

MINISTÉRIO DA DEFESA  
EXÉRCITO BRASILEIRO  
SECRETARIA DE CIÊNCIA E TECNOLOGIA  
INSTITUTO MILITAR DE ENGENHARIA  
CURSO DE MESTRADO EM CIÊNCIA DOS MATERIAIS

AUSTIM MOTA GOMIDE PIMENTA

DESENVOLVIMENTO DE UM SISTEMA DE PULVERIZAÇÃO  
CATÓDICA COM FONTE DE RADIOFREQUÊNCIA ASSISTIDO POR  
CAMPOS MAGNÉTICOS CONSTANTES PARA ESTUDO DE FILMES  
FINOS

Rio de Janeiro  
2017

INSTITUTO MILITAR DE ENGENHARIA

AUSTIM MOTA GOMIDE PIMENTA

**DESENVOLVIMENTO DE UM SISTEMA DE PULVERIZAÇÃO  
CATÓDICA COM FONTE DE RADIOFREQUÊNCIA ASSISTIDO POR  
CAMPOS MAGNÉTICOS CONSTANTES PARA ESTUDO DE FILMES  
FINOS**

Dissertação de Mestrado apresentada ao Curso de Mestrado em Ciência dos Materiais do Instituto Militar de Engenharia, como requisito parcial para a obtenção do título de Mestre em Ciências em Ciências dos Materiais.

Orientador: Prof. Carlos Luiz Ferreira - D.C.

Rio de Janeiro

2017

# **INSTITUTO MILITAR DE ENGENHARIA**

**AUSTIM MOTA GOMIDE PIMENTA**

## **DESENVOLVIMENTO DE UM SISTEMA DE PULVERIZAÇÃO CATÓDICA COM FONTE DE RADIOFREQUÊNCIA ASSISTIDO POR CAMPOS MAGNÉTICOS CONSTANTES PARA ESTUDO DE FILMES FINOS**

Dissertação apresentada ao curso de Mestrado em Ciência dos Materiais do Instituto Militar de Engenharia, como um requisito parcial para a obtenção do título de Mestre em Ciências dos Materiais.

Orientador: Prof. Carlos Luiz Ferreira - D.C.

Aprovada em 27 de abril de 2017 pela seguinte Banca Examinadora:

---

Prof. Carlos Luiz Ferreira – D.C. do IME - Presidente

---

Prof.<sup>a</sup>. Leila Rosa de Oliveira Cruz – D.C. do IME

---

Prof. Alexandre Mello de Paula Silva – D.C. do CBPF

Rio de Janeiro  
2017

A Deus e minha Família por todo seu apoio.

## AGRADECIMENTOS

Em primeiro lugar agradeço a Deus, por permitir a conclusão de mais uma etapa de minha jornada.

Agradeço à minha mulher e companheira, Aparecida Barbosa, por sua paciência, apoio e carinho em todas as horas.

Agradeço aos meus avós e aos meus pais, que me acompanharam e me auxiliaram durante os momentos de dificuldade.

Agradeço ao meu orientador, Prof. Carlos Luiz Ferreira, pela paciência, apoio e orientação durante o tempo desta dissertação, pelas várias horas, depois do expediente de trabalho, passadas na construção do sistema de deposição. O conhecimento adquirido durante a aprendizagem e a determinação para resolver os problemas que foram surgindo durante o andamento desta dissertação.

Agradeço à Prof<sup>a</sup> Leila Rosa de Oliveira Cruz, pelas conversas e pelo apoio em diversas situações.

Agradeço ao tecnologista Irani Guedes, pelo apoio no dia a dia do Laboratório de Filmes Finos do Instituto Militar de Engenharia - IME.

Aos meus amigos de caminhada, durante o mestrado, que me ajudaram: Karollyne, Letícia, Andrei, Emília, Camila, Ana Paula, Nahima.

Ao Prof. Marcelo Prado, pelo auxílio durante o mestrado.

Aos tecnologistas Joel e Anderson, pela ajuda e pelos empréstimos de equipamentos e de ferramentas.

Aos meus companheiros de laboratório Renan, Andreza e Jéssica, pelo apoio nas horas de necessidade.

Agradeço ao Prof. Rodrigo Amaral de Medeiro, pela aprendizagem na oficina mecânica e no laboratório.

Agradeço ao meu amigo Wesley, pela prontidão em me auxiliar nos momentos de construção do sistema de deposição e de utilização de bombas de difusão.

Ao meu amigo Capitão Alberto Pessoa, pelas horas de discussão tanto sobre deposição de filmes como também sobre problemas referentes à vida.

Ao Arsenal de Guerra do Rio de Janeiro - AGR, pelo auxílio prestado na usinagem do base plate.

À Oficina Mecânica do Centro Brasileiro de Pesquisas Físicas – CBPF, pela prontidão em me auxiliar na modelagem e usinagem de peças para a construção do sistema de deposição.

À Divisão de Materiais do Instituto Nacional de Metrologia, Qualidade e Tecnologia – INMETRO, que colaborou para a caracterização dos filmes fabricados.

A todos os professores e demais técnicos do IME, que me auxiliaram durante esses anos de mestrado.

À Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior – CAPES, pelo apoio financeiro para o desenvolvimeto desta dissertação.

Ao Instituto Militar de Engenharia, pela oportunidade de realização desta dissertação.

É muito melhor lançar-se em busca de conquistas grandiosas, mesmo expondo-se ao fracasso, do que alinhar-se com os pobres de espírito, que nem gozam muito nem sofrem muito, porque vivem numa penumbra cinzenta, onde não conhecem nem vitória, nem derrota.

(Theodore Roosevelt)

## SUMÁRIO

LISTA DE FIGURAS.....	11
LISTA DE TABELAS .....	17
LISTA DE ABREVIATURAS E SÍMBOLOS .....	18
<b>1      INTRODUÇÃO .....</b>	<b>22</b>
1.1    CONSIDERAÇÕES INICIAIS .....	22
1.2    OBJETIVO.....	24
<b>2      TÉCNICAS DE DEPOSIÇÃO FÍSICA .....</b>	<b>25</b>
2.1    EVAPORAÇÃO TÉRMICA A VÁCUO .....	25
2.2    EVAPORAÇÃO POR FEIXE DE ELÉTRONS.....	26
2.3    PULVERIZAÇÃO CATÓDICA .....	26
<b>3      A TÉCNICA DE DEPOSIÇÃO POR PULVERIZAÇÃO .....</b>	<b>28</b>
3.1    CONSIDERAÇÕES INICIAIS .....	28
3.2    DESCARGA LUMINESCENTE POR CORRENTE CONTÍNUA .....	29
3.3    DESCARGA LUMINESCENTE POR RADIOFREQUÊNCIA .....	32
3.4    FENÔMENO DE PULVERIZAÇÃO CATÓDICA .....	33
3.5    MÉTODOS DE DEPOSIÇÃO PELA TÉCNICA DE PULVERIZAÇÃO CATÓDICA .....	34
3.5.1    Pulverização Catódica com Fonte tipo Diodo .....	34
3.5.2    Pulverização Catódica Assistida por Campos Magnéticos.....	35
3.5.3    Pulverização Catódica com Fonte de Radiofrequência .....	37
<b>4      CONSTRUÇÃO DO SISTEMA DE DEPOSIÇÃO POR PULVERIZAÇÃO          CATÓDICA .....</b>	<b>39</b>
4.1    CONSTRUÇÃO DO SISTEMA.....	39
4.1.1    Construção do Gabinete.....	40
4.1.2    Campânula e Placa Base do Sistema de Deposição (Base Plate).....	41



