mesures de courants ioniques en fonction de z, effectuées en  $x = 25, 40, 55, 70$  et  $85 \text{ cm}$ . Les courbes en "tirets" et en pointillés sont respectivement faites à 0,5 mTorr et à 1 mTorr d'argon. Enfin,  $I_{f,x<0}$  et  $I_{f,x>0}$  correspondent respectivement aux courants mesurés par l'électrode orientée vers les x négatifs (symboles + et ×) et les x positifs (symboles o et \*).

Nous remarquons que toutes les mesures à 1 mTorr ont un profil similaire, quelle que soit l'électrode de mesure. Nous attribuons ces légères différences à l'erreur de mesure. S'il existe une dérive ionique à 1 mTorr nous ne pouvons la détecter à l'aide de notre sonde. En revanche, à 0,5 mTorr d'argon, nous constatons que l'intensité du courant ionique mesurée dépend fortement de l'électrode de mesure. En effet, nous observons un fort écart de courant aux environs de  $z = 30 \text{ mm}$ , où l'inégalité  $|I_{f,x<0}| < |I_{f,x>0}|$  est toujours vérifiée. Nous concluons qu'à 0,5 mTorr d'argon, il existe une dérive ionique orientée vers les x négatifs (vers l'injection micro-onde) en  $z \approx 30 \text{ mm}$ , soit une vitesse de dérive ionique  $v_d < 0$ .

Cette observation nous montre qu'à 0,5 mTorr d'argon il doit exister une dérive plus importante que la dérive  $\vec{E} \times \vec{B}$ . En effet, si seules  $v_{\vec{E} \times \vec{B}}$  et  $v_{\vec{\nabla} B}$  étaient responsables de la



**Fig. 4.13.** Comparaison de courants ionique mesurés sur chaque face d’une sonde de Mach à 0,5 mTorr et 1 mTorr d’argon. Les mesures sont faites en (a)  $x = 25$  cm, (b)  $x = 40$  cm, (c)  $x = 55$  cm, (d)  $x = 70$  cm et (e)  $x = 85$  cm.  $I_{f,x<0}$  et  $I_{f,x>0}$  correspondent respectivement aux courants mesurés par l’électrode orientée vers les  $x$  négatifs (symboles + et  $\times$ ) et les  $x$  positifs ( symboles o et \*).

dérive des ions, nous aurions mesuré  $v_d > 0$ . Il doit donc exister une autre dérive permettant d'expliquer nos mesures. En effet, nous avons négligé la dérive ionique associée au rayon de courbure en le considérant infini. Comme la dérive  $\vec{B} \times \vec{\nabla}B$ , celle-ci entraîne les ions en direction des  $x$  négatifs (si  $R_c < 0$ ). Une modélisation des lignes de champ magnétique nous permettrait ainsi de voir si celle-ci pourrait expliquer nos mesures.

Pour résumer, à 1 mTorr, il doit exister une dérive  $v_\alpha \approx v_{\vec{E} \times \vec{B}} - v_{\vec{\nabla}B}$ , ce qui entraîne une dérive totale  $v_d \approx 0$ . À 0,5 mTorr, cette dérive doit s'amplifier et permettre d'obtenir l'inégalité  $v_\alpha > v_{\vec{E} \times \vec{B}} - v_{\vec{\nabla}B}$ .

Enfin, ces mesures nous montrent que le modèle que nous avons adapté de Maemura *et al.* [87] n'est pas transposable à notre étude en argon et ne nous permet pas d'expliquer le transport des poussières suivant  $x$ . En effet, celui-ci suppose que la dérive des ions est produite par un champ ambipolaire généré par la dérive électrique des électrons magnétisés. Transposé à notre étude, nous déduisons qu'une compétition doit exister entre la force de trainée ionique et la force électrique, le long de l'axe  $x$ . Ainsi, bien que nous mesurions effectivement un champ  $E_x$  orienté dans le sens des  $x$  positifs, celui-ci ne semble pas suffisant pour entraîner les ions dans cette direction. Nos mesures en argon montrent que, pour  $x < 70$  cm, la force électrique ainsi que la force de trainée ionique sont orientées dans la même direction. Cependant, les faibles valeurs mesurées de  $E_x$  nous questionnent quant à la possibilité de la force électrique de transporter les poussières. La partie suivante est donc dédiée à l'estimation des forces s'appliquant à une poussière isolé dans un plasma d'argon à 0,5 mTorr.

### 4.2.3. Estimation de l'accélération des poussières

Dans la section 4.1.4, nous avons estimé que dans la fenêtre d'observation de la caméra, seules les forces électrique  $F_e$  et de trainée ionique  $F_i$  semblent pouvoir expliquer le transport des poussières. Afin de comparer directement l'intensité de  $F_e$  et de  $F_i$  sur une poussière en argon avec les observations en acétylène, nous représentons les accélérations que subirait une poussière soumise uniquement à  $F_e$  ou à  $F_i$ . De plus, par continuité avec notre modèle de chargement des poussières, nous supposons les poussières sphériques.

Ainsi, l'accélération d'une poussière par  $F_e$  s'exprime:

$$a_x = \frac{3\epsilon_0 E_x |\Phi_f|}{\rho r_d} \quad (4.2.3)$$

Où  $\epsilon_0$  et  $\Phi_f$  sont respectivement la permittivité du vide et le potentiel flottant de la poussière relativement à  $V_p$ . D'après les résultats du chapitre précédent, nous avons estimé que  $|\Phi_f| = 13V$  avec une population d'électrons primaires représentée par une distribution de Dirac.

Puis, l'accélération d'une poussière soumise uniquement à  $F_i$  s'écrit:

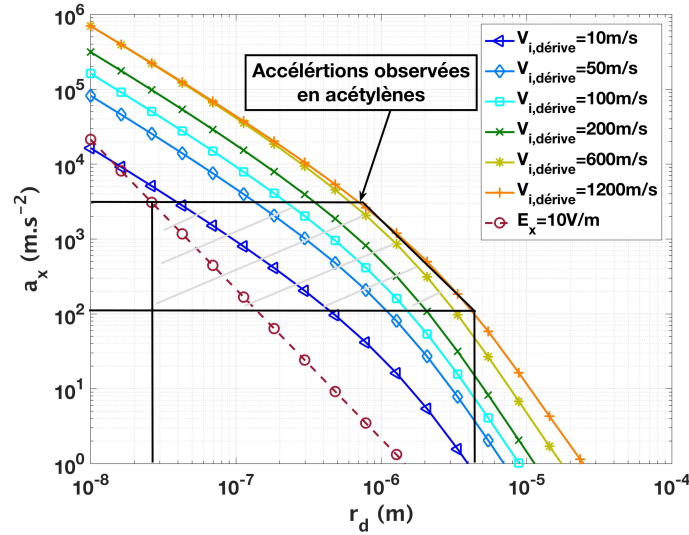
$$a_{x,F_i} = \frac{3n_i m_i V_{it} v_i}{4\rho r_d} \left[ 2 \left( \frac{e\Phi_f}{m_i v_i^2} \right)^2 \ln \left( \frac{b_0^2 + \lambda_{De}^2}{b_0^2 + b_c^2} \right) + \left( 1 - \frac{2e\Phi_f}{m_i v_i^2} \right) \right] \quad (4.2.4)$$

Où nous rappelons que  $b_0$  représente le paramètre d'impact,  $b_c$  est le paramètre d'impact faisant subir une déflexion de  $90^\circ$  de l'ion incident,  $\lambda_{De}$  est la longueur de Debye électronique et  $V_{it} = \sqrt{v_i^2 + 8k_B T_i / \pi m_i}$  représente la vitesse totale des ions (vitesse moyenne thermique et la vitesse dirigée  $v_i$ ).

Dans la section 4.2.1, nous avons vu que le champ électrique  $E_x$  peut atteindre jusqu'à 10 V/m à 0,5 mTorr d'argon. Nous utilisons cette valeur pour l'estimation de l'accélération d'une poussière soumise à  $F_e$ . Pour la force de trainée ionique, l'estimation est plus délicate. En effet, nous n'avons pas estimé les dérives électrique et magnétique puisque celles-ci sont compensées par une autre dérive que nous ne connaissons pas. Nous allons donc estimer l'accélération d'une poussière soumise à  $F_i$  pour différentes vitesses de dérive.

L'estimation de l'accélération des poussières soumise à  $F_e$  ou à  $F_i$  en fonction de leur rayon est présentée sur la figure 4.14. À titre de comparaison, le cadre noir indique les rayons des particules associés aux accélérations mesurées en acétylène. Nous remarquons que l'accélération d'une poussière soumise à  $E_x \approx 10$  V/m est quasi-toujours inférieure à l'accélération d'une poussière soumise à la trainée ionique (quelle que soit la vitesse de dérive). Ainsi, en plasma d'argon, en dehors des virages magnétiques, la dynamique d'une poussière isolée serait principalement contrôlée par la force de trainée des ions. En effet, pour  $10 \leq x \leq 55$  cm, la force de trainée ionique pourrait expliquer le transport des poussières en acétylène.

Néanmoins, nous constatons que ce résultat est en désaccord avec le modèle utilisé au début du chapitre puisque les ions ne dérivent pas dans la direction de la dérive des électrons.



**Fig. 4.14.** Évolution de la composante  $a_x$  de l'accélération des poussières en fonction de leur rayon pour composante  $E_x = 10$  V/m et différentes vitesses de dérive ioniques. Ici,  $|\Phi_f| = 13$  V.

### 4.3. Conclusion du chapitre

Dans ce chapitre, nous avons étudié le transport des poussières incandescentes dans un plasma d'acétylène et d'argon. Dans un premier temps, nous avons caractérisé le transport des poussières formées en acétylène par imagerie rapide. Nous avons montré que le transport des poudres suivant l'axe  $x$  change d'orientation:  $a_x < 0$  pour  $x \leq 55$  cm,  $a_x \approx 0$  pour  $55 \leq x \leq 80$  cm et  $a_x > 0$  pour  $x > 80$  cm. De plus, nous avons montré que l'accélération des poussières suivant l'axe  $y$  est dirigée vers l'intérieur du feston (entre les aimants). La majorité des poussières est observable autour de  $z = 3$  cm entre les aimants.

Face à la difficulté de caractériser un plasma d'acétylène (méconnaissance des espèces ioniques et dépôt carboné sur les instruments de mesures) nous avons supposé que le transport des poussières est indépendant du gaz dans lequel celles-ci sont générées. C'est pourquoi nous avons caractérisé un plasma d'argon à 1 mTorr et à 0,5 mTorr à l'aide d'une sonde de Langmuir et d'une sonde de Mach. Nous avons mesuré les profils de densités électronique et ionique et de potentiel plasma. Nous avons utilisé les profils de  $V_p$  pour estimer la composante  $E_z$  du champ électrique et estimer la vitesse de dérive  $\vec{E} \times \vec{B}$  ainsi que la dérive  $\vec{B} \times \vec{\nabla}B$ . Cette estimation nous donne une vitesse de dérive positive (dirigée vers  $x > 0$ ). Cependant, la mesure de l'orientation de la vitesse de dérive avec la sonde de Mach est en désaccord avec l'estimation précédente. À 0,5 mTorr d'argon le sens de la dérive coïncide avec le sens de



transport des poussières pour  $10 \leq x \leq 55$  cm. Il doit exister un autre mécanisme de dérive permettant d'expliquer ce transport.

Nous avons comparé l'accélération des poussières en fonction de leurs rayons et suivant qu'elles soient soumises à une force électrique ou de trainée ionique. Nous avons utilisé les paramètres des poussières (charge, potentiel) déterminés au chapitre précédent pour estimer les accélérations subies. Nous avons comparé les accélérations mesurées par imagerie rapide avec celles estimées. Nous constatons que les poussières ne peuvent être transportées que par la force de trainée ionique. Cela contrevient aux hypothèses sur le transport que nous avons faites au début du chapitre, la force électrique ne peut pas être responsable du transport dans un plasma d'argon. Néanmoins, la force de trainée ionique est orientée dans la même direction que pour les poussières en acétylène, pour  $10 \leq x \leq 55$  cm.



# Chapitre 5

---

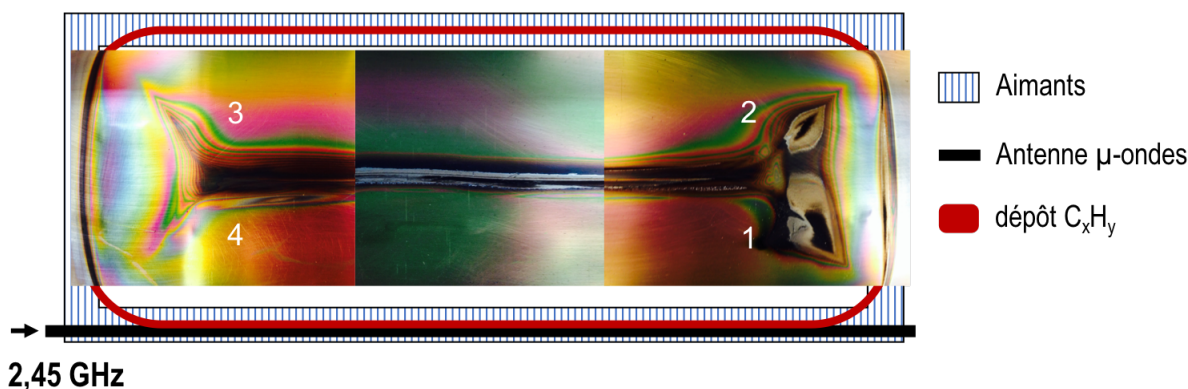
## Étude de l'interaction plasma surface

Ce chapitre est consacré à l'interaction du plasma avec les surfaces du réacteur. En particulier, il a pour but de caractériser les poussières formées dans un plasma RCER d'acétylène à partir d'observations ou de mesures ex-situ et de mettre en évidence des phénomènes de formation, de transport et de dépôt singuliers. La première étape consiste à mettre en évidence les zones d'intérêt où collecter de la matière et où positionner les sondes pour l'analyse du transport. La seconde consistera donc à discuter des processus de transport vers les parois.