4.1.3	Sistema Elétrico.....	43
4.1.4	Sistema de vácuo .....	47
4.1.5	Sistema de refrigeração .....	54
4.1.6	Porta-substrato, Obturador (shutter) e o Medidor de Taxa de Deposição ...	56
4.1.7	Sistema de Geração de Radiofrequência e Equipamentos de Instrumentação.....	59
4.1.8	Acabamentos do sistema de deposição .....	59
4.1.9	Sistema de deposição de filmes construído .....	62
4.2	DETECÇÃO DE VAZAMENTOS .....	65
4.3	DIMENSIONAMENTO DO SISTEMA DE VÁCUO .....	67
4.4	PROCEDIMENTO PARA OPERAÇÃO DO SISTEMA DE DEPOSIÇÃO POR PULVERIZAÇÃO CATÓDICA.....	70
4.4.1	Procedimento para acionamento do sistema de deposição .....	70
4.4.2	Procedimento para desligamento do sistema de vácuo do sistema de deposição .....	71
4.4.3	Procedimento para admissão de ar no sistema de deposição (quebra do vácuo) .....	71
<b>5</b>	<b>MATERIAIS E MÉTODOS.....</b>	<b>73</b>
5.1	ALVOS UTILIZADOS .....	73
5.2	SUBSTRATOS.....	75
5.3	MÉTODOS DE CARACTERIZAÇÃO DOS FILMES PRODUZIDOS .....	76
5.3.1	Medidas de espessura .....	76
5.3.2	Caracterização elétrica.....	76
5.3.3	Difração de raios X.....	77
5.3.4	Caracterização Morfológica .....	77
5.3.5	Caracterização Óptica .....	77
<b>6</b>	<b>RESULTADOS.....</b>	<b>78</b>
6.1	DESENVOLVIMENTO E CONSTRUÇÃO DO EQUIPAMENTO.....	78
6.2	SISTEMA ELÉTRICO DE POTÊNCIA.....	78
6.3	SISTEMA DE GERAÇÃO DE RADIOFREQUÊNCIA.....	79

6.4	SISTEMA DE REFRIGERAÇÃO .....	82
6.5	OBTURADOR (SHUTTER) .....	83
6.6	FONTE DE AQUECIMENTO (RESISTÊNCIA) .....	83
6.7	CARACTERIZAÇÃO DO SISTEMA DE VÁCUO .....	85
6.8	PRODUÇÃO DOS FILMES.....	89
6.8.1	Procedimento geral para fabricação de filmes.....	89
6.8.2	Produção de filmes de cobre .....	91
6.8.3	Produção de filmes de SiO <sub>2</sub> .....	102
6.8.4	Produção de filmes de In <sub>2</sub> O <sub>3</sub> .....	105
<b>7</b>	<b>CONCLUSÃO .....</b>	<b>115</b>
<b>8</b>	<b>REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS .....</b>	<b>116</b>

## LISTA DE ILUSTRAÇÕES

FIG 3.1 O GRÁFICO APRESENTA AS CARACTERÍSTICAS DE UMA DESCARGA LUMINESCENTE (FONTANA, 1997) .....	30
FIG 3.2 ARQUITETURA DE UMA DESCARGA LUMINESCENTE. ADAPTADO DE (MAISSEL, 1970). .....	31
FIG 3.3 A FIGURA APRESENTA AS INTERAÇÕES ENTRE O ÍON INCIDENTE E A SUPERFÍCIE DO ALVO (CADILLO, 2007).....	33
FIG 3.4 É APRESENTADA A CONFIGURAÇÃO DE UM SISTEMA DE DEPOSIÇÃO POR PULVERIZAÇÃO CATÓDICA CONVENCIONAL (FONTANA, 1997).....	35
FIG 3.5 A FIGURA APRESENTA A TRAJETÓRIA DOS ELÉTRONS APRISIONADOS PELAS LINHAS DO CAMPO MAGNÉTICO CONSTANTE GERADO POR ÍMÃS (FONTANA, 1997) .....	36
FIG 3.6 FIGURA ILUSTRATIVA DE UM SISTEMA DE DEPOSIÇÃO POR PULVERIZAÇÃO CATÓDICA COM CAMPO MAGNÉTICO. ADAPTADO DE (SANTOS, 2010).....	37
FIG 4.1 A FIGURA APRESENTA AS DIMENSÕES DAS CANTONEIRAS DE AÇO UTILIZADAS PARA CONSTRUÇÃO DO GABINETE DO SISTEMA DE DEPOSIÇÃO.....	40
FIG 4.2 APRESENTAÇÃO DO GABINETE CONSTRUÍDO: (A) DIAGRAMA COM AS DIMENSÕES DO GABINETE JÁ MONTADO E (B) FOTOGRAFIA APRESENTA UMA VISTA DO GABINETE CONSTRUÍDO COM AS PLACAS DE ALUMÍNIO FIXADAS SERVINDO DE BASE SUPERIOR E BASE INFERIOR. ....	42
FIG 4.3 DIAGRAMA ESQUEMÁTICO DO PROJETO DO BASE PLATE APRESENTANDO SUAS DIMENSÕES: (A) VISTA SUPERIOR E (B) VISTA INFERIOR. ....	42
FIG 4.4 (A) FOTOGRAFIA MOSTRANDO O BASE PLATE APÓS A USINAGEM E FURAÇÕES; (B) É APRESENTADO A CAMPÂNULA EM AÇO INOXIDÁVEL UTILIZADA COMO CÂMARA DE DEPOSIÇÃO COM OS ANÉIS DE VEDAÇÕES. ....	43
FIG 4.5 DIAGRAMA ESQUEMÁTICO DO CIRCUITO ELÉTRICO PARA O SISTEMA DE DEPOSIÇÃO CONSTRUÍDO. ....	44
FIG 4.6 FOTOGRAFIA DO CIRCUITO ELÉTRICO CONSTRUÍDO PARA ACIONAMENTO DOS DIVERSOS SISTEMAS CONSTITUINTES DO SISTEMA DE DEPOSIÇÃO CONSTRUÍDO... ..	45

FIG 4.7 REPRESENTAÇÃO DAS CONEXÕES DE LIGAÇÃO (TOMADAS) DO CIRCUITO ELÉTRICO EM FUNÇÃO DAS CORES UTILIZADAS PARA IDENTIFICAÇÃO NO QUADRO DE CARGAS (TAB 4.1). .....	46
FIG 4.8 FOTOGRAFIA DA CONEXÃO DE LIGAÇÃO DO CIRCUITO ELÉTRICO UTILIZANDO DUAS FASES DE TENSÃO (R E T) INSTALADO FORA DO CIRCUITO ELÉTRICO.....	47
FIG 4.9 FOTO DA BOMBA MECÂNICA SECA DO TIPO SCROLL MODELO XDS-10 E FABRICADA PELA EDWARDS VACUUM UTILIZADA NO SISTEMA DE DEPOSIÇÃO. ....	48
FIG 4.10 FIGURA ESQUEMÁTICA APRESENTANDO O FUNCIONAMENTO DE UMA BOMBA DE DIFUSÃO. DISPONÍVEL EM: <a href="http://diffusionpumpoil.com/pt-br/diffusion-pump-working-principle/">HTTP://DIFFUSIONPUMPOIL.COM/PT-BR/DIFFUSION-PUMP-WORKING-PRINCIPLE/</a> . ACESSADO EM :08/01/2017.....	49
FIG 4.11:: (A) FOTOGRAFIA MOSTRANDO A BOMBA DE DIFUSÃO UTILIZADA NO SISTEMA DE DEPOSIÇÃO; (B) REPRESENTAÇÃO ESQUEMÁTICA DA VISTA EXPLODIDA DOS COMPONENTES DA BOMBA DE DIFUSÃO.....	50
FIG 4.12 FOTOGRAFIA DA NOVA RESISTÊNCIA COMPRADA PARA A UTILIZAÇÃO NO SISTEMA DE AQUECIMENTO DA BOMBA DE DIFUSÃO. ....	51
FIG 4.13 REPRESENTAÇÃO ESQUEMÁTICA DA ARMADILHA CRIOGÊNICA: (A) PARTE INFERIOR COM O TROCADOR DE CALOR; (B) PARTE SUPERIOR ONDE O RECIPIENTE CRIOGÊNICO SE ENCONTRA. ....	52
FIG 4.14 REPRESENTAÇÃO ESQUEMÁTICA MOSTRANDO OS COMPONENTES EM VISTA EXPLODIDA DA ARMADILHA CRIOGÊNICA.....	52
FIG 4.15 IMAGEM DA VÁLVULA DO TIPO BORBOLETA PARA SELAGEM DA BOMBA DE DIFUSÃO E DE CONTROLE DA CONDUTÂNCIA DURANTE AS DEPOSIÇÕES.....	53
FIG 4.16 CONJUNTO DE VÁLVULAS UTILIZADO PARA CONTROLE DAS ETAPAS DE BOMBEAMENTO DO SISTEMA DE VÁCUO. ....	54
FIG 4.17 (A) VÁLVULA INDEPENDENTE PARA ADMISSÃO DE AR (QUEBRA DE VÁCUO); (B) ALONGADORES CONSTRUÍDOS PARA OS EIXOS DO CONJUNTO DE VÁLVULAS E DA VÁLVULA DO TIPO BORBOLETA. ....	54
FIG 4.18 FOTO MOSTRANDO A CONFIGURAÇÃO DO SISTEMA DE REFRIGERAÇÃO APRESENTANDO AS CONEXÕES DE ENGATE RÁPIDO E O SENSOR DE FLUXO UTILIZADO.....	55

FIG 4.19 FIGURA REPRESENTATIVA DO FEEDTHROUGH DE MOVIMENTO UTILIZADO PARA CONSTRUÇÃO DO OBTURADOR. ....	57
FIG 4.20 (A) FOTOGRAFIA DO ELETROÍMÃ UTILIZADO PARA A CONSTRUÇÃO DO OBTURADOR; (B) HASTE ROSQUEADA PARA CONEXÃO ENTRE FEEDTHROUGH DE MOVIMENTO E O ELETROÍMÃ. ....	57
FIG 4.21 FOTOGRAFIA DO PORTA-SUBSTRATO UTILIZADO DURANTE AS DEPOSIÇÕES. ....	58
FIG 4.22 FOTOGRAFIA DO INTERIOR DA CAMPÂNULA. (1º) HASTE DE FIXAÇÃO DO PORTA-SUBSTRATO; (2º) OBTURADOR PARA PROTEÇÃO DOS SUBSTRATOS; (3º) MEDIDOR DE TAXA DE EVAPORAÇÃO E (4º) CATODO. ....	58
FIG 4.23 FOTOGRAFIA APRESENTANDO A CONFIGURAÇÃO DO EQUIPAMENTO COM ACABAMENTO COM PLACAS DE ALUMÍNIO (A) SEM A FURAÇÃO PARA INSTALAÇÃO DOS EQUIPAMENTOS; (B) APÓS A FURAÇÃO. ....	60
FIG 4.24 FOTOGRAFIA APRESENTANDO O EQUIPAMENTO EM SUA CONFIGURAÇÃO BÁSICA FINAL. ....	61
FIG 4.25 FOTOGRAFIA MOSTRA A CAMPÂNULA JÁ FIXADA EM SUA BASE COM OS MEDIDORES INSTALADOS PARA AFERIÇÃO DA PRESSÃO EM SEU INTERIOR. ....	61
FIG 4.26 DIAGRAMA ESQUEMÁTICO DO SISTEMA DE DEPOSIÇÃO POR PULVERIZAÇÃO CATÓDICA, COM FONTE RADIOFREQUÊNCIA, ASSISTIDO POR CAMPOS MAGNÉTICOS CONSTANTES. ....	63
FIG 4.27 FOTOGRAFIA DO SISTEMA DE DEPOSIÇÃO DE FILMES FINOS PELA TÉCNICA DE PULVERIZAÇÃO CATÓDICA PROPOSTO E CONSTRUÍDO. (1) CHAVE GERAL; (2) PAINEL DE OPERAÇÃO E CONTROLE; (3) SISTEMA GERADOR DE RADIOFREQUÊNCIA; (4) CONJUNTO DE MEDIDORES PARA AVALIAÇÃO DA PRESSÃO NA CAMPÂNULA. ....	63
FIG 4.28 FOTOGRAFIA DO PAINEL DE OPERAÇÃO E CONTROLE DO SISTEMA DE DEPOSIÇÃO. ....	64
FIG 4.29 FOTOGRAFIA MOSTRANDO A LOCALIZAÇÃO DA VÁLVULA DE ADMISSÃO DE GÁS DE TRABALHO. ....	64
FIG 4.30 FOTOGRAFIA MOSTRANDO A PARTE INFERIOR DA PLACA BASE DO SISTEMA DE DEPOSIÇÃO. ....	65

FIG 4.31 FIGURA COM AS DIMENSÕES DA VÁLVULA DE ALTO VÁCUO DO TIPO BORBOLETA UTILIZADO PARA CÁLCULO DA CONDUTÂNCIA. ....	68
FIG 4.32 FIGURA COM AS DIMENSÕES DO CONECTOR ENTRE A ARMADILHA CRIOGÊNICA COM A CAMPÂNULA. ....	69
FIG 6.1 SISTEMA DE ATERRAMENTO DE PONTO ÚNICO PROPOSTO PARA O LFF-IME. (PROCOBRE, ATERRAMENTO ELÉTRICO) .....	81
FIG 6.2 GRÁFICO DE COMPARAÇÃO ENTRE A CURVA DE AQUECIMENTO DA RESISTÊNCIA ORIGINAL DO SISTEMA DE AQUECIMENTO DA BOMBA DE DIFUSÃO E DA CURVA DE AQUECIMENTO DA NOVA RESISTÊNCIA COMPRADA. ....	84
FIG 6.3 FOTOGRAFIA MOSTRANDO O ELETROVENTILADOR INSTALADO PARA PROTEÇÃO DO CASADOR DE IMPEDÂNCIA. ....	85
FIG 6.4 FOTOGRAFIA MOSTRANDO A JUNÇÃO ENTRE A BOMBA DE DIFUSÃO E O RECIPIENTE CRIOGÊNICO. ....	87
FIG 6.5 CURVA DA PRESSÃO BASE EM FUNÇÃO DO TEMPO DE BOMBEAMENTO TEMPO DE BOMBEAMENTO DO SISTEMA DE DEPOSIÇÃO COM O SENSOR DE FLUXO INSTALADO. ....	88
FIG 6.6 CURVA DA PRESSÃO BASE EM FUNÇÃO DO TEMPO DE BOMBEAMENTO DO SISTEMA DE DEPOSIÇÃO SEM O SENSOR DE FLUXO INSTALADO.....	88
FIG 6.7 (A) FOTOGRAFIA DO INTERIOR DA CAMPÂNULA MOSTRANDO O PORTA-SUBSTRATO FIXO NA HASTE DE SUSTENTAÇÃO. (B) GABARITO UTILIZADO PARA REGULAÇÃO DE ALTURA DO PORTA-SUBSTRATO. ....	91
FIG 6.8 GRÁFICO DO COMPORTAMENTO DA TAXA DE DEPOSIÇÃO DOS FILMES DE COBRE EM FUNÇÃO DA POTÊNCIA UTILIZADA. ....	93
FIG 6.9 FIGURA ESQUEMÁTICA DA DIVISÃO EM SETORES REALIZADA NO SUBSTRATO PARA O MAPEAMENTO DE SUA SUPERFÍCIE. ....	94
FIG 6.10 GRÁFICO DE MAPEAMENTO DA SUPERFÍCIE DE DEPOSIÇÃO DOS FILMES DE COBRE. FIGURA (A) APRESENTA O GRÁFICO NA VISÃO TRIDIMENSIONAL ENQUANTO A FIGURA (B) MOSTRA O GRÁFICO NA VISÃO DE TOPO. ....	96