### 5.1. Observations Expérimentales et analyses ex-situ

#### 5.1.1. Observation du dépôt

La figure 5.1 représente une superposition d'images du dépôt obtenu sur les parois du réacteur après un plasma de 30 minutes à 0,6 mTorr de  $C_2H_2$ . Contrairement à un plasma de  $CH_4$ , où le dépôt est homogène sur les parois du réacteur, en plasma de  $C_2H_2$  celui-ci est très inhomogène. En effet, contrairement au dépôt en couches minces produit entre les aimants (cette couche mince est observée du fait de la présence de franges d'interférence liées à l'épaisseur de la couche), un dépôt noir est localisé au niveau des aimants périphériques et de l'aimant central, ainsi que dans les virages magnétiques. Localement, l'absence de ce dépôt (en particulier, dans les virage magnétiques 1 et 2 représentés sur la figure 5.1) montre que ce dépôt n'est pas cohésif : nous avons donc émis l'hypothèse que ce dépôt était constitué de poussières, celles-ci étant « soufflées » lors de la remise à la pression atmosphérique du réacteur.



**Fig. 5.1.** Schéma de la piste magnétique du réacteur RECR avec superposition de photographies montrant les zones privilégiées du dépôt.

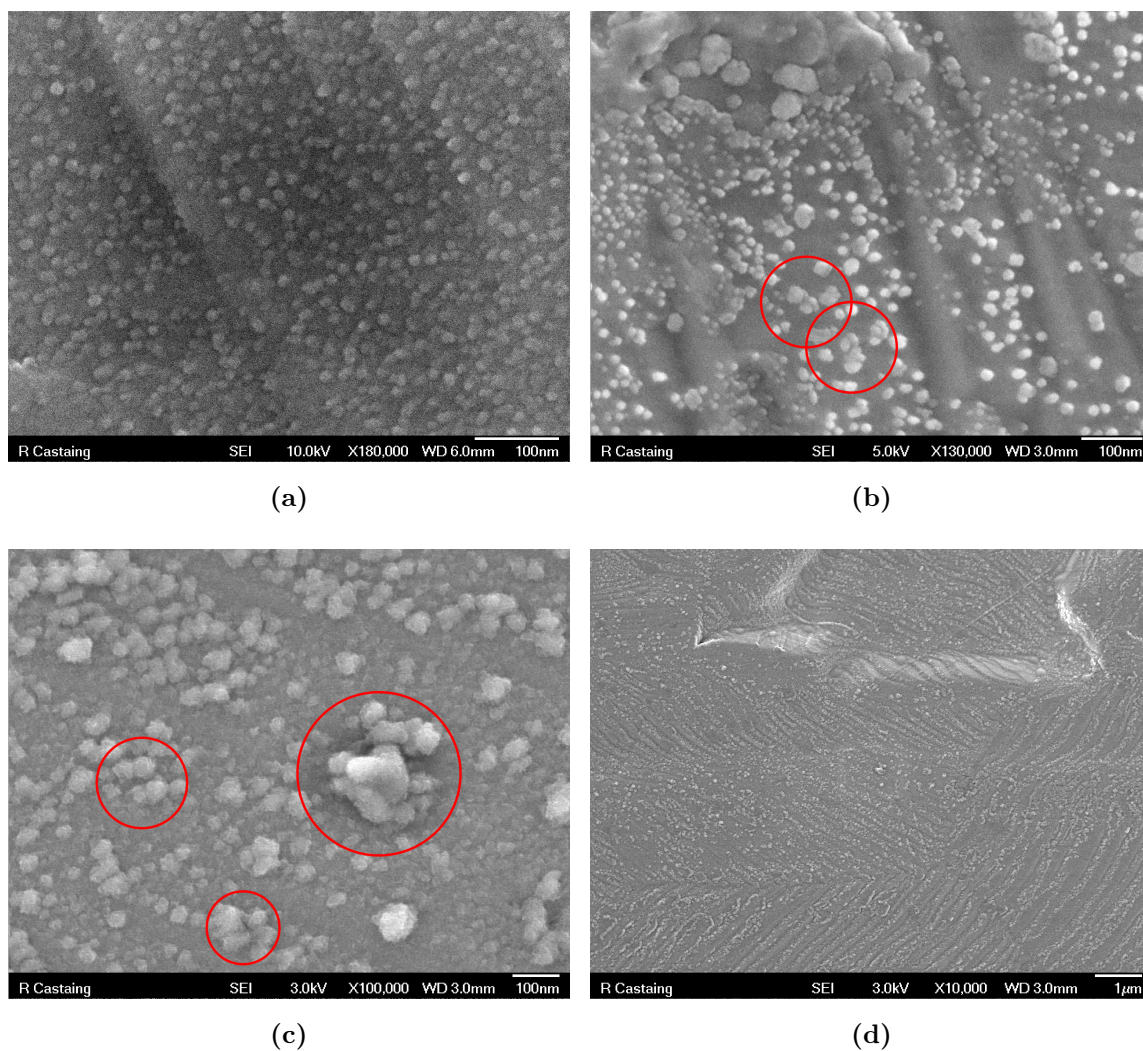
Cette première observation nous permet de définir trois zones d'intérêt : l'aimant périphérique, l'aimant central et le virage magnétique. Des échantillons sont donc collectés dans ces différentes zones pour différents temps.

### 5.1.2. Analyse ex-situ du dépôt

Dans cette partie, les dépôts collectés sur des substrats en acier inoxydable sont analysés par microscopie électronique à balayage (MEB), par spectroscopie Raman et par spectrométrie de masse (AROMA). Ces méthodes ne sont pas détaillées dans le manuscrit car elles ne sont utilisées que pour discuter les processus de transport et de dépôt de poussières mis en jeu dans le plasma RCER d'acétylène. Néanmoins, le lecteur pourra se référer aux travaux dans le dispositif AROMA (Astrochemistry Research of Organics with Molecular Analyzer) de H. Sabbah de l'Institut de Recherche en Astrophysique et Planétologie (IRAP) [89].

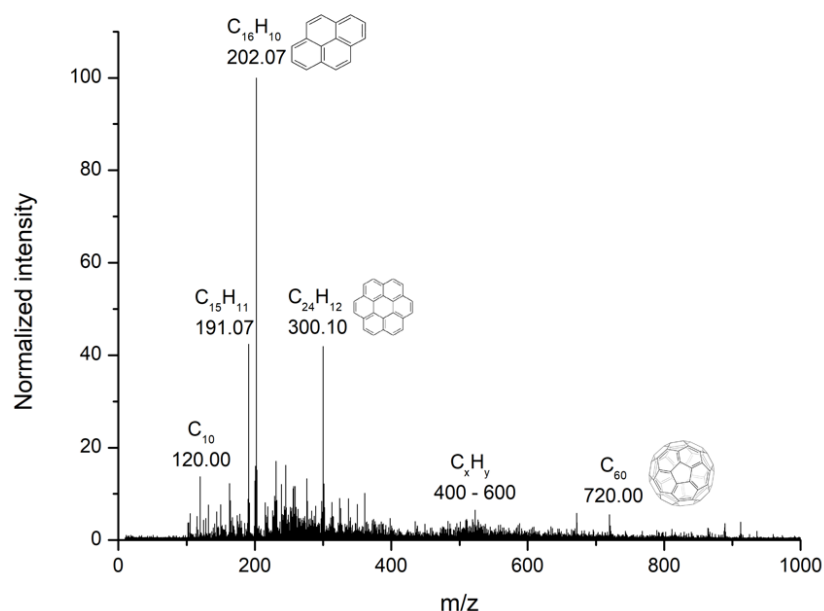
La figure 5.2 représente des images MEB de poussières collectées sur l'aimant central (figure 5.2a) et sur le virage magnétique (figure 5.2b, 5.2c et 5.2d) pour des temps courts (jusqu'à 2 minutes). Il est à noter que pour ces temps, l'imagerie rapide (Chapitre 4) ne détecte aucune poussière incandescente.

En accord avec l'hypothèse émise, la figure 5.2 montre que quelle que soit la position (aimant central et virage magnétique), le dépôt est constitué de poussières. Celles-ci sont sphériques suggérant qu'elles sont produites dans le volume du plasma (croissance isotrope) et transportées à ces positions. Au niveau de l'aimant central (figure 5.2a), le diamètre moyen de ces poussières est de l'ordre 20 nm avec une faible dispersion dans la distribution en taille



**Fig. 5.2.** Photographies MEB d'échantillons soumis à un plasma d'acétylène (a) au niveau de l'aimant central pendant 1 minute et au niveau du HS (b) pendant 1 minute, (c)(d) 2 minutes respectivement.

contrairement à celles collectées dans le virage magnétique (figure 5.2b) où le diamètre des poussières est compris entre 10 et 50 nm. Cette taille n'évolue pas au cours du temps (figure 5.2c), bien que quelques agrégats (entourés par les cercles rouges) apparaissent. Néanmoins, il est difficile de dire si ce processus se produit dans le volume du plasma ou sur les parois. Les poussières les plus rapprochées pourraient coaguler sur la paroi. Enfin, la figure 5.2d nous montre une vue élargie de la même zone présentée sur la figure 5.2c. Toute la zone du virage magnétique est recouverte de poussières : celles-ci semblent être organisées, c'est-à-dire alignées. Le dépôt au niveau des aimants et des virages magnétiques (1 et 2) est donc composé de poussières venant s'accumuler au cours du temps.



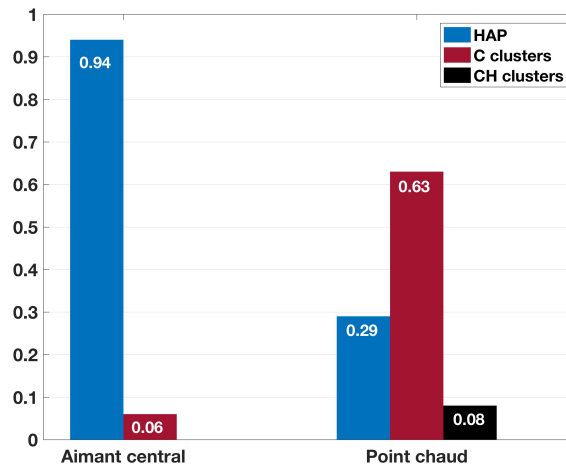
**Fig. 5.3.** Spectre de masse montrant la composition des poussières récoltées à l'aimant central.

Afin de caractériser la structure de ces poussières, les dépôts sont analysés dans le dispositif AROMA. La figure 5.3 présente le spectre de masse du dépôt collecté après 2 minutes sur l'aimant central. Ce dépôt est constitué de molécules de masse et de stœchiométrie particulières qui peuvent être classées en trois catégories:

- **Les Hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP)** : ce sont des molécules hydrocarbures aromatiques, c'est-à-dire des molécules constituées d'atomes de carbone et d'hydrogène mais dont la structure comprend au moins deux cycles aromatiques. Ces HAP sont très étudiés dans les procédés de combustion comme produits de la nucléation de suies [90] et observés en abondance dans le milieu interstellaire [91]. Par analogies, ces molécules sont considérées comme la source des poussières dans les plasmas froids [92] bien que très peu d'évidences expérimentales n'aient été rapportées [93]. Dans notre cas, nous observons que la molécule de pyrène ( $C_{16}H_{10}$ , masse 202,07) est la plus abondante et que le plus grand HAP formé est la molécule de coronène ( $C_{24}H_{12}$ , masse 300,10).
- **Les clusters de carbone** : ce sont des molécules uniquement composées d'atomes de carbone. Ceux-ci peuvent être formés par recombinaisons ou suite à des modifications

des HAP liées à du bombardement ionique ou du chauffage. Le plus abondant est la molécule  $C_{10}$  (masse 120,00) mais des plus gros clusters, tels que des fullerènes (tel que  $C_{60}$ , masse 720,00) sont aussi observés.

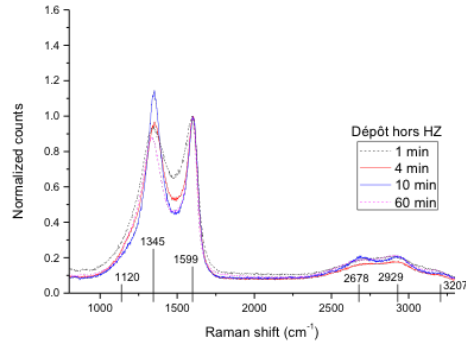
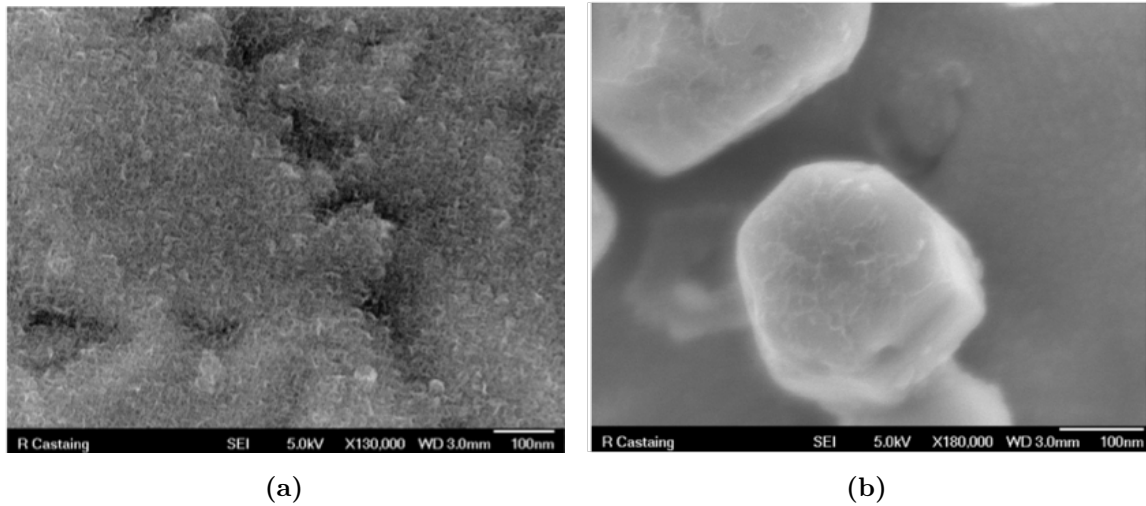
- **Des molécules hydrocarbonées** : ce sont généralement des HAP sur-hydrogénés (masse comprise entre 400 et 600). Néanmoins, ces molécules sont trouvées en très faible abondance.