FIG 6.11 A FIGURA APRESENTA DE FORMA ESQUEMÁTICA A DISPOSIÇÃO DOS SUBSTRATOS NO PORTA-SUBSTRATO, MOSTRANDO OS PONTOS UTILIZADOS PARA ANÁLISE DA UNIFORMIDADE DA ESPESSURA.....	97
FIG 6.12 GRÁFICO DO COMPORTAMENTO DA RESISTIVIDADE ELÉTRICA EM FUNÇÃO DA ESPESSURA DOS FILMES FINOS DE COBRE DEPOSITADOS. ....	99
FIG 6.13 DIFRATOGRAMAS DOS FILMES FINOS DE COBRE DEPOSITADOS NAS DIFERENTES POTÊNCIAS UTILIZADAS. ....	100
FIG 6.14 IMAGENS DE AFM DOS FILMES DE COBRE: (A) FILME FABRICADO COM 20W; (B) FILME FABRICADO COM 50W; (C) FILME FABRICADO COM 80W; (D) FILME FABRICADO COM 110W. ....	101
FIG 6.15 GRÁFICO DO COMPORTAMENTO DA TAXA DE DEPOSIÇÃO DOS FILMES FINOS DE SiO <sub>2</sub> EM FUNÇÃO DA POTÊNCIA EMPREGADA E O AJUSTE LINEAR APLICADO. ....	103
FIG 6.16 DIFRATOGRAMA DOS FILMES FINOS DE ÓXIDO DE SILÍCIO. ....	104
FIG 6.17 ESPECTROS DE TRANSMITÂNCIA DOS FILMES FINOS DE SiO <sub>2</sub> PARA AS DIFERENTES POTÊNCIAS EMPREGADAS COM O MESMO TEMPO DE DEPOSIÇÃO. ....	104
FIG 6.18 IMAGENS DE AFM DOS FILMES DE SiO <sub>2</sub> : (A) FILME FABRICADO COM 100W DE POTÊNCIA DE DEPOSIÇÃO; (B) FILME FABRICADO COM 150W DE POTÊNCIA DE DEPOSIÇÃO.....	105
FIG 6.19 GRÁFICO DA TAXA DE DEPOSIÇÃO DOS FILMES FINOS DE In <sub>2</sub> O <sub>3</sub> EM FUNÇÃO DA POTÊNCIA EMPREGADA, MOSTRANDO O AJUSTE LINEAR. ....	106
FIG 6.20 GRÁFICO DA RESISTIVIDADE ELÉTRICA EM FUNÇÃO DA ESPESSURA DOS FILMES FINOS DE In <sub>2</sub> O <sub>3</sub> DEPOSITADOS.....	108
FIG 6.21 ESPECTROS DE TRANSMITÂNCIA DOS FILMES FINOS DE In <sub>2</sub> O <sub>3</sub> PARA AS DIFERENTES POTÊNCIAS EMPREGADAS.....	108
FIG 6.22 DIFRATOGRAMA DO FILME FINO DE In <sub>2</sub> O <sub>3</sub> DEPOSITADO COM 50W. ....	109
FIG 6.23 DIFRATOGRAMA DO FILME FINO DE In <sub>2</sub> O <sub>3</sub> DEPOSITADO COM 110W .....	109
FIG 6.24 IMAGENS DE AFM DOS FILMES DE In <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : (A) FABRICADO COM POTÊNCIA DE 50W E (B) COM 110W.....	110

FIG 6.25 IMAGENS DE MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA EM DIFERENTES ESCALAS APRESENTANDO A ESTRUTURA DO FILME DE  $\text{In}_2\text{O}_3$  FABRICADO COM A POTÊNCIA DE 110 WATTS. (A) 5  $\mu\text{M}$ ; (B) 1  $\mu\text{M}$ ; (C) 400NM; (D) 200NM. .... 113



## LISTA DE TABELAS

TAB 4.1 QUADRO DE CARGAS DO CIRCUITO ELÉTRICO DO SISTEMA DE DEPOSIÇÃO. ....	45
TAB 4.2 TABELA COM OS RESULTADOS CALCULADOS PARA A VELOCIDADE DE BOMBEAMENTO TEÓRICA NA CAMPÂNULA . ....	69
TAB 6.1 CARACTERÍSTICAS ELÉTRICAS DAS RESISTÊNCIAS PARA A FONTE DE AQUECIMENTO DA BOMBA DE DIFUSÃO. ....	84
TAB 6.2 PARÂMETROS UTILIZADOS DURANTE AS DEPOSIÇÕES DOS FILMES FINOS. ....	89
TAB 6.3 PARÂMETROS DE DEPOSIÇÕES PARA OS FILMES FINOS DE COBRE. ....	92
TAB 6.4 VALORES DE VARIAÇÃO DE ESPESSURA ENTRE OS PONTOS UTILIZADOS PARA ANÁLISE DA UNIFORMIDADE. ....	98
TAB 6.5 TABELA MOSTRANDO O PERCENTUAL DE ESPESSURA ENTRE OS PONTOS. ....	98
TAB 6.6 RUGOSIDADE DOS FILMES FINOS DE COBRE EM FUNÇÃO DA POTÊNCIA DE DEPOSIÇÃO. ....	101
TAB 6.7 PARÂMETROS DE DEPOSIÇÕES DOS FILMES FINOS DE SiO <sub>2</sub> . ....	102
TAB 6.8 RUGOSIDADE DOS FILMES DE SiO <sub>2</sub> EM FUNÇÃO DA POTÊNCIA DE DEPOSIÇÃO. ....	105
TAB 6.9 PARÂMETROS DE DEPOSIÇÕES PARA OS FILMES FINOS DE In <sub>2</sub> O <sub>3</sub> . ....	106
TAB 6.10 RUGOSIDADE DOS FILMES DE In <sub>2</sub> O <sub>3</sub> EM FUNÇÃO DA POTÊNCIA DE DEPOSIÇÃO. ....	110
TAB 6.11 TEMPERATURA DOS SUBSTRATOS DURANTE O PROCESSO DE FABRICAÇÃO DE FILMES DO FILME DE In <sub>2</sub> O <sub>3</sub> . ....	111

## LISTA DE ABREVIATURAS E SÍMBOLOS

### Abreviaturas:

Cu – Cobre

$\text{In}_2\text{O}_3$  – Óxido de Índio

RF – Radiofrequência

$\text{SiO}_2$  – Óxido de Silício

TCO – Óxidos Transparentes Condutores

AFM – Microscopia de Ponta de Prova por Força Atômica

DDP – Diferença de Potencial

### Símbolos:

A – Área

C – Condutância

d – Diâmetro

L – Comprimento

M – Massa

P – Pressão

Pa – Pascal

Q – Fluxo

r – Raio

S – Velocidade de Bombeamento

T – Temperatura

V – Volume

## **LISTA DE SIGLAS**

AGR – Arsenal de Guerra do Rio de Janeiro

CBPF – Centro Brasileiro de Pesquisas Físicas

IME – Instituto Militar de Engenharia

INMETRO – Instituto Nacional de Metrologia, Qualidade e Tecnologia

LFF – Laboratório de Filmes Finos

Dimat – Divisão de Materiais do INMETRO

## RESUMO

O campo da construção de equipamentos é um importante ramo da instrumentação científica, que possibilita o acompanhamento dos avanços teóricos em vários campos da ciência.

Neste trabalho de dissertação, foi projetado, desenvolvido e construído, com um orçamento limitado, um sistema de deposição por pulverização catódica com fonte de radiofrequência assistido por campos magnéticos constantes. Com a finalidade de comprovar o seu funcionamento e levantar suas características, foram depositados filmes finos de materiais com propriedades elétricas distintas: cobre (condutor), óxido de índio (semicondutor) e dióxido de silício (isolante).

Os filmes foram depositados em substratos de vidro e silício, à temperatura ambiente, com uma pressão de deposição de  $10^{-1}$  Pa ( $8 \times 10^{-4}$  Torr), distância alvo-substrato de 75 mm e pressão base menor que  $10^{-3}$  Pa ( $8 \times 10^{-6}$  Torr).

Para caracterizar os filmes depositados, foram utilizadas medidas de espessura, difração de raios x, microscopia de força atômica, resistividade elétrica e transmitância óptica.

Os resultados experimentais mostraram que o sistema possibilita a deposição de filmes com propriedades físicas, químicas e elétricas de alta qualidade, com taxa de deposição linear e boa uniformidade de espessura.

## ABSTRACT

The field of equipment construction is an important branch of scientific instrumentation, which enables the support of theoretical advances in various fields of science.

This work involved the design, development and construction, with a limited budget, a system of deposition by sputtering with a radiofrequency source assisted by constant magnetic fields. In order to verify its operation and determine its characteristics, films of materials with different electrical properties were deposited: copper (a conductor), indium oxide (a semiconductor) and silicon dioxide (an insulator). The films were deposited on glass and silicon substrates at room temperature, using a deposition pressure at  $10^{-1}$  Pa ( $8 \times 10^{-4}$  Torr), a target-substrate distance of 75 mm and a base pressure of less than  $10^{-3}$  Pa ( $8 \times 10^{-6}$  Torr).

In order to characterize the deposited films, we used measurements of thickness, x-ray diffraction, atomic force microscopy, electrical resistivity and optical transmittance.

The experimental results showed that the system allows the deposition of films with high quality physical, chemical and electrical properties, with linear deposition rate and good thickness uniformity.

# 1 INTRODUÇÃO

## 1.1 CONSIDERAÇÕES INICIAIS

O homem, desde seus primórdios, procura entender e explicar os fenômenos que ocorrem à sua volta. Para isso, a humanidade sempre dispôs dos seus sentidos para realizar observações e experimentos, para formular modelos e teorias a fim de explicar o mundo no qual vivemos.

Segundo Brum et al. (BRUM, 2011), só compreendemos os fenômenos que ocorrem à nossa volta, quando começamos a quantificá-los. E para que ocorra essa quantificação é necessária uma metodologia de análise, mesmo que ela seja simples, como a observação do fenômeno pelos meios disponíveis. E, assim, segue-se a construção de teoremas e modelos para análise do fenômeno observado. Desta forma, a partir da compreensão destes modelos, torna-se possível realizar previsões de novas situações.

Porém, a capacidade de observação humana possui um limite, que, muitas vezes, não fornece meios para o entendimento totalitário do fenômeno observado. Por este motivo, “ferramentas” são empregadas, a fim de auxiliar nessas observações e formulações, proporcionando um melhor entendimento do meio à nossa volta.

Pode-se dizer, então, que o desenvolvimento tecnológico é análogo ao desenvolvimento científico, no qual é possível apresentar o desenvolvimento tecnológico como a junção do conhecimento (ciência) com a habilidade prática (técnica), promovendo o projeto e a construção de sistemas, e de equipamentos (instrumentação), que aumentam a capacidade de observação humana para o estudo dos fenômenos (BAZZO, 2005).

Desta forma, dentro dos avanços que a tecnologia proporciona, a capacidade de uma quantificação mais precisa dos fenômenos que ocorrem à nossa volta possui uma grande relevância para o desenvolvimento de novas pesquisas e entendimentos dos fenômenos que até determinado grau eram desconhecidos para nós. Antes da obtenção da capacidade de uma quantificação mais precisa destes fenômenos, através da utilização das tecnologias disponíveis, o domínio das técnicas e o

aprimoramento das habilidades de construção de equipamentos torna-se uma parte importante da ciência fornecendo o auxílio nas investigações e quantificações dos fenômenos.

Para um maior avanço da ciência junto com o desenvolvimento tecnológico, muitas vezes depende-se do compromisso do Estado em investir e incentivar a formação acadêmica, o desenvolvimento da pesquisa científica e o desenvolvimento industrial. Os países considerados avançados tecnologicamente possuem a sua indústria básica bem solidificada, sendo capazes de desenvolver e criar produtos com qualidade e, ao mesmo tempo, possuírem a flexibilidade de se adaptar às novas necessidades de desenvolvimento de tecnologias inovadoras.

Nessas últimas décadas, o desenvolvimento de novas tecnologias, principalmente na área de novos materiais, vem sendo considerado um dos maiores avanços científicos, proporcionando a criação de novos materiais alternativos em relação aos materiais que vinham sendo tradicionalmente utilizados.

Dentro deste contexto, a tecnologia de deposição de filmes finos vem ganhando grande destaque no cenário de pesquisa em nível mundial. Entre os diversos processos da fabricação de dispositivos para a indústria eletrônica, a capacidade desta tecnologia de realizar deposições de camadas em escala nanométrica de materiais variados proporcionou o desenvolvimento de novos componentes.

Com a grande variedade de materiais existentes, formando tanto ligas e compósitos, as tecnologias desenvolvidas para deposição de filmes finos podem ser separadas em três principais linhas: deposição física e deposição química ou a combinação destas.

Entre as tecnologias de produção de filmes finos por deposição física, as que se utilizam no método de deposição por pulverização catódica possuem uma grande relevância devido às características apresentadas pelos filmes fabricados por esta técnica, como excelente aderência e capacidade de obtenção de filmes por deposição de materiais com composições complexas. Vale ressaltar que com a técnica de deposição por pulverização catódica é possível depositar filmes de materiais com alto ponto de fusão à temperatura ambiente.

## 1.2 OBJETIVO

O presente trabalho de dissertação possui os seguintes objetivos:

- Projetar, desenvolver e construir um sistema de deposição de filmes finos por pulverização catódica com fonte de radiofrequência assistida por campo magnético constante.
- Fabricar filmes finos com propriedades elétricas condutoras, semicondutoras e isolantes para a caracterização do sistema de deposição.



## 2 TÉCNICAS DE DEPOSIÇÃO FÍSICA

De forma geral, a técnica de deposição física é apresentada como sendo o transporte de átomos, de moléculas ou de ambos, através de processo físico de condensação ou por transporte de massa.

No processo físico de condensação, o material é levado ao vapor por evaporação ou sublimação por aquecimento resistivo, indutivo, feixe de elétrons ou ablação. Adiante serão citados, como exemplos, dois tipos de aquecimentos do material evaporante.