**Fig. 5.4.** Composition des poussières récoltées à l'aimant central ainsi qu'au point chaud.

En considérant ces trois types de molécules, les résultats sont résumés sur la figure 5.4 pour le dépôt collecté sur l'aimant central et le virage magnétique. Nous constatons que les poussières collectées à l'aimant central sont principalement composées de HAP. En revanche, au virage magnétique, celles-ci sont majoritairement composées de clusters (63%) et de HAP (29%). En considérant que les HAP soient des produits de la nucléation, ceci suggère que cette étape se produit dans le plasma dans les zones de fort champ magnétique.

Afin de mettre en évidence des effets liés à l'interaction plasma-surface au niveau du virage magnétique, des échantillons ont été collectés pour différents temps (Figure 5.5a et 5.5b). Au cours du temps, les observations au MEB suggèrent que le dépôt évolue. En effet, contrairement aux temps très courts où l'on observait principalement que des poussières isolées, nous observons, de façon reproductible, le dépôt d'une couche homogène au bout de 4 minutes et la présence de « cristaux » au bout de 10 minutes. La spectroscopie Raman (Figure 5.5c) montre la nature « graphitique » du dépôt, celle-ci évoluant peu au cours du

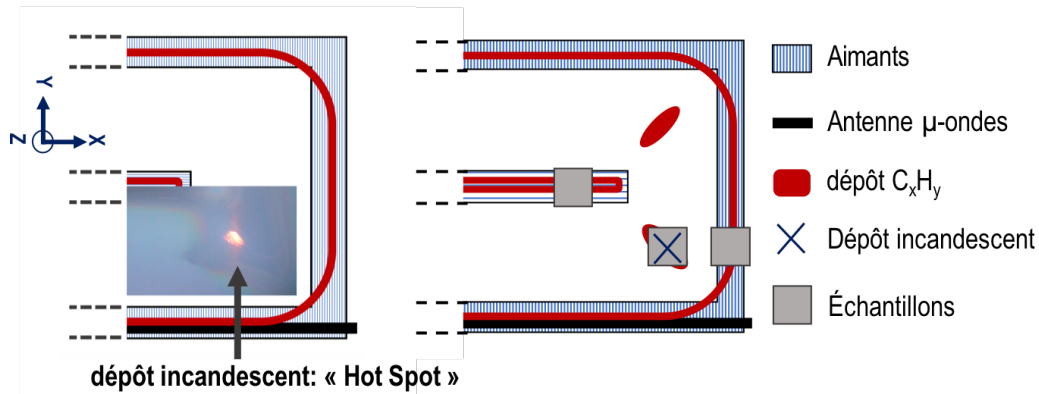


**Fig. 5.5.** Photographies MEB d'échantillons collectés au niveau du virage magnétique 1 (a) après 4 et (b) 10 min. Ces échantillons sont ensuite analysés par spectroscopie Raman (c).

temps. Or, les mesures de spectroscopie Raman ont été effectuées hors d'une zone d'incandescence du dépôt, représentée sur la figure 5.6. Ceci explique la faible évolution temporelle de la nature graphitique du dépôt.

En effet, au bout d'un temps compris entre cinq et dix minutes, un point chaud (HS pour « hot spot ») se forme dans le virage magnétique 1 (figure 5.6). Ce HS apparaît quelques minutes après l'apparition des premières poussières incandescentes (généralement observées autour de 5 minutes – cf chapitre 4). Ce HS peut être observé dans différentes conditions. En effet, par exemple, après un plasma d'acétylène de 30 minutes, il est possible d'observer le même phénomène en plasma d'argon pour des pressions inférieures ou égales à 0,2 mTorr. Toutefois, pour des pressions supérieures, aucun processus de chauffage n'est observé. Ainsi,





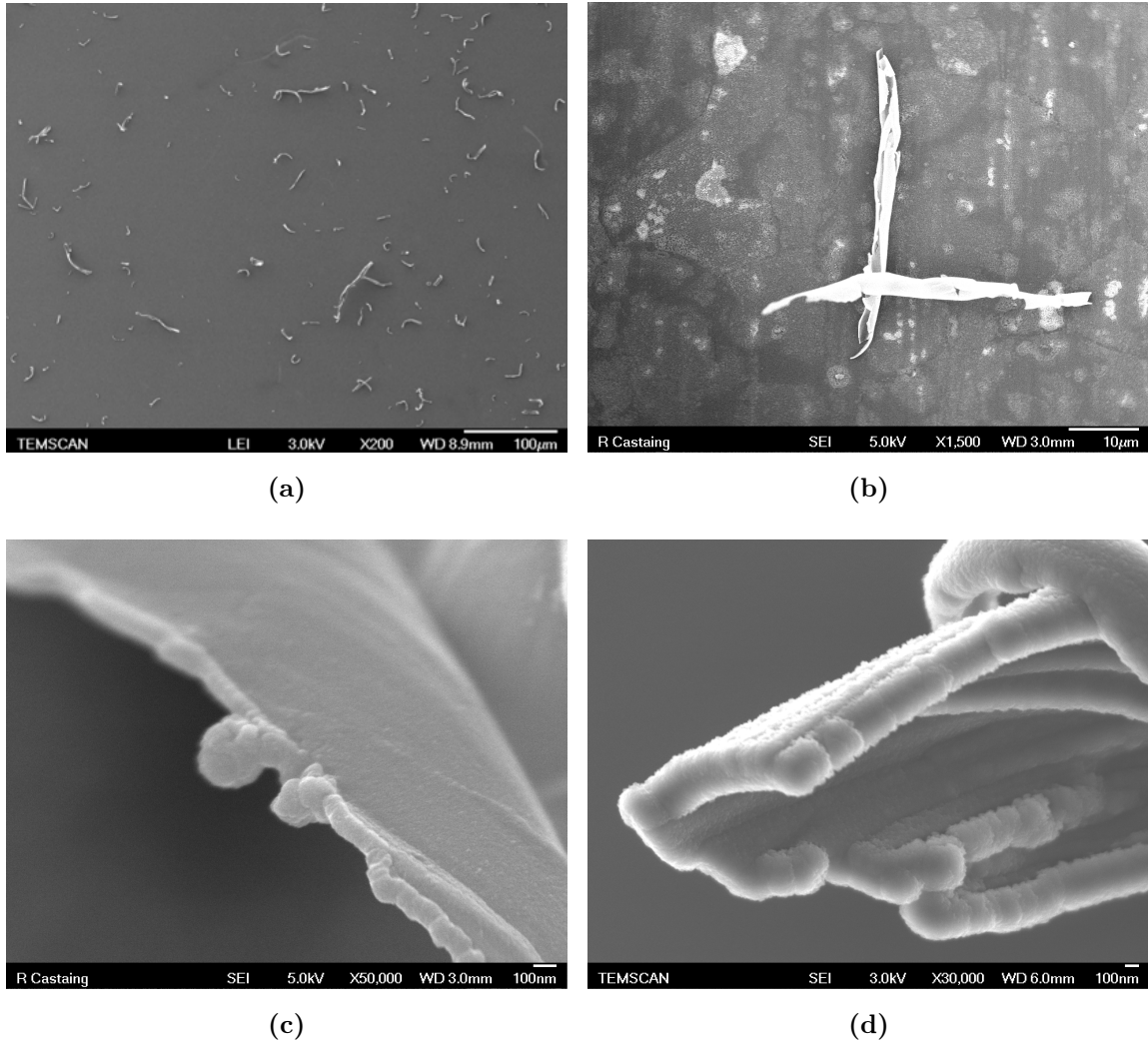
**Fig. 5.6.** Photographie du dépôt incandescent ("Hot Spot") dans le virage magnétique n°1, à la position  $x = 95\text{cm}$  et  $y = 5\text{cm}$  et schéma des zones où sont positionnés les échantillons pour la collecte du dépôt.

l'incandescence sur les parois au virage magnétique est conditionnée à la présence d'un dépôt carboné et est liée à la physique même du plasma (et non à la chimie du plasma d'acétylène).

Lors de l'apparition du HS, le nombre de poussières incandescentes dans le volume du plasma augmente très fortement (cf chapitre 4). En effet, la figure 5.7 montre qu'en plus de poussières sphériques, la présence de poussières de formes allongées, de plusieurs  $\mu\text{m}$  de long (Figure 5.7a). À partir de 10 minutes, le dépôt, composé de poussières sphériques se fragilise puis s'écaille à la surface de l'échantillon. Les figures 5.7b et 5.7c montrent respectivement l'une de ces poussières appelées "flakes" ainsi qu'un agrandissement du rebord de ce type de particule. Sur la figure 5.7c, on peut voir une excroissance grandir à partir du rebord du "flake".

Enfin, la figure 5.7d montre encore un agrandissement réalisé sur un des morceaux de dépôt issus de la délamination. Nous constatons qu'il est composé du même dépôt rugueux que celui observé durant les premières minutes du plasma. Ceci confirme bien l'hypothèse émise quant à leur processus de formation depuis les parois. Des particules de ce type sont observées un peu partout dans le réacteur. Leur répartition peut s'expliquer soit par leur formation dans l'ensemble du réacteur, soit par leur transport dans tout le volume lors de la remise à la pression atmosphérique du réacteur. Pour cela, des échantillons sont collectés au niveau des aimants.

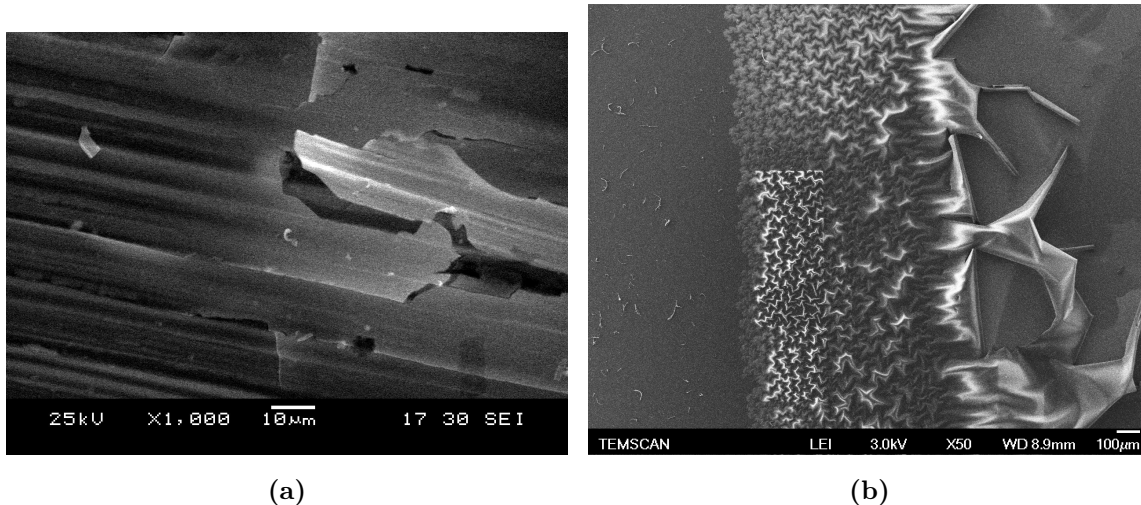
Bien que nous n'observions pas de HS sur les aimants périphériques ou sur l'aimant central, des mécanismes similaires apparaissent dans ces régions. En effet, la figure 5.8 montre que la structure du dépôt évolue fortement au cours du temps (ici, 20 minutes). De



**Fig. 5.7.** Photographies MEB d'échantillons collectés au niveau du virage magnétique n°1 après 20 min.

même que sur le virage magnétique, nous observons la délamination du dépôt au niveau de l'aimant central (figure 5.8a) et une rupture du dépôt sur l'aimant périphérique à côté du point chaud (figure 5.8b). Nous pouvons voir la propagation du décollement du dépôt (figure 5.8b). Des motifs géométriques, associés au décollement, deviennent de plus en plus petits jusqu'à former une frontière très nette. Ces observations suggèrent que le dépôt est soumis à des contraintes thermiques et mécaniques importantes. La délamination serait la première étape de rupture du dépôt. Ensuite, les effets de bords engendrent de fortes contraintes mécaniques et se propagent perpendiculairement au sens de la délamination.

Pour aller plus loin dans ces observations, nous avons filmé les parois du réacteur par imagerie rapide.



**Fig. 5.8.** Les photographie MEB d'échantillons soumis à un plasma d'acétylène plus de 20 minutes (a) au niveau de l'aimant central et (b) sur l'aimant périphérique.

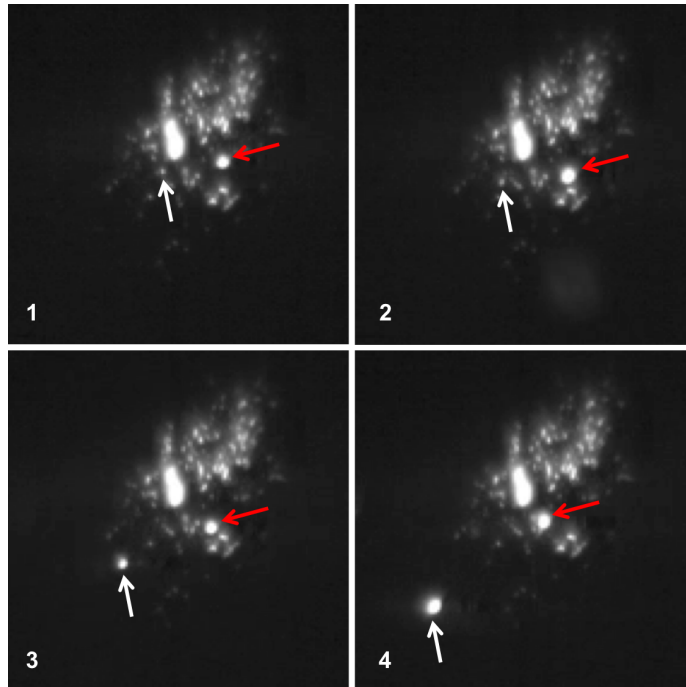
### 5.1.3. Étude qualitative du dépôt par imagerie rapide

Deux zones ont particulièrement été étudiées. La première est le virage magnétique en présence de HS. En effet, l'incandescence locale du dépôt permet aisément de filmer les phénomènes. La seconde est au niveau de l'antenne.