No processo de transporte de massa há a transferência de *momentum* para o material que está na forma condensada por meio da colisão de partículas energéticas, geralmente íons, provocando a ejeção de átomos e/ou moléculas de sua superfície. Ambos os processos são realizados em um recipiente à baixa pressão e os átomos e/ou moléculas depositam-se em um substrato estrategicamente posicionado em seu interior.

### 2.1 EVAPORAÇÃO TÉRMICA A VÁCUO

Consiste na evaporação do material de alta pureza por aquecimento. A forma mais usual de aquecimento de um sistema de evaporação térmica é a resistiva, onde o material é acondicionado em um filamento ou em cadinhos, chamados genericamente de fontes de evaporação, onde são aplicadas altas correntes para aquecimento do material por Efeito Joule. Estas fontes de aquecimento são construídas de materiais refratários (tungstênio, molibdênio, tântalo, entre outras.), muitas vezes combinados com cadinhos cerâmicos tornando a escolha em função da sua reatividade química com o material evaporante (Ohring, 1992; Champan, 1980).

Geralmente, equipamentos que utilizam esta técnica de deposição utilizam baixas pressões (altíssimo vácuo), garantindo que, no interior do sistema, ocorram poucas chances de colisões atômicas entre os átomos do material evaporante com as

moléculas do gás residual do sistema, ou seja, garantindo um altíssimo livre caminho médio durante a deposição.

Esta técnica apresenta a possibilidade de ocorrer uma reação química entre o material evaporante e a fonte, e a desvantagem de não poder evaporar materiais com alto ponto de fusão ou compostos. (Ohring, 1992; SILVEIRA, 1988).

## 2.2 EVAPORAÇÃO POR FEIXE DE ELÉTRONS

Outro sistema de evaporação térmica muito utilizada é a realização do aquecimento do material evaporante por meio de um feixe de elétrons. Essa técnica é amplamente empregada para evaporar materiais refratários (alto ponto de fusão), uma vez que o cadinho, no qual o material evaporante é acondicionado, é mantido sobre refrigeração e que o aquecimento do material evaporante pelo feixe fica concentrado no centro do cadinho.

A evaporação por feixe de elétrons tem como vantagem a possibilidade de realizar o crescimento do filme com altas taxas de deposição, a produção de filmes com multicamadas sem quebra de vácuo e fazer a deposição em um ambiente reativo. Esta técnica possui como desvantagem a possibilidade de ocorrer a decomposição do material evaporante, quando este for uma liga ou um composto.

## 2.3 PULVERIZAÇÃO CATÓDICA

A pulverização catódica é um processo de deposição por transferência de massa. Nesta técnica os átomos e/ou moléculas são ejetados da superfície de um material denominado “alvo” pelo seu bombardeamento com partículas energéticas provenientes da ionização de um gás inerte, por meio da aplicação de uma forte polarização aplicada entre o catodo e anodo.

Os sistemas que utilizam a técnica de pulverização catódica geralmente possuem uma pressão de deposição de  $10^{-1}$  Pa, propiciando um pequeno livre caminho médio

na câmara de deposição. Desta forma, a distância entre o alvo e o substrato também é pequena. Como o processo de ejeção de átomos e/ou moléculas do alvo não é térmico, é possível realizar a deposição de ligas e materiais com composições complexas.

A ionização do gás (plasma) pode ser realizada por meio da aplicação de uma diferença de potência constante (Fonte DC) ou fontes de tensões contínuas pulsadas entre o catodo e anodo, ambas empregadas para deposição de materiais condutores elétricos, ou por uma fonte de tensão alternada na faixa de radiofrequência (RF), normalmente utilizada para deposição de materiais isolantes elétricos.

Uma variação da técnica de pulverização catódica é a utilização de campos magnéticos constantes na região do catodo, com o intuito de aumentar a taxa de ionização do gás por meio do confinamento de elétrons nesta região. Esta técnica é chamada de pulverização catódica tipo *magnetron*, pode ser DC ou RF, e possibilita a realização de deposições com menores pressões de trabalho e, desta forma, maiores distâncias entre o alvo e o substrato são utilizadas.

### 3 A TÉCNICA DE DEPOSIÇÃO POR PULVERIZAÇÃO

#### 3.1 CONSIDERAÇÕES INICIAIS

Em 1852, Sir Willian Grove, por meio de seus estudos e experimentos verificou o evento de descarga luminescente. O experimento consistiu no confinamento de um gás em um tubo de vidro com dois eletrodos nas extremidades. Ao aplicar uma alta diferença de potencial entre os eletrodos, ocorreu o rompimento do dielétrico do gás e, conseqüentemente, sucedia a descarga luminescente (BRAUER, 2010). A ionização dos gases produzia um brilho típico (cor) que dependia do tipo de gás utilizado.

No evento, Grove verificou que os catodos sofriam uma erosão oriunda do impacto dos íons energéticos. Ele verificou, também, que os átomos e moléculas arrancados do eletrodo ficavam depositados na parede do tubo de vidro utilizado.

A aplicação industrial do processo de erosão dos eletrodos, entretanto, só ocorreu praticamente um século depois, em função da necessidade do desenvolvimento de sistemas de vácuo capazes de alcançar baixas pressões. Poucos pesquisadores, como Hittorf, na Alemanha, e Crookes, na Inglaterra, se interessaram em estudar as propriedades dos gases em baixa pressão, as quais eram obtidas utilizando bombas do tipo de pistão alcançando pressões próximas a 33 Pa. (DUSHMAN, 1966)

Com a criação das lâmpadas de filamento incandescentes, em 1879, pressões mais baixas eram requeridas para maior eficiência das lâmpadas e aumento da sua vida útil. Foram desenvolvidas, então, as bombas rotatórias com vedação a mercúrio, criada por W. Gaede em 1905, alcançando pressões abaixo de 13 Pa (DUSHMAN, 1966). Contudo, somente em 1913, através da invenção da bomba molecular por W. Gaede, é que pressões mais baixas foram alcançadas, melhorando assim o desenvolvimento da tecnologia de vácuo.

Porém um avanço mais significativo na tecnologia de vácuo ocorreu em 1915, quando W. Gaede apresentou sua bomba de difusão por vapor de mercúrio permitindo alcançar pressões inferiores a  $10^{-2}$  Pa, o que possibilitou um avanço

significativo nas técnicas de criação de dispositivos eletrônicos e principalmente na área de comunicações.

Em 1928, a Companhia Metropolitan-Vickers Eletrical descobriu que alguns derivados de petróleo com alto ponto de ebulição poderiam ser usados para substituir o mercúrio das bombas de difusão. Este fato levou, pouco tempo depois, os pesquisadores do laboratório de pesquisa da Companhia Eastman Kodak a estudarem a possibilidade de utilizar óleos sintéticos, devido às suas baixas pressões de vapor. Como consequência destes estudos, óleos sintéticos foram desenvolvidos para serem utilizados na bomba de difusão criada por W. Gaede, permitindo, desta forma, alcançar pressões inferiores a  $10^{-4}$  Pa (DUSHMAN, 1966).

Com relação à técnica de deposição por pulverização catódica, mesmo havendo um razoável conhecimento, a tecnologia de vácuo precisou se desenvolver significativamente até meados do século XX para poder ganhar popularidade. Tendo então Chapin em 1979 desenvolvido o catodo planar com aprisionamento de elétrons por campo magnético (BRAUER, 2010), esta técnica passou a ser difundida nos meios de pesquisa e industriais, devido à sua capacidade de realizar deposição de materiais refratários e compostos.

Os sistemas de deposição por pulverização catódica tiveram um grande desenvolvimento nestes últimos 40 anos possibilitando recobrimentos e produção de filmes finos, em escala nanométrica, de materiais com propriedades diversas permitindo avanços em várias áreas da ciência e da indústria (BRAUER, 2010).

### 3.2 DESCARGA LUMINESCENTE POR CORRENTE CONTÍNUA

A FIG. 3.1 apresenta o gráfico de comportamento de uma descarga luminescente. Quando uma diferença de potencial é aplicada em dois eletrodos imersos em um determinado gás, à baixa pressão, ocasionando a ruptura de sua rigidez dielétrica, forma-se uma pequena corrente elétrica devido aos íons e elétrons que são produzidos por uma variedade de processos.

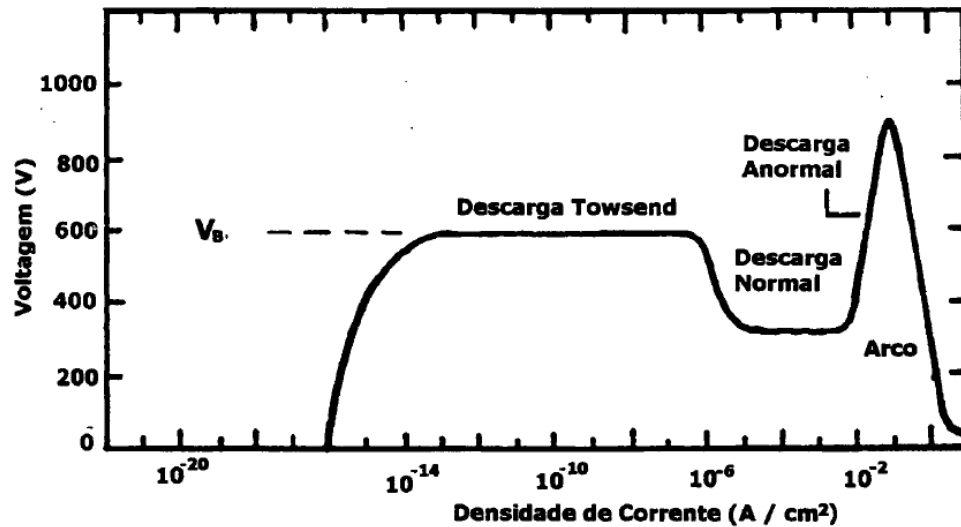


FIG 3.1 O gráfico apresenta as características de uma descarga luminescente (FONTANA, 1997)

Com o contínuo aumento da tensão, mais energia é transferida para as partículas carregadas (elétrons e íons), enquanto a corrente permanece quase constante alcançando sua saturação. Nesta etapa, ocorre o processo de avalanche, no qual as partículas carregadas passam a ter energia suficiente para produzir mais partículas carregadas por colisão com átomos do gás neutro e com os eletrodos, emitindo elétrons secundários. A corrente aumenta em várias ordens de grandeza, devido ao aumento da quantidade de partículas energéticas, enquanto a tensão permanece constante. Esta região é conhecida como descarga de Townsend.

Quando as partículas energéticas são suficientes para regenerar o processo de ionização, a descarga se torna autossustentável. Neste ponto, ocorre uma queda de tensão e o gás de trabalho torna-se luminescente na superfície do catodo. Esta região é conhecida como *descarga normal*. Na região de descarga normal, a luminescência no catodo (o bombardeamento) não é uniforme em toda a sua superfície, todavia com o aumento da potência aplicada, a luminescência passa a envolver toda a superfície do catodo, assim a tensão volta a subir e a corrente passa a saturar. Esta região é conhecida como *descarga anormal*.

Esta região, *descarga anormal*, é utilizada para sistemas de deposição por pulverização catódica, devido à vantagem de toda a área de catodo receber corrente o que proporciona uma deposição mais uniforme (Fontana, 1997).

Caso o catodo não seja refrigerado, o aumento da tensão ocasionará o aumento da corrente, elevando a temperatura do catodo, fazendo-o emitir elétrons termoiônicos, acarretando outra avalanche no processo. Neste ponto, ocorrerá uma diminuição da luminescência da descarga com uma queda de tensão abrupta, ocasionando a geração de um arco com alta corrente. Este arco deve ser evitado, porque pode danificar o catodo e os equipamentos eletrônicos do sistema.

A arquitetura de uma descarga luminescente é apresentada na FIG 3.2.

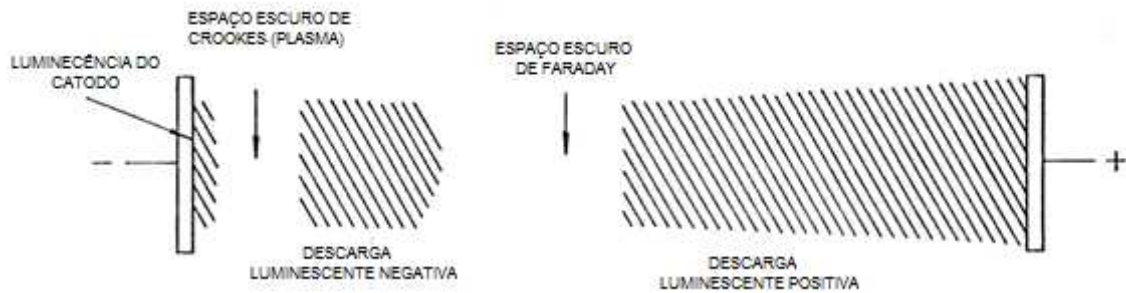


FIG 3.2 Arquitetura de uma descarga luminescente. Adaptado de (MAISSEL, 1970).

**Luminescência do catodo:** esta luminescência vem da emissão de radiação através do choque dos íons do gás residual com os átomos superficiais do catodo, onde, o processo de excitação e de relaxação de partículas é visto com mais frequência. Através desta colisão, elétrons são emitidos da superfície do catodo e, devido à sua polarização negativa, os elétrons são acelerados na direção oposta adquirindo energia cinética.

**Espaço escuro de Crookes:** é a região na qual a tensão aplicada entre os eletrodos decresce até ter o valor de tensão negativa aplicada no catodo, atraindo e acelerando os íons gerados pela ionização do gás de trabalho. Nesta região, os elétrons emitidos na superfície do catodo continuam ganhando energia cinética devido à polarização negativa do catodo, até alcançarem o potencial máximo de excitação e emitirem um brilho visível (luminescência). Nesta região, os elétrons

emitidos da superfície do catodo alcançam o potencial necessário para, através de suas colisões, ionizar o gás de trabalho.

**Descarga luminescente negativa:** nesta região, os elétrons devido às diversas colisões sofridas dentro do *espaço escuro de Crookes*, perdem sua energia cinética, gradativamente, diminuindo a luminescência até não possuírem energia suficiente para que ocorra excitação ou a ionização do gás de trabalho.

**Espaço escuro de Faraday:** nesta região, ocorre um acúmulo de elétrons com baixa energia, criando uma região com uma pequena carga negativa, extinguindo a luminescência.

**Coluna positiva:** tem como finalidade manter a condução da corrente de descarga. A diferença de potencial, nessa coluna, decresce com o aumento da densidade de corrente a uma pressão constante. Dependendo da geometria do sistema, essa coluna não se forma.

### 3.3 DESCARGA LUMINESCENTE POR RADIOFREQUÊNCIA

O emprego de radiofrequência veio para suprir uma deficiência da deposição catódica por corrente contínua. Essa deficiência era observada quando se tentava fabricar filmes de alvos de materiais com propriedades elétricas isolantes.