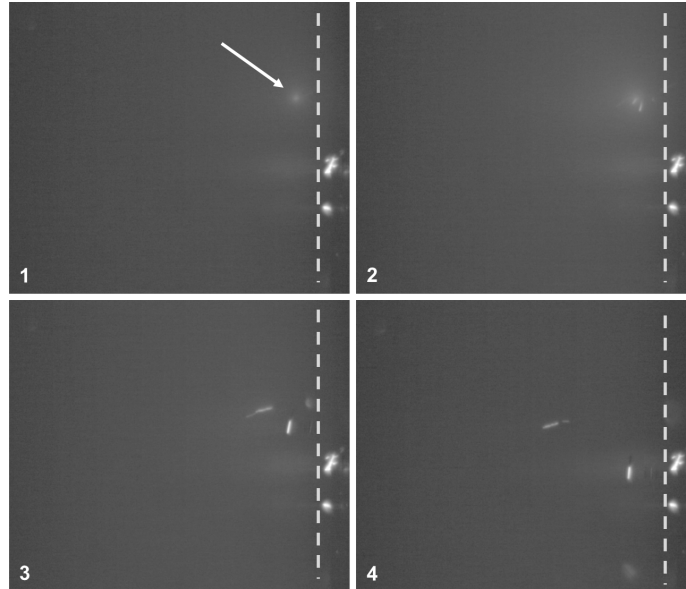
Afin d'observer plus en détail le HS, nous avons filmé cette zone. Toutefois, la faible profondeur de champ imposée par la faible luminosité du milieu ne nous permet pas de faire un suivi quantitatif des poussières dans cette zone. Nous nous cantonnons à une description qualitative des poussières et du dépôt incandescent.

La figure 5.9 reporte une séquence d'images où deux événements singuliers se produisent simultanément. Le premier (flèche rouge) montre le déplacement d'une poussière à la surface ou juste au-dessus du HS. Le deuxième (flèche blanche) montre une poussière quittant le HS en direction du plasma. Ces observations nous indiquent que des poussières sont collectées au point chaud et réémises depuis cette zone.

D'autre part, cette séquence montre que le chauffage du dépôt n'est pas homogène. Ceci peut s'expliquer soit par le fait que le dépôt n'est pas compact, mais plutôt une surface sur laquelle repose un grand nombre de particules, soit que le processus de chauffage n'est pas homogène.



**Fig. 5.9.** Séquence d'images du point chaud enregistrée par imagerie rapide. La flèche rouge suit une poussière se déplaçant sur le point chaud. La flèche blanche suit une poussière quittant le point chaud.



**Fig. 5.10.** Séquence d'images enregistrée par imagerie rapide au niveau de l'antenne micro-onde (ligne blanche en pointillé). La flèche blanche indique le point d'émission des poussières.

Enfin, la figure 5.10 nous montre une séquence d'images filmées au niveau de l'antenne micro-onde (signalée par la ligne blanche en pointillé). En effet, des poussières incandescentes

sont présentes au niveau de l'antenne comme on peut le voir à droite de la ligne pointillée. A partir de la flèche blanche mentionnée sur la première image, nous observons l'émission de deux particules suite à "l'explosion" du dépôt. Nous ne pouvons pas savoir si ce dépôt provient de la surface de l'antenne ou bien de la paroi. Toutefois, ce mécanisme propulse des poussières dans le volume du plasma à des vitesses plus élevées que la vitesse moyenne des poussières rapportée dans le chapitre 3. En effet, les trainées lumineuses quasi-rectilignes montrent que la cadence de la caméra (20000 images par seconde) n'est plus suffisante pour observer ponctuellement la position de la poussière.

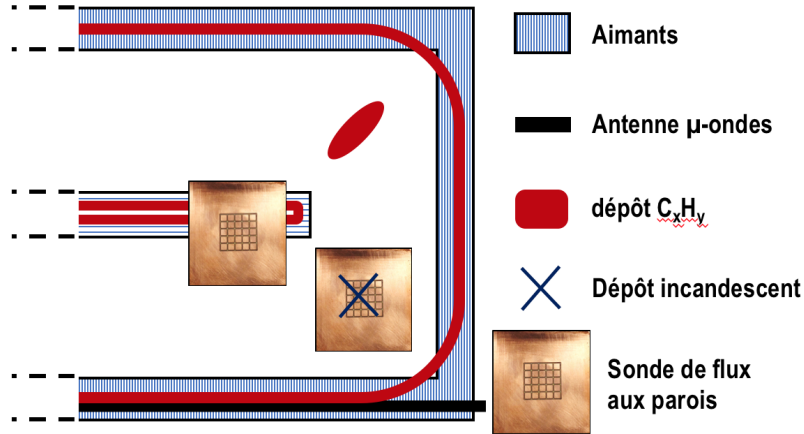
Pour résumer, ces premières observations montrent que des poussières sphériques dont le diamètre est de l'ordre de la dizaine de nanomètres sont formées dans le volume du plasma. Celles-ci se déposent au-dessus des aimants ainsi qu'au niveau des virages magnétiques. Toutefois, les poussières collectées sur ces deux positions diffèrent du point de vue de leur composition. En effet, principalement composées de HAP sur l'aimant central, celles collectées au virage magnétique sont composées de clusters carbonés. Sur des temps plus longs, ces poussières sont recouvertes d'un dépôt moléculaire comme classiquement dans les plasmas d'hydrocarbure. Ce dépôt, très certainement isolant, va se modifier sous l'effet de contraintes thermiques et mécaniques. Le dépôt se délamine, formant des particules longiformes, de quelques dizaines de micromètres de long.

Afin de comprendre comment les poussières viennent se déposer préférentiellement sur les aimants et au point chaud, nous allons étudier le transport des ions et des électrons vers les parois au niveau de ces régions.

## 5.2. Étude du transport d'espèces chargées aux parois

Nous venons de voir que le transport des poussières s'effectue préférentiellement au niveau des aimants ainsi que des virages magnétiques. En considérant, comme dans le chapitre 4, que le transport de poudres est contrôlé par la force électrique et la force d'entraînement des ions, nous avons utilisé la sonde de flux aux parois pour caractériser les zones d'intérêt précédemment définies : l'aimant central et le virage magnétique 1. Nous nous limiterons donc pour les analyses sur le bout de l'aimant central et le virage magnétique 1. La mesure des flux électronique et ionique va tout d'abord permettre de caractériser le transport des électrons et des ions sur les parois en présence de champs magnétiques plus élevés qu'à  $z = 3$

cm ( $B = 3000$  Gauss au niveau des cusps et 1000 Gauss au centre du virage magnétique). Les plasmas multipolaires sont connus pour permettre un confinement efficace des espèces chargées du plasma. Toutefois, localement, comme au niveau des cusps [94, 57] ou lorsque le champ magnétique varie spatialement (par exemple au bout des aimants dans le cas d'une configuration ouverte du circuit magnétique), ce confinement peut être affecté conduisant à une fuite du plasma vers les parois.

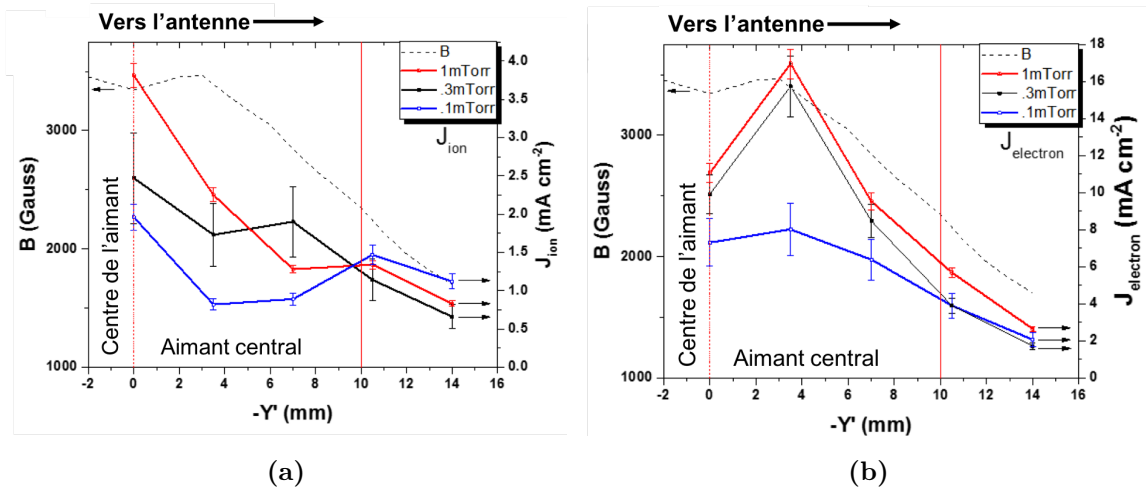


**Fig. 5.11.** Schéma du dispositif expérimental permettant la mesure des flux électronique et ionique au niveau des cusp et du HS.

Ici, nous nous intéressons au transport des ions et des électrons au niveau de l'aimant central et du HS. La figure 5.11 schématise les deux positions de la sonde de flux aux parois étudiées. Comme pour la sonde de Langmuir, les mesures sont effectuées en plasma de gaz rare, ici hélium, pour limiter la composition du plasma à des électrons et à des ions  $He^+$ . Nous avons choisi d'effectuer les mesures à différentes pressions, à savoir, 1, 0,3 et 0,1 mTorr.

### 5.2.1. Mesures sur l'aimant central

Nous nous intéressons dans cette section à la mesure des flux ionique et électronique au niveau de l'aimant central sur 5 électrodes positionnées au milieu de l'aimant central ( $-Y' = 0$ ) vers l'antenne. Comme les parois du réacteur sont à la masse, il convient de déterminer ces flux à  $V = 0$ . Le lecteur peut se référer au chapitre 2 (matériel et méthodes) pour retrouver comment nous déterminons les densités de courant. La figure 5.12 montre l'évolution des flux ionique et électronique mesurés dans un plasma d'hélium à différentes pressions (l'intensité du champ magnétique est reportée en parallèle).



**Fig. 5.12.** Mesures (a) du flux ionique et (b) du flux électronique au niveau de l'aimant central en plasma d'hélium à 0,1, 0,3 et 1 mTorr.

D'après la figure 5.12a, la densité de courant ionique pour une même position diminue à plus faible pression et décroît du centre de l'aimant vers sa périphérie. Toutefois, cette décroissance est d'autant plus amortie que les mesures sont effectuées à basse pression : en effet, contrairement aux mesures effectuées à 1 et 0,3 mTorr, la variation est très faible à 0,1 mTorr. Enfin nous remarquons qu'en dehors de l'aimant, les valeurs du flux ionique mesurées sont similaires quelle que soit la pression.

Ces évolutions peuvent s'expliquer par deux phénomènes. D'abord, la densité ionique décroît à plus basse pression de travail [34]. Ensuite, bien que les ions soient moins magnétisés que les électrons, nous trouvons que leurs rayons de Larmor est environ égal à 0,5 mm pour  $T_i = 0,2$  eV et  $B = 3000$  Gauss. Comme la fréquence de collision diminue avec la pression, ce qui permet d'accroître l'efficacité de leur confinement magnétique, nous observons une diminution de la densité de courant ionique.

Sur la figure 5.12b, le constat est similaire pour la densité de courant électronique : le flux mesuré décroît lorsque la pression diminue. Contrairement aux ions, le flux d'électrons est maximum là où le champ magnétique est maximum. Nous expliquons cette différence par le confinement magnétique, notamment par la différence du rayon de Larmor entre les ions et les électrons. En effet, nous estimons le rayon de Larmor électronique à  $20 \mu\text{m}$  pour des électrons ayant une température de 5 eV avec  $B = 3000$  G. En dehors des aimants, la densité

de courant électronique tend vers les mêmes valeurs quelle que soit la pression. D'après ces mesures, nous observons que les électrons et les ions sont perdus au niveau des cusps.

### 5.2.2. Mesures au virage magnétique

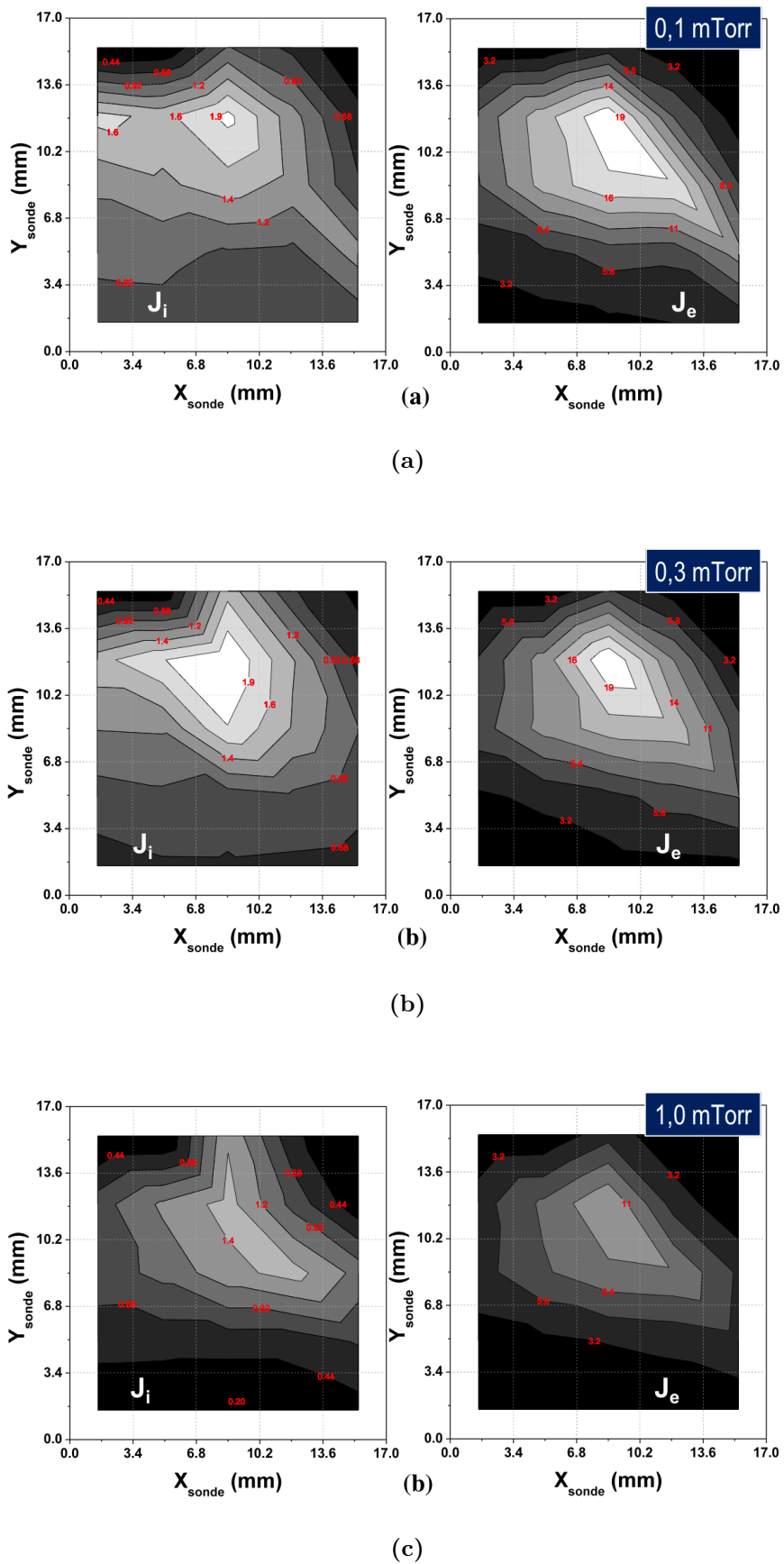
Afin de voir s'il existe un phénomène similaire au niveau du virage magnétique, nous avons mesuré les flux électronique et ionique sur cette zone, dans les mêmes conditions. Les résultats obtenus sont présentés sur la figure 5.13. Les flux ionique (à gauche) et électronique (à droite) sont mesurés pour des pressions de travail de 0,1, 0,3 et 1 mTorr sur chacune des 25 électrodes et reportés en niveau de gris sur la figures 5.13a, 5.13b et 5.13c, respectivement (la valeur des différentes courbes de niveau est reportée en rouge).

Contrairement aux mesures au niveau des cusps (figure 5.12a), pour une même position dans le virage magnétique, les densités de courant électronique et ionique diminuent lorsque la pression augmente. En effet, nous observons que pour 0,1 et 0,3 mTorr (figures 5.13a et 5.13b, respectivement), les maximums de densités de courant ionique et électronique sont mesurés sur l'électrode n°8 (située à  $x = 8,5$  mm et  $y = 11,9$  mm) respectivement à  $1,9$  mA/cm<sup>2</sup> et  $19$  mA/cm<sup>2</sup>. En revanche, à 1 mTorr, nous mesurons une chute des densités de courant électronique et ionique (figure 5.13c), respectivement, à  $1,4$  et  $11$  mA/cm<sup>2</sup>. Par ailleurs, la position du maximum se situe toujours sur l'électrode n°8 et les densités décroissent sur les patches autour. Cette décroissance est d'autant plus amortie que les mesures sont effectuées à basse pression : en effet, contrairement aux mesures effectuées à 1 et 0,3 mTorr, la variation est très faible à 0,1 mTorr. Enfin, nous remarquons qu'en périphérie de la sonde, les valeurs du flux ionique décroissent aussi avec la pression.

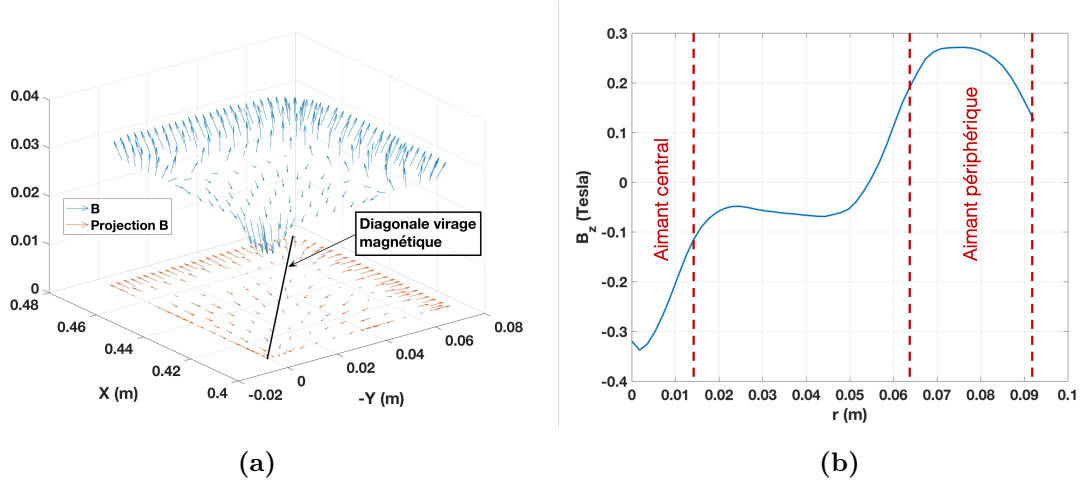
Les mesures de sonde de flux aux parois, à l'aimant central et sur le virage magnétique semblent corrélées : lorsque la pression diminue, les densités de courant mesurées à l'aimant central diminuent et celles au HS augmentent. Nous pensons que l'espacement inter-aimants dans les virages magnétiques joue un rôle important sur le confinement des espèces du plasma. Afin de vérifier cette hypothèse, nous avons simulé le champ magnétique dans le virage à l'altitude  $z = 0$  à l'aide du logiciel de simulation Ansys®. Les résultats sont présentés sur la figure 5.14.

La figure 5.14a nous montre le champ magnétique obtenu par simulation numérique dans le virage magnétique à l'altitude  $z = 0$ . Le champ de vecteur bleu est une représentation





**Fig. 5.13.** Mesure des densités de courants ionique (à gauche) et électronique (à droite) en plasma d'hélium à (a)  $p = 0.1$  mTorr; (b)  $p = 0.3$  mTorr; (c)  $p = 1$  mTorr au virage magnétique.



**Fig. 5.14.** (a) Modélisation du champ magnétique dans un virage à  $z = 0$ . Les flèches bleues représentent le champ  $\vec{B}$  en trois dimensions et les flèches rouge la projection de  $\vec{B}$  sur le plan Oxy. Enfin la ligne noire représente la la zone où la distance inter-aimants est la plus grande (b) Valeur de la composante  $B_z$  du champ magnétique dans le virage magnétique, où la distance inter-aimants est la plus grande (ligne noire).

3D, tandis que le champ de vecteur rouge est une projection du champ dans le plan Oxy. L'évolution de la composante  $B_z$  du champ magnétique le long de la diagonale (trait noir) est représentée sur la figure 5.14b. La position  $r = \sqrt{x^2 + y^2} = 0$  correspond au milieu de l'aimant central. Nous constatons que la composante  $B_z$  change de signe le long de cet axe. Cela traduit le fait que les lignes de champ magnétique « rebouclent » plus facilement sur le pôle opposé du même aimant à cause de l'écartement des deux aimants. Les électrons et les ions sont magnétisés et peuvent être transportés sur les mêmes zones que les poussières.

Cela vient confirmer notre hypothèse sur le confinement des espèces. Plus la pression est faible, plus le confinement magnétique ainsi que l'effet de miroir magnétique au niveau des cusps sont efficaces. Nous collectons donc moins d'espèces chargées à l'aimant central. Puisqu'il n'y a pas de cusp au niveau du virage magnétique, il ne peut y avoir d'effet de miroir. Les ions et les électrons qui suivent les lignes de champ sont donc directement collectés à la surface et nous mesurons une densité de courant plus élevée dans cette zone. De plus, ces mesures permettent d'expliquer l'apparition du point chaud. En effet, les électrons primaires peuvent être évacués par la paroi de l'enceinte placée à la masse. Lorsque les premières poussières viennent se déposer au niveau du point chaud, celles-ci vont former une couche

isolante limitant l'évacuation des électrons primaires. Lorsque le dépôt devient suffisamment épais, celui-ci va chauffer par effet Joule jusqu'à devenir incandescent.

Pour conclure, nous remarquons que les zones d'intérêt coïncident avec des zones de forts flux ionique et électronique. Le transport des poussières et leur dépôt semblent donc liés au transport des électrons et des ions.

### 5.2.3. Transport des poussières à l'aimant central et au virage magnétique

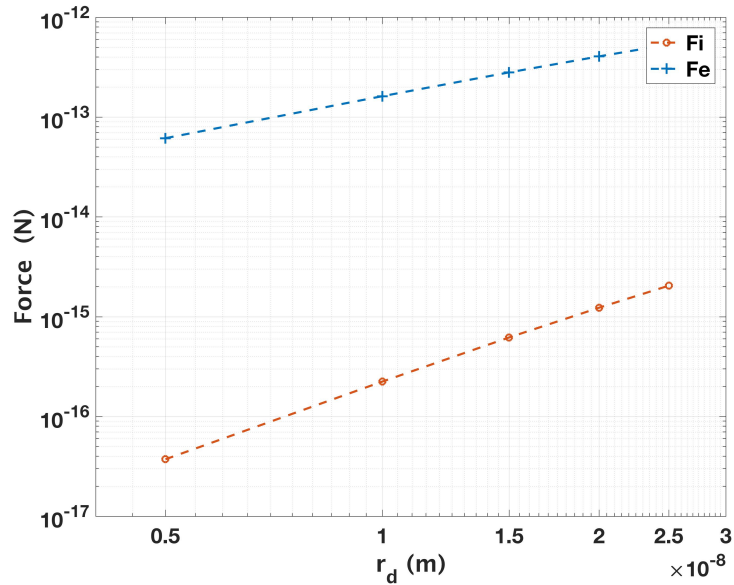
Nous avons vu précédemment que les poussières se déposent au dessus des aimants ainsi que dans le virage magnétique, c'est-à-dire là où les flux ionique et électronique sont les plus importants. Ceci signifie que le bilan des forces est favorable localement au transport des poudres sur les parois. Dans cette partie, nous nous intéressons aux forces qui peuvent être responsables du transport des poussières sur l'aimant central ainsi qu'au virage magnétique dans les premières minutes du plasma.

Pour se déposer aux parois, une poussière doit pouvoir franchir la gaine ionique présente entre le plasma et la paroi. D'après les mesures de sonde de flux aux parois, le potentiel à la gaine  $V_g = 10 \text{ V}$ ,  $n = 2 \cdot 10^{15} \text{ m}^{-3}$  et  $T_e = 17 \text{ eV}$  en plasma d'hélium à 0,3 mTorr. Si l'on suppose que la gaine a une épaisseur de l'ordre de grandeur de la longueur de Debye ( $l_g \approx 1 \text{ mm}$ ), ce champ est estimé grossièrement à  $E \approx V_p/l_g = 10^4 \text{ V/m}$ . Il doit exister un mécanisme capable de leur faire franchir cette barrière de potentiel.

Les mesures de sonde de flux aux parois ont montré qu'un fort flux ionique est dirigé vers les parois au niveau des cusps et du virage magnétique. Nous avons donc calculé un ordre de grandeur de ces deux forces aux niveaux des parois. Dans un premier temps nous ne discutons pas de l'effet d'une éventuelle force de thermophorèse. En effet, durant les premières minutes, le dépôt n'est pas incandescent dans le virage magnétique. Enfin, comme les mesures de sondes ont été effectuées dans un plasma d'hélium, l'estimation des forces est donc effectuée pour une poussière isolée dont le rayon est compris entre 5 et 25 nm en hélium.

Pour estimer la force électrique, nous calculons la charge de la poussière de la même façon que dans le chapitre 3 en tenant compte des électrons primaires (en considérant une distribution de type Dirac avec  $E_p = 125 \text{ eV}$  et  $\eta = 10\%$ ), de l'émission secondaire ainsi que de l'effet thermoionique. Pour la force de trainée ionique, nous avons considéré la densité

de courant ionique maximale ( $J_i = 1,9 \text{ mA/cm}^2$ ) mesuré à 0,3 mTorr et la vitesse de Bohm comme vitesse dirigée. Les résultats sont présentés sur la figure 5.15.

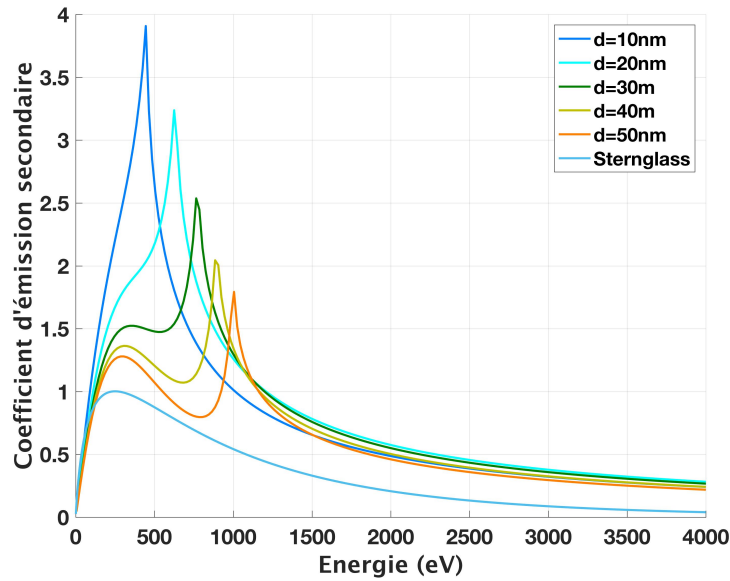


**Fig. 5.15.** Évolution de la force électrique (courbe bleue) et de la force de trainée ionique (courbe rouge) appliquée à des poussières en fonction de leurs rayons à la lisière de la gaine.

La figure 5.15 représente l'évolution de la force électrique et de la force d'entraînement des ions en fonction du rayon des poussières. Nous constatons que la force électrique (répulsive dans le cas d'une poussière négativement chargée) est toujours supérieure à la force de trainée ionique (d'environ 3 ordres de grandeurs) en considérant des poussières de 5 à 25 nm de rayon. Nous avançons l'hypothèse que ces poussières sont positivement chargées.

Dans le chapitre 3, nous avons vu que pour la gamme d'énergie considérée pour les électrons primaires, l'émission secondaire ne pouvait pas changer le signe de la charge d'une poussière. Néanmoins, Chow et al. ont montré que le coefficient d'émission secondaire d'une particule sphérique peut augmenter lorsque sa taille diminue [95, 96]. En effet, les modèles classiques de calcul du coefficient d'émission secondaire considèrent des matériaux irradiés plans et semi-infinis. De cette façon, l'émission secondaire ne peut s'effectuer que par la frontière du matériau avec le vide, c'est-à-dire dans la direction opposée aux électrons incidents. Dans le cas d'une géométrie sphérique, la probabilité que les électrons secondaires soient émis de n'importe quel point de la surface de la sphère augmente. Ainsi, l'émission secondaire d'une poussière augmente lorsque son rayon diminue. Nous avons donc repris

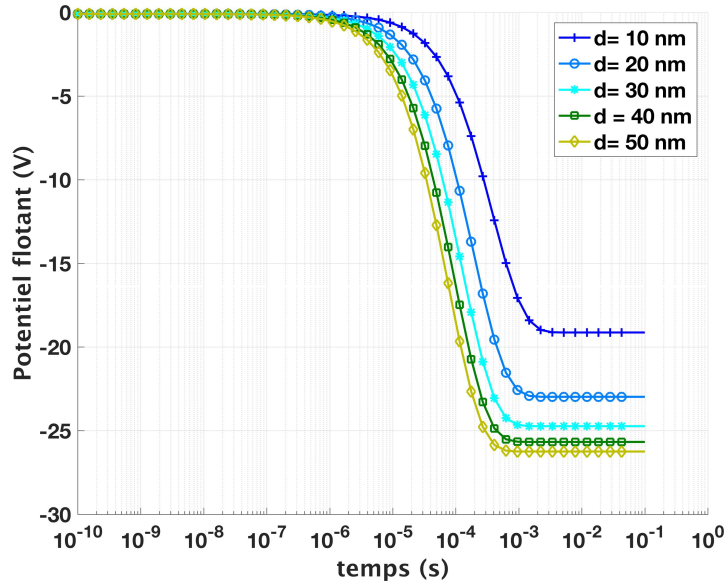
le formalisme développé par Chow et al. [95] et l'avons adapté à des poussières carbonées pour estimer le coefficient d'émission secondaire de nos poussières. Il est à noter que ce modèle est très simpliste, les auteurs ne considèrent que des électrons impactant la sphère au centre de sa surface apparente. Ces derniers sont présentés sur la figure 5.16 pour différents rayons de particules. À titre de comparaison, nous avons représenté le coefficient d'émission secondaire, d'après la relation empirique établie par Sternglass pour du carbone.



**Fig. 5.16.** Évolution du coefficient d'émission secondaire pour différents diamètres de nanoparticules de carbones sphériques.

Pour les différents rayons étudiés, nous constatons l'apparition d'un pic à basse énergie. Celui-ci est dû à la loi de Whiddington [97] qui estime la distance de pénétration d'un électron dans le matériau en fonction de l'énergie des électrons incidents. Nous constatons que pour des poussières allant jusqu'à 50 nm de diamètre, impactés par des électrons primaire de 125 eV, les coefficients d'émission secondaire électronique sont 1,2 fois supérieurs à ceux estimés pour un plan semi-infini. Par ailleurs, pour des poussières de 10 nm de diamètre, le maximum du coefficient d'émission secondaire est quatre fois supérieur à celui prédit pour un milieu carboné plan semi-infini. Afin de voir l'influence de cette augmentation du coefficient d'émission secondaire, nous les avons inclus dans le modèle de chargement d'une poussière. Le calcul, comme dans le chapitre 3, est effectué en considérant les caractéristiques d'un plasma d'hélium, à savoir  $V_p = 10 \text{ V}$ ,  $n = 2.10^{15} \text{ m}^{-3}$  et  $T_e = 17 \text{ eV}$  et d'autre part des

électrons primaires représentés par une fonction de distribution Dirac avec  $E_p = 125$  eV et  $\eta = 10\%$ . Les résultats sont présentés sur la figure 5.17.



**Fig. 5.17.** Évolution temporelle du potentiel flottant sur des poussières sphériques de diamètre  $d = 10, 20, 30, 40$  et  $50$  nm.

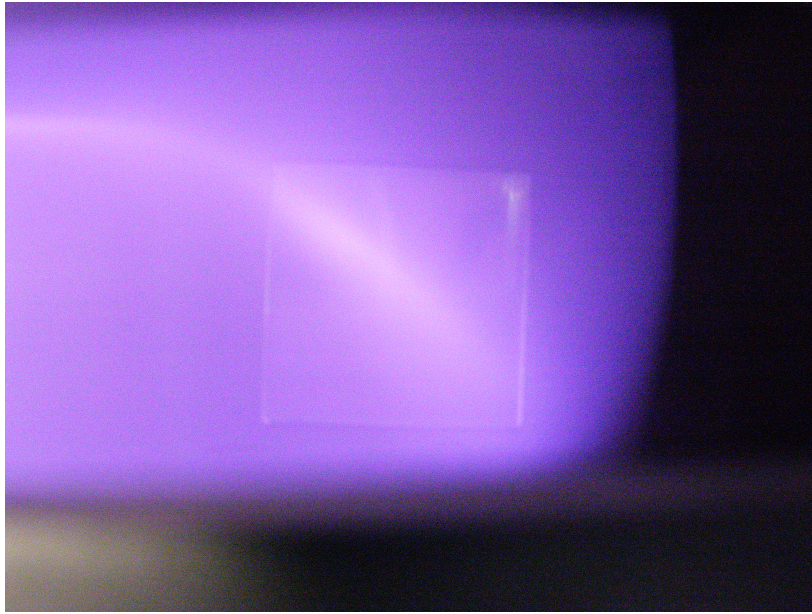
Nous observons effectivement que pour les poussières les plus petites, le potentiel flottant est moins négatif. Celui-ci passe de  $-27$  V à  $-19$  V pour des poussières de  $50$  nm à  $10$  nm de diamètre, respectivement. Donc, l'émission secondaire seule n'est pas suffisante pour charger positivement une poussière.

Cependant, nous n'avons pas discuté l'effet du champ magnétique sur les mesures de sonde de flux aux parois. Par exemple, à l'aimant central, nous savons que le champ magnétique est de l'ordre de  $3000$  Gauss à la surface de la sonde. À cause de l'approximation adiabatique, lorsqu'un électron s'approche de la sonde, celui-ci observera un transfert de son énergie cinétique  $E_{c,\parallel}$  parallèle à  $\vec{B}$  vers son énergie cinétique  $E_{c,\perp}$  perpendiculaire à  $\vec{B}$ . Si l'on suppose que les lignes de champ  $\vec{B}$  sont perpendiculaires à la surface de la sonde, alors le courant mesuré ne peut qu'être sous-estimé. En effet, seule la composante  $E_{c,\parallel}$  permet à l'électron de franchir la gaine.

De plus, lorsque les électrons primaires se rapprochent du point miroir, leur temps de résidence dans les cusps augmente, et leur probabilité d'effectuer une collision ionisante augmente. Le terme source de l'équation de conservation de la masse doit donc augmenter.

Pour les raisons précédemment invoquées, la mesure de densité plasma à la paroi au niveau des cusps et du virage magnétique est sous-estimée, et pourrait certainement être supérieure à celle mesurée au centre des festons.

Au niveau des virages magnétiques, une augmentation de la densité peut aussi se produire au niveau des virages magnétiques. En effectuant des aller-retours dans le virage, les électrons primaires se déplacent le long de l'aimant périphérique, mais les rebonds sur l'aimant central se produisent à la même position. De la même façon, cela augmenterait le terme source et donc la densité plasma dans cette région.

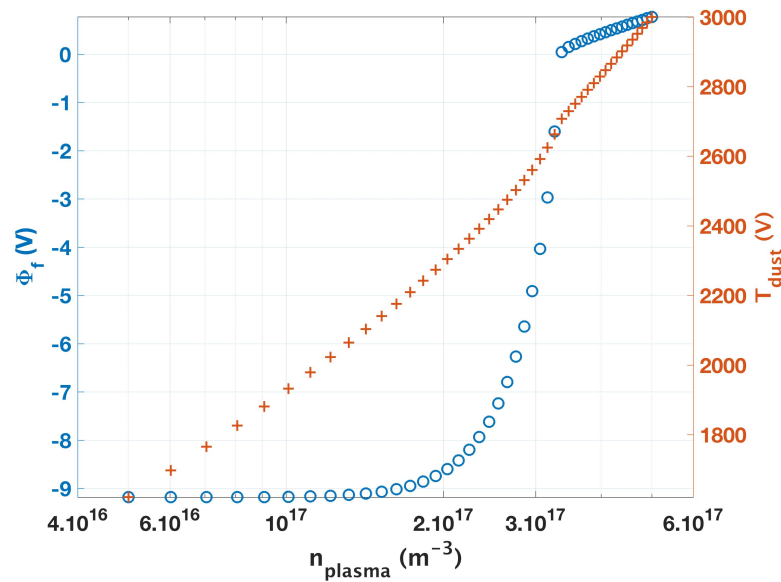


**Fig. 5.18.** Photographie d'un plasma d'argon produit à 0,5mTorr. Les zones lumineuses les plus intenses au dessus de l'aimant central et du virage magnétique montrent l'augmentation du terme source.

Pour illustrer notre propos, une photographie d'un plasma d'argon à 0,5mTorr au virage magnétique est montrée sur la figure 5.18. Les zones où le terme source est plus important sont celles où l'intensité lumineuse du plasma est la plus importante: au dessus de l'aimant central et dans le virage magnétique. Une conséquence d'une augmentation de la densité plasma serait une augmentation du chauffage des poussières par le biais des électrons primaires. De cette façon, l'effet thermoïonique pourrait être responsable du changement de signe de la charge.

Afin de voir si l'effet thermoïonique peut charger positivement une poussière, nous reprenons le modèle de chargement des poussières avec la prise en compte de l'effet de la taille

des poussières sur l'émission secondaire et en faisant varier la densité du plasma. Les calculs sont effectués pour une poussière de 10nm de rayon.



**Fig. 5.19.** Évolution du potentiel flottant et de la température d'une poussière de 10nm de rayon en fonction de la densité du plasma.

La figure 5.19 montre l'évolution du potentiel flottant et la température d'une poussière en fonction de la densité du plasma. Nous observons que le potentiel flottant de la poussière augmente de façon exponentielle à partir d'une densité plasma  $n_0 = 1,5 \cdot 10^{17} \text{ m}^{-3}$  jusqu'à devenir positif à  $n_0 = 3,3 \cdot 10^{17} \text{ m}^{-3}$ . En revanche, la température de la poussière croît de façon quasi-linéaire. Pour devenir positivement chargée, la température de la poussière doit atteindre 2700 K.

Cependant, ce résultat soulève plusieurs questions qu'il convient de discuter:

- **Incandescence des poussières:** Si une poussière atteint une température de 2700 K, nous pourrions nous attendre à la voir rayonner dans les cusps. Or, nous n'observons pas à l'œil nu et ne détectons pas de poussières par imagerie rapide. Cependant, les premières poussières ont une taille de l'ordre de la dizaine de nm. Une façon de trancher cette question serait d'utiliser une caméra rapide ICCD, comme elle le sont dans les techniques d'incandescence induite par laser [98].
- **Effet de la force de thermophorèse:** Dans cette partie, nous n'avons pas pris en compte l'effet de la force de thermophorèse. En effet, Ouaras *et al.*[52] montrent



que proche d'une source RCE, les poussières sont transportées sous l'effet de cette force. Or nos échantillons sont placés sur l'aimant central. Cependant, Horiike *et al.* montre que la température du plasma peut augmenter dans les cusps [94]. Ces derniers mesurent l'élévation de la tension en plaçant des thermocouples dans les cusps. Cependant, notre manque de données expérimentales ne nous permet pas de discuter quantitativement de l'effet de cette force sur le transport des premières poussières à travers la gaine.

### 5.3. Conclusion du chapitre

Dans cette partie, nous avons étudié les mécanismes de formation, de transport et de dépôt des poussières sur les surfaces du réacteur. Nous avons concentré notre étude sur l'aimant périphérique, l'aimant central et les virages magnétiques du fait de l'observation d'un dépôt pulvérulent sur ces zones. A partir d'une série d'analyses ex-situ, nous avons montré que le dépôt est constitué de l'accumulation de nanoparticules sphériques. Ces dernières sont principalement constituées de HAP sur l'aimant central et d'un mélange de clusters de carbone et de HAP au virage magnétique. Au cours du temps, ces dépôts évoluent. En particulier, ils peuvent localement se délaminer, formant ainsi des particules non sphériques (flakes) d'une longueur de quelques dizaines de micromètres. Enfin, au virage magnétique, une zone (hot spot) chauffe au cours du temps. Dans cette zone, le dépôt et les poussières sont principalement composés de cluster carboné. À l'aide d'une sonde de flux aux parois, nous avons mis en évidence que ce dépôt se produit là où les densités de courant ionique et électronique aux parois sont les plus importantes. En particulier dans les virages magnétiques, une simulation numérique du champ magnétique dans le virage montre que l'augmentation de la distance inter-aimants conduit à ce qu'un grand nombre de lignes de champ traversent la paroi conduisant au transport d'électrons dans cette zone – c'est cette forte densité de courant au virage magnétique qui serait responsable des différences de composition chimique des poussières collectées sur l'aimant central et le virage magnétique. Ces flux permettent enfin de discuter des paramètres contrôlant le transport et le dépôt des premières poussières sur les parois. Nous avons estimé que seules les forces électrique et de trainée ionique peuvent être responsables de ce transport. Cependant, leurs estimations montrent que la force électrique engendrée par la barrière de potentiel dans la gaine est très

supérieure à la force de trainée ionique. Nous avons donc discuté des conditions opératoires permettant un changement de signe de la charge de la poussière. Nous avons montré que malgré la prise en compte de l'augmentation de l'émission secondaire électronique, avec la diminution de la taille des poussières, cela ne peut pas expliquer ce changement de signe. Nous proposons que l'augmentation de la densité plasma dans les cusps et dans les virages magnétiques provoque une élévation de température suffisante des poussières. Ainsi, l'effet thermoïonique provoquerait un chargement positif de ces dernières et, de cette façon, la force électrique et la trainée ionique les entraineraient à la paroi.

## Conclusion générale

---

Le travail effectué durant cette thèse s'inscrit dans le contexte des plasma poussiéreux. Cette thématique est rencontrée dans divers domaines tels que l'astrophysique, l'industrie micro-électronique, la fusion thermonucléaire contrôlée.

L'objectif de cette thèse était de comprendre les mécanismes de formation et de transport des poussières dans un plasma basse pression magnétisé. Pour ce faire, différents diagnostics ont été employés (sonde de Langmuir, imagerie rapide) dont certains ont été conçu durant cette thèse (sonde de flux aux parois et sonde de Mach) et un modèle de chargement des poussières a été développé.

Le chargement d'une poussière joue un rôle important sur le transport des poussières. Or, le chauffage d'une poussière peut influencer sa charge. En amont de la caractérisation du transport des poussières, il était donc nécessaire de comprendre les mécanismes menant à l'incandescence de nos poudres et l'influence sur leur chargement. Pour répondre à cette question, nous avons couplé des mesures expérimentales avec un modèle de chargement:

- À l'aide d'une sonde de Langmuir et de spectroscopie d'émission optique, nous avons montré simplement, que les électrons primaires confinés par le champ magnétique sont responsables de l'incandescence de la sonde. De plus, ces électrons sont responsables du potentiel flottant très négatif de la sonde. Afin d'estimer la charge et la température des poussières dans un plasma de gaz rare, nous avons adapté notre modèle à la géométrie cylindrique de la sonde. Cela nous a permis dans un premier temps de valider le modèle, puis dans un second, de déterminer l'ordre de grandeur des paramètres des électrons primaires (leur énergie et leur densité). Enfin,

nous avons utilisé ces paramètres pour estimer la charge et la température des poussières. Les résultats sont cohérents avec les ordres de grandeurs de la littérature, et la température estimée permet au poudres de devenir incandescente.

- Nous avons ensuite caractérisé le transport des poussières en volume grâce à de l'imagerie rapide. Après analyse des films, nous montrons que les poudres sont transportées suivant des directions privilégiées. Sur l'axe  $y$ , les particules sont transportées depuis les aimant vers le centre des festons. Nous pensons qu'un champ électrique ambipolaire, parallèle aux lignes de champs magnétiques est responsable de ce transport. Suivant  $x$ , nous observons que la direction du transport des poudres s'inverse le long de cet axe. Dans la fenêtre d'observation de la caméra, nous avons estimé que seules les forces électriques et ioniques peuvent expliquer le transport. La complexité du plasma d'acétylène nous a poussé à étudier ce que serait le transport d'une poussière isolée dans un plasma d'argon. Cependant, encore une fois la question reste ouverte puisque même dans ce cas plus simple, nos mesures expérimentales nous permettent difficilement de conclure.
- Enfin, nous avons étudié l'interaction du plasma d'acétylène avec les surfaces. Nous remarquons qu'un dépôt carboné se dépose préférentiellement au niveau des cusps et des virages magnétiques. Dans un des virages une zone singulière est remarquée: le point chaud. Celui-ci correspond à une zone où le dépôt est incandescent. Des analyses *ex-situ* faites à différents instants, montrent que ce dépôt est composé de poussières sphériques d'une dizaine de nanomètres de diamètre et formées en volume. Les poussières sont composées de HAP à l'aimant centrale, et majoritairement de cluster carbonés à l'aimant central. Pour des temps plus long, le dépôt se délamine, et des particules aux géométries complexes peuvent être injectées dans le volume du plasma. Des mesures de sondes de flux aux parois montrent que des densités de courant électronique et ionique importants sont collectées au niveaux des zones de dépôt des poussières. De plus nous observons une corrélation entre les mesures faites à l'aimant central et au virage magnétique: lorsque la pression diminue, les densités de courant diminuent à l'aimant central et augmentent au virage magnétique. La zone où la densité de courant électronique est maximale se superpose avec le point chaud. Nous concluons qu'à suffisamment basse pression l'incandescence du dépôt est

créée par effet Joule. Enfin, nous émettons l'hypothèse que les premières poussières franchisse la gaine ionique en devenant positivement chargées par effet thermoïonique.

### **Perspective**

L'étude du transport des poussières s'est révélée très complexe en plasma d'acétylène. En effet, la taille et la morphologie des poussières sont très diverses. La taille caractéristique des poussières évolue de la dizaine de nanomètres (géométrie sphérique) à la dizaine de micromètres (morphologie complexes). Or, les forces agissant sur les poussières dépendent de ces deux paramètres. Pour simplifier l'étude sur le transport, une solution consiste à injecter des poudres calibrées dans un plasma de gaz rare. Deux solutions sont envisageables: (1) l'utilisation d'un "dust dropper" pour l'injection de poussières sphériques dont le rayon peut être compris entre plusieurs centaines de nm et quelques dizaines de  $\mu$ ; (2) Générer des poudres par ablation laser dans une chambre d'ablation et les injecter dans le plasma par un différentiel de pression entre la chambre et le plasma. L'ablation laser permet de former des nanoparticules de quelques dizaines de nm de diamètre. Cependant, cette technique nécessite le contrôle d'un grand nombre de paramètres: fluence, design de la chambre d'ablation afin d'optimiser l'écoulement entre les deux chambres, maintien d'un différentiel de pression élevé entre les chambres, etc. De cette façon, une nouvelle caractérisation du transport par imagerie rapide nous permettrait de mieux comprendre les forces en jeu dans le plasma. Cependant, une telle technique est dépendante de l'incandescence des poussières. En parallèle, une étude plus fine du transport des espèces chargées du plasma (ions et électrons) permettrait d'affiner notre compréhension du transport des poussières.



# Bibliographie

---

- [1] P. Talias, “On secondary electron emission and its semi-empirical description,” *Plasma Physics and Controlled Fusion*, vol. 56, p. 123002, Nov. 2014.
- [2] C. Walker, M. El-Gomati, A. Assa’d, and M. Zdražil, “The secondary electron emission yield for 24 solid elements excited by primary electrons in the range 250-5000 ev: a theory/experiment comparison,” *Scanning*, vol. 30, pp. 365–380, Sept. 2008.
- [3] H. Bruining, *Physics and Applications of Secondary Electron Emission*. Fry, D.W., pergamon press ed., 1962.
- [4] C. Killer, “self-excited dust density waves in a dust cloud under microgravity on a parabolic flight (cloud size: some cm).”
- [5] R. De Angelis and L. Di Matteo, “Observations and analysis of FTU plasmas by video cameras,” *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment*, vol. 623, pp. 815–817, Nov. 2010.
- [6] J. P. Sharpe and D. A. Petti, “A review of dust in fusion devices: Implications for safety and operational performance,” *Fusion Engineering and Design*, p. 11, 2002.
- [7] A. Bouchoule, *Dusty plasmas: Physics, Chemistry and Technological impacts in Plasma Processing*. Bouchoule, A., wilay & sons ed., 1999.
- [8] T. Lagarde, *Étude de la production et de la diffusion du plasma dans les sources a excitation par RCER. Influence de la fréquence d’excitation*. PhD thesis, Université Paris XI Orsay, 1994.
- [9] F. Chen, *Introduction to plasma physics and controlled fusion*. New York, NY: Springer Science+Business Media, 2015.
- [10] M. Moisan and J. Pelletier, *Physique des plasmas collisionnels: application aux décharges haute fréquence*. Les Ulis: EDP Sciences, 2006. OCLC: 636359306.
- [11] I. Langmuir, C. G. Found, and A. F. Dittmer, “A new type of electric discharge - The streamer discharge,” *Science*, vol. 60, no. 1557, pp. 392 – 394, 1924.
- [12] C. Goertz and G. Morfill, “A model for the formation of spokes in Saturn’s ring,” *Icarus*, vol. 53, pp. 219–229, Feb. 1983.
- [13] J. Blum, G. Wurm, S. Kempf, T. Poppe, H. Klahr, T. Kozasa, M. Rott, T. Henning, J. Dorschner, R. Schröpfer, H. U. Keller, W. J. Markiewicz, I. Mann, B. A. S. Gustafson, F. Giovane, D. Neuhaus,

- H. Fechtig, E. Grün, B. Feuerbacher, H. Kochan, L. Ratke, A. El Goresy, G. Morfill, S. J. Weidenschilling, G. Schwehm, K. Metzler, and W.-H. Ip, "Growth and Form of Planetary Seedlings: Results from a Microgravity Aggregation Experiment," *Physical Review Letters*, vol. 85, pp. 2426–2429, Sept. 2000.
- [14] W. F. Huebner, "Origins of Cometary Materials," *Space Science Reviews*, vol. 138, pp. 5–25, July 2008.
- [15] G. S. Selwyn, J. Singh, and R. S. Bennett, "In situ laser diagnostic studies of plasma-generated particulate contamination," *Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films*, vol. 7, pp. 2758–2765, July 1989.
- [16] A. Bouchoule, A. Plain, L. Boufendi, J. P. Blondeau, and C. Laure, "Particle generation and behavior in a silane-argon low-pressure discharge under continuous or pulsed radio-frequency excitation," *Journal of Applied Physics*, vol. 70, pp. 1991–2000, Aug. 1991.
- [17] J. Berndt, E. Kovačević, I. Stefanović, O. Stepanović, S. H. Hong, L. Boufendi, and J. Winter, "Some Aspects of Reactive Complex Plasmas," *Contributions to Plasma Physics*, vol. 49, pp. 107–133, Apr. 2009.
- [18] H. Zohm, "Edge localized modes (ELMs)," *Plasma Physics and Controlled Fusion*, vol. 38, pp. 105–128, Feb. 1996.
- [19] J. Perrin, P. Molinas-Mata, and P. Belenger, "Ion drag and plasma-induced thermophoresis on particles in radiofrequency glow discharges," *Journal of Physics D: Applied Physics*, vol. 27, pp. 2499–2507, Dec. 1994.
- [20] P. K. Shukla and A. A. Mamun, *Introduction to dusty plasma physics*. Series in plasma physics, Bristol [u.a]: Inst. of Physics Publ, 2002. OCLC: 248721306.
- [21] M. Sadowski, "Plasma confinement with spherical multipole magnetic field," *Physics Letters*, vol. 25A, no. 9, pp. 695–696, 1967.
- [22] M. Sadowski, "Spherical Multipole Magnets for Plasma Research," *Review of Scientific Instruments*, vol. 40, pp. 1545–1549, Dec. 1969.
- [23] R. Limpacher and K. R. MacKenzie, "Magnetic Multipole Containment of Large Uniform Collisionless Quiescent Plasmas," *Review of Scientific Instruments*, vol. 44, pp. 726–731, June 1973.
- [24] E. Stamate, K. Inagaki, K. Ohe, and G. Popa, "On energetic electrons in a multipolar magnetically confined Ar plasma," *Journal of Physics D: Applied Physics*, vol. 32, no. 6, p. 671, 1999.
- [25] R. W. Schumacher, N. Hershkowitz, and K. R. MacKenzie, "Characteristics of a large-volume rf-grid discharge plasma," *Journal of Applied Physics*, vol. 47, pp. 886–893, Mar. 1976.
- [26] C. Lejeune, J. P. Grandchamp, O. Kessi, and J. P. Gilles, "Rf multipolar plasma for broad and reactive ion beams," *Vacuum*, vol. 36, no. 11-12, pp. 837–840, 1986.
- [27] R. W. Boswell, A. J. Perry, and M. Emami, "Multipole confined diffusion plasma produced by 13.56 MHz electrodeless source," *Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films*, vol. 7, pp. 3345–3350, Nov. 1989.



- [28] M. Pichot, A. Durandet, J. Pelletier, Y. Arnal, and L. Vallier, “Microwave multipolar plasmas excited by distributed electron cyclotron resonance: Concept and performance,” *Review of Scientific Instruments*, vol. 59, pp. 1072–1075, July 1988.
- [29] C. Gauthereau and G. Matthieussent, “Etude des trajectoires des électrons primaires dans une décharge multipolaire,” *Journal de Physique*, vol. 45, no. 7, pp. 1113–1123, 1984.
- [30] C. Koch, “Collisional diffusion of a plasma in multipolar and picket fence devices,” *Physics of Fluids*, vol. 26, no. 2, p. 545, 1983.
- [31] C. Gauthereau and G. Matthieussent, “Ion acoustic instability and plasma uniformity in multipolar discharges,” *Physics Letters A*, vol. 121, no. 7, pp. 342–346, 1987.
- [32] T. G. Northrop and E. Teller, “Stability of the Adiabatic Motion of Charged Particles in the Earth’s Field,” *Physical Review*, vol. 117, pp. 215–225, Jan. 1960.
- [33] O. A. Popov, ed., *High density plasma sources: design, physics, and performance*. Materials science and process technology series, Park Ridge, N.J: Noyes Publications, 1995.
- [34] L. Mage, *Caractérisation d’un réacteur plasma de type résonance cyclotronique électronique à antenne longue: Évaluation du réacteur pour un processus de dépôt*. PhD thesis, Université Toulouse III - Paul Sabatier, Toulouse, 1997.
- [35] V. I. Demidov, S. V. Ratynskaia, and K. Rypdal, “Electric probes for plasmas: The link between theory and instrument,” *Review of Scientific Instruments*, vol. 73, pp. 3409–3439, Oct. 2002.
- [36] R. R. Arslanbekov, N. A. Khromov, and A. A. Kudryavtsev, “Probe measurements of electron energy distribution function at intermediate and high pressures and in a magnetic field,” *Plasma Sources Science and Technology*, vol. 3, pp. 528–538, Nov. 1994.
- [37] V. A. Godyak and V. I. Demidov, “Probe measurements of electron-energy distributions in plasmas: what can we measure and how can we achieve reliable results?,” *Journal of Physics D: Applied Physics*, vol. 44, p. 269501, July 2011.
- [38] K.-S. Chung, “Mach probes,” *Plasma Sources Science and Technology*, vol. 21, p. 063001, Dec. 2012.
- [39] X. Glad, F. Gaboriau, M. Rojo, S. Dap, and R. Clergereaux, “Study of ion and electron fluxes to the walls in very low-pressure electron cyclotron resonance plasmas,” p. 4, 2017.
- [40] R. Baude, *Étude du transport de particules chargées dans un plasma froid basse pression magnétisé*. PhD thesis, Université Toulouse III - Paul Sabatier, Toulouse, 2014.
- [41] T. E. Sheridan, “How big is a small Langmuir probe?,” *Physics of Plasmas*, vol. 7, pp. 3084–3088, July 2000.
- [42] M. J. Druyvesteyn, “Der Niedervoltbogen,” *Zeitschrift für Physik*, vol. 64, pp. 781–798, Sept. 1930.
- [43] H. M. Mott-Smith and I. Langmuir, “The Theory of Collectors in Gaseous Discharges,” *Physical Review*, vol. 28, p. 727, Oct. 1926.
- [44] Y. M. Kagan and V. I. Perel’, “PROBE METHODS IN PLASMA RESEARCH,” *Soviet Physics*, vol. 81, no. 3-4, p. 28, 1964.

- [45] J. I. Fernández Palop, J. Ballesteros, V. Colomer, and M. A. Hernández, “A new smoothing method for obtaining the electron energy distribution function in plasmas by the numerical differentiation of the  $I - V$  probe characteristic,” *Review of Scientific Instruments*, vol. 66, pp. 4625–4636, Sept. 1995.
- [46] S. Bardin, *Étude des interactions plasma-paroi par imagerie rapide : application aux plasmas de laboratoire et de tokamak*. PhD thesis, Université de Lorraine - Institut Jean Lamour, Nancy, 2012.
- [47] L. Laguardia, A. Cremona, M. D. Angeli, E. Lazzaro, S. Ratynskaia, M. Passoni, D. Dellasega, G. Gervasini, G. Grosso, R. Schiavone, and E. Vassallo, “Formation of dust in low-pressure magnetized hydrocarbon plasmas,” *New Journal of Physics*, vol. 13, p. 063006, June 2011.
- [48] G. Al Makdessi, A. Hamdan, J. Margot, and R. Clergereaux, “Characterization by laser-induced photo-detachment of anions formed during dust particle growth in a magnetically confined very low-pressure argon–acetylene plasma,” *Plasma Sources Science and Technology*, vol. 26, p. 085001, July 2017.
- [49] G. Al Makdessi, X. Glad, S. Dap, M. Rojo, R. Clergereaux, and J. Margot, “Influence of a magnetic field on the formation of carbon dust particles in very low-pressure high-density plasmas,” *Journal of Physics D: Applied Physics*, vol. 50, p. 155203, Apr. 2017.
- [50] M. Calafat, D. Escaich, R. Clergereaux, P. Raynaud, and Y. Segui, “Particle formation in acetylene very low-pressure high density magnetized plasmas,” *Applied Physics Letters*, vol. 91, p. 181502, Oct. 2007.
- [51] A. Drenik, P. Yuryev, and R. Clergereaux, “Trajectories of Dust Particles in Low-Pressure Magnetized Plasma,” *IEEE Transactions on Plasma Science*, vol. 39, pp. 2734–2735, Nov. 2011.
- [52] X. Karim Ouaras, *Mécanismes de formation et dynamique du transport des poussières de carbone et de tungstène dans un plasma Micro-Onde magnétisé et non-magnétisé*. PhD thesis, Paris XIII, 2016.
- [53] M. Rojo, X. Glad, J. Briançon, S. Dap, J. Margot, and R. Clergereaux, “Dust formation and transport in very low-pressure ECR acetylene plasma,” (Montréal, Canada), pp. 586–589, Aug. 2017.
- [54] A. A. Samarian and B. W. James, “Dust as fine electrostatic probes for plasma diagnostic,” *Plasma Physics and Controlled Fusion*, vol. 47, pp. B629–B639, Dec. 2005.
- [55] J. Lefèvre, “Thermoionic emission from hot grains,” *Astronomy and Astrophysics*, vol. 41, pp. 437–440, July 1975.
- [56] N. Meyer-Vernet, “Flip-flop of electric potential of dust grains in space,” *Astronomy and Astrophysics*, vol. 105, pp. 98–105, Jan. 1982.
- [57] K. N. Leung, N. Hershkowitz, and K. R. MacKenzie, “Plasma confinement by localized cusps,” *Physics of Fluids*, vol. 19, no. 7, p. 1045, 1976.
- [58] A. Durocher-Jean, L. Stafford, S. Dap, K. Makasheva, and R. Clergereaux, “Evidence of local power deposition and electron heating by a standing electromagnetic wave in electron-cyclotron-resonance plasma,” *Physical Review E*, vol. 90, Sept. 2014.
- [59] R. D. Smirnov, A. Y. Pigarov, M. Rosenberg, S. I. Krasheninnikov, and D. A. Mendis, “Modelling of dynamics and transport of carbon dust particles in tokamaks,” *Plasma Physics and Controlled Fusion*, vol. 49, pp. 347–371, Apr. 2007.

- [60] C. M. Ticoş, Z. Wang, G. L. Delzanno, and G. Lapenta, “Plasma dragged microparticles as a method to measure plasma flows,” *Physics of Plasmas*, vol. 13, p. 103501, Oct. 2006.
- [61] C. Gauthereau and G. Matthieussent, “Plasma density profiles in discharges surrounded by magnetic multipole walls,” *Physics Letters A*, vol. 102, pp. 231–234, May 1984.
- [62] S. F. Biagi, “Fortran program, MAGBOLTZ, versions 8.9 and after,” *LxCat*.
- [63] C. Nam, N. Hershkowitz, M. H. Cho, T. Intrator, and D. Diebold, “Multiple valued floating potentials of Langmuir probes,” *Journal of Applied Physics*, vol. 63, pp. 5674–5677, June 1988.
- [64] B. Walch, M. Horányi, and S. Robertson, “Charging of dust grains in plasma with energetic electrons,” *Physical review letters*, vol. 75, no. 5, p. 838, 1995.
- [65] M. B. Hopkins and W. G. Graham, “Electron energy distribution function measurements in a magnetic multipole plasma,” *Journal of Physics D: Applied Physics*, vol. 20, pp. 838–843, July 1987.
- [66] N. Hershkowitz, J. R. DeKock, P. Coakley, and S. L. Cartier, “Surface trapping of primary electrons by multidipole magnetic fields,” *Review of Scientific Instruments*, vol. 51, pp. 64–69, Jan. 1980.
- [67] T. Lagarde, Y. Arnal, A. Lacoste, and J. Pelletier, “Determination of the EEDF by Langmuir probe diagnostics in a plasma excited at ECR above a multipolar magnetic field,” *Plasma Sources Science and Technology*, vol. 10, pp. 181–190, May 2001.
- [68] C. K. Goertz, “Dusty plasmas in the solar system,” *Reviews of Geophysics*, vol. 27, no. 2, p. 271, 1989.
- [69] M. S. Sodha and S. Guha, “Physics of Colloidal Plasmas,” *Advances in Plasma Physics*, vol. 4, p. 219, 1971.
- [70] T. Nakano, N. Sadeghi, and R. A. Gottscho, “Ion and neutral temperatures in electron cyclotron resonance plasma reactors,” *Applied Physics Letters*, vol. 58, pp. 458–460, Feb. 1991.
- [71] Chunshi Cui and J. Goree, “Fluctuations of the charge on a dust grain in a plasma,” *IEEE Transactions on Plasma Science*, vol. 22, pp. 151–158, Apr. 1994.
- [72] E. Stoffels, W. W. Stoffels, H. Kersten, G. H. P. M. Swinkels, and G. M. W. Kroesen, “Surface Processes of Dust Particles in Low Pressure Plasmas,” *Physica Scripta*, vol. T89, no. 1, p. 168, 2001.
- [73] S. Béchu, A. Soum-Glaude, A. Bès, A. Lacoste, P. Svarnas, S. Aleiferis, A. A. Ivanov, and M. Bacal, “Multi-dipolar microwave plasmas and their application to negative ion production,” *Physics of Plasmas*, vol. 20, p. 101601, Oct. 2013.
- [74] J. Asmussen, “Electron cyclotron resonance microwave discharges for etching and thin-film deposition,” *Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films*, vol. 7, pp. 883–893, May 1989.
- [75] H. Kersten, H. Deutsch, E. Stoffels, W. Stoffels, and G. Kroesen, “Plasma–powder interaction: trends in applications and diagnostics,” *International Journal of Mass Spectrometry*, vol. 223–224, pp. 313–325, Jan. 2003.
- [76] C. Arnas, M. Mikikian, and F. Doveil, “High negative charge of a dust particle in a hot cathode discharge,” *Physical Review E*, vol. 60, pp. 7420–7425, Dec. 1999.

- [77] R. Basner, F. Sigeneger, D. Loffhagen, G. Schubert, H. Fehske, and H. Kersten, "Particles as probes for complex plasmas in front of biased surfaces," *New Journal of Physics*, vol. 11, p. 013041, Jan. 2009.
- [78] B. Layden, L. Couédel, A. A. Samarian, M. Mikikian, S. V. Vladimirov, L. Boufendi, J. T. Mendonça, D. P. Resendes, and P. K. Shukla, "Dust Cloud Dynamics in Complex Plasma Afterglow," in *AIP Conference Proceedings*, vol. 1041, (Ponta Degada, Azores (Portugal)), pp. 189–190, AIP, 2008.
- [79] J.-F. Lagrange, I. Geraud-Grenier, F. Faubert, and V. Massereau-Guilbaud, "Particle Movement in a Dusty RF Plasma at Power Switch-OFF," *IEEE Transactions on Plasma Science*, vol. 42, pp. 2674–2675, Oct. 2014.
- [80] S. Nunomura, N. Ohno, and S. Takamura, "Effects of Ion Flow by ExB Drift on Dust Particle Behavior in Magnetized Cylindrical Electron Cyclotron Resonance Plasmas," *Japanese Journal of Applied Physics*, vol. 36, pp. 877–883, Feb. 1997.
- [81] O. Havnes, T. Nitter, V. Tsytovich, G. E. Morfill, and T. Hartquist, "On the thermophoretic force close to walls in dusty plasma experiments," *Plasma Sources Science and Technology*, vol. 3, pp. 448–451, Aug. 1994.
- [82] J. Profili, O. Levasseur, J.-B. Blaisot, A. Koronai, L. Stafford, and N. Gherardi, "Nebulization of Nanocolloidal Suspensions for the Growth of Nanocomposite Coatings in Dielectric Barrier Discharges: Nebulization of Nanocolloidal Suspensions. . .," *Plasma Processes and Polymers*, vol. 13, pp. 981–989, Oct. 2016.
- [83] C. Zafiu, A. Melzer, and A. Piel, "Ion drag and thermophoretic forces acting on free falling charged particles in an rf-driven complex plasma," *Physics of Plasmas*, vol. 9, pp. 4794–4803, Nov. 2002.
- [84] M. Wolter, M. Haass, T. Ockenga, J. Blažek, and H. Kersten, "Micro-Particles as Electrostatic Probes for Plasma Sheath Diagnostics," *Plasma Processes and Polymers*, vol. 6, pp. S620–S625, June 2009.
- [85] S. Bardin, J.-L. Briançon, F. Brochard, V. Martin, Y. Zayachuk, R. Hugon, and J. Bougdira, "Investigating Transport of Dust Particles in Plasmas," *Contributions to Plasma Physics*, vol. 51, pp. 246–251, Mar. 2011.
- [86] M. Rojo, X. Glad, S. Dap, J. Margot, and R. Clergereaux, "Charging and heating processes of dust particles in a very low pressure ECR plasma," *submitted to Plasma Sources Science and Technology*.
- [87] Y. Maemura, S.-C. Yang, and H. Fujiyama, "Transport of negatively charged particles by  $E \times B$  drift in silane plasmas," *Surface and Coatings Technology*, vol. 98, no. 1-3, pp. 1351–1358, 1998.
- [88] M. Puttscher and A. Melzer, "Paramagnetic dust particles in rf-plasmas with weak external magnetic fields," *New Journal of Physics*, vol. 16, p. 043026, Apr. 2014.
- [89] H. Sabbah, A. Bonnamy, D. Papanastasiou, J. Cernicharo, J.-A. Martín-Gago, and C. Joblin, "Identification of PAH Isomeric Structure in Cosmic Dust Analogs: The AROMA Setup," *The Astrophysical Journal*, vol. 843, p. 34, June 2017.
- [90] H. Wang and M. Frenklach, "A detailed kinetic modeling study of aromatics formation in laminar premixed acetylene and ethylene flames," *Combustion and Flame*, vol. 110, pp. 173–221, July 1997.

- [91] A. Tielens, “25 years of PAH hypothesis,” *EAS Publications Series*, vol. 46, pp. 3–10, 2011.
- [92] K. De Bleecker, A. Bogaerts, and W. Goedheer, “Detailed modeling of hydrocarbon nanoparticle nucleation in acetylene discharges,” *Physical Review E*, vol. 73, Feb. 2006.
- [93] C. Deschenaux, A. Affolter, D. Magni, C. Hollenstein, and P. Fayet, “Investigations of CH<sub>4</sub>, C<sub>2</sub>H<sub>2</sub> and C<sub>2</sub>H<sub>4</sub> dusty RF plasmas by means of FTIR absorption spectroscopy and mass spectrometry,” *Journal of Physics D: Applied Physics*, vol. 32, pp. 1876–1886, Aug. 1999.
- [94] H. Horiike, M. Akiba, Y. Ohara, Y. Okumura, and S. Tanaka, “Cusp width and power flow study at a high power magnetic multipole ion source,” *Physics of Fluids*, vol. 30, no. 10, p. 3268, 1987.
- [95] V. W. Chow, D. A. Mendis, and M. Rosenberg, “Role of grain size and particle velocity distribution in secondary electron emission in space plasmas,” *Journal of Geophysical Research: Space Physics*, vol. 98, pp. 19065–19076, Nov. 1993.
- [96] V. Chow, D. Mendis, and M. Rosenberg, “Secondary emission from small dust grains at high electron energies,” *IEEE Transactions on Plasma Science*, vol. 22, pp. 179–186, Apr. 1994.
- [97] R. Whiddington, “The Transmission of Cathode Rays through Matter,” *Proceedings of the Royal Society A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences*, vol. 89, pp. 554–560, Mar. 1914.
- [98] C. Schulz, B. Kock, M. Hofmann, H. Michelsen, S. Will, B. Bougie, R. Suntz, and G. Smallwood, “Laser-induced incandescence: recent trends and current questions,” *Applied Physics B*, vol. 83, pp. 333–354, June 2006.