Era observado o acúmulo de cargas na superfície do alvo, devido ao material do alvo possuir propriedades elétricas isolantes, não neutralizando, eficientemente, os íons incidentes. Desta forma, este acúmulo de partículas energéticas, na superfície do alvo, forma uma barreira que impede e repele os íons incidentes (a corrente iônica é extinta).

Para solucionar este acúmulo de cargas na superfície do alvo, inicialmente, usou-se uma descarga de tensão alternada, com o propósito de que a carga imposta pela polarização nos eletrodos não seja fixa, alternando de forma que o alvo seja bombardeado tanto por íons quanto por elétrons. Desta forma ocorrerá a neutralização necessária.

A utilização da frequência da rede (60Hz) se mostrou ineficaz, porque o período de polarização dos eletrodos era muito menor que o tempo de fornecimento de



corrente alternada, acarretando na maior parte do tempo a descarga de polaridade nula. Por esta razão, existe a necessidade de utilização de frequências acima de 1MHz, pois desta forma, pode-se sustentar a corrente iônica (CHAPMAN, 1980).

A escolha da frequência de operação para sistemas que se utilizam de fontes de radiofrequência é definida pelo Estados Unidos como a frequência de 13,56 MHz.

### 3.4 FENÔMENO DE PULVERIZAÇÃO CATÓDICA

O fenômeno de pulverização catódica ocorre pela ejeção de átomos ou moléculas da superfície do alvo oriundos da colisão dos íons formados no processo de ionização do gás.

A FIG 3.3 ilustra os eventos que podem ocorrer durante o processo de bombardeamento dos íons na superfície do alvo.

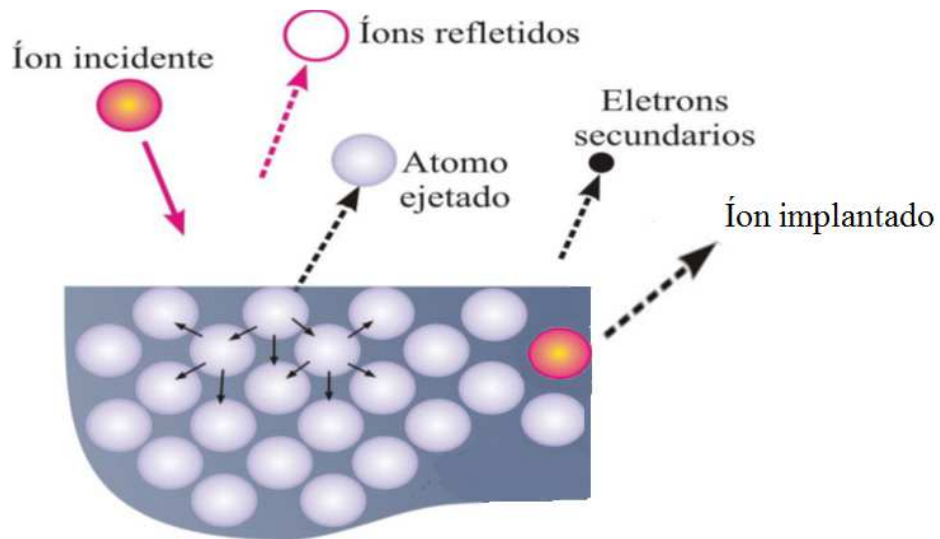


FIG 3.3 A figura apresenta as interações entre o íon incidente e a superfície do alvo (CADILLO, 2007)

Quando um íon com alta energia colide com a superfície de um alvo os seguintes eventos podem ocorrer:

- O íon pode ser refletido, podendo ser neutralizado no processo;
- O impacto do íon contra os átomos na superfície do alvo pode ejetar átomos ou moléculas dessa superfície. Este fenômeno é conhecido como *sputtering*;

- O impacto do íon com o alvo pode ejetar elétrons secundários do alvo, mantendo a ionização do gás;
- Há um aumento de temperatura devido aos impactos das partículas com a superfície;
- O íon pode ser implantado dentro, no alvo.

### 3.5 MÉTODOS DE DEPOSIÇÃO PELA TÉCNICA DE PULVERIZAÇÃO CATÓDICA

#### 3.5.1 PULVERIZAÇÃO CATÓDICA COM FONTE TIPO DIODO

O sistema de deposição por pulverização catódica com fonte tipo diodo é considerado a configuração mais simples. Dentro de uma câmara com atmosfera rarefeita de um gás inerte está o material alvo a ser depositado, fixado ao eletrodo com potencial negativo do circuito elétrico do sistema (catodo). O substrato fica posicionado junto ao anodo. Por esta razão que o processo é chamado de pulverização catódica.

Ao aplicar uma tensão nos eletrodos, forma-se um campo elétrico acelerando os elétrons livres, que ao colidirem com os átomos do gás inerte ioniza-os. A polarização do catodo atrai os íons que bombardeiam a superfície do alvo. O bombardeio dos íons na superfície do alvo pode ejetar átomos ou moléculas do alvo que irão se depositar no substrato.

Uma representação da configuração deste sistema é ilustrada na FIG. 3.4.

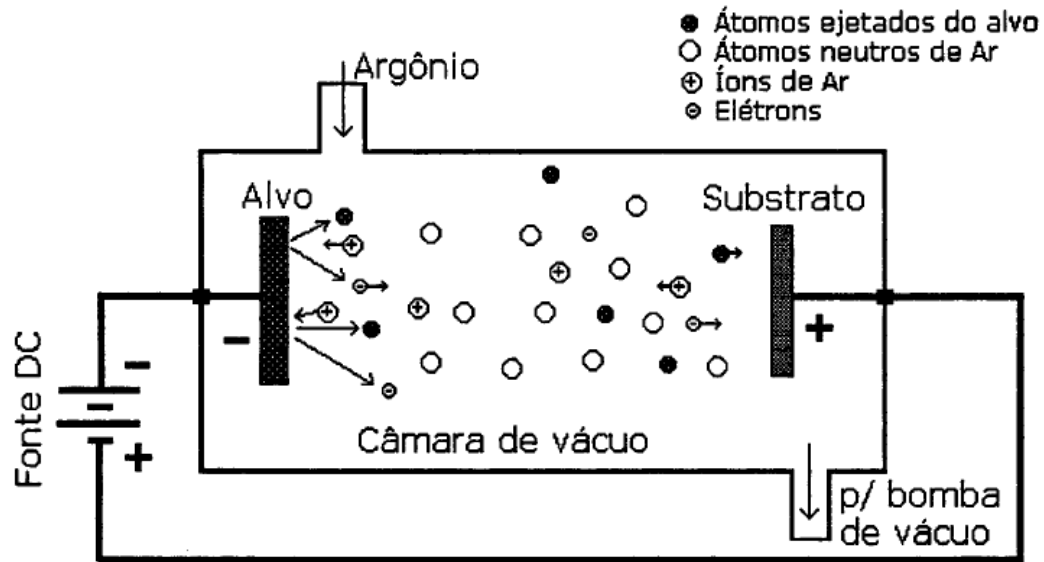


FIG 3.4 É apresentada a configuração de um sistema de deposição por pulverização catódica convencional (FONTANA, 1997)

Como a pressão não é suficientemente baixa, a taxa de deposição depende do fluxo de íons (bombardeamento do alvo), onde a descarga gasosa é mantida pela ionização do gás. Sendo assim, a densidade de gás ionizado depende da densidade de gás na câmara. Entretanto, a injeção de grandes quantidades de gás no sistema prejudica o percurso das partículas ejetadas do alvo em direção ao substrato, diminuindo drasticamente a taxa de deposição do material. Isso acontece porque quanto maior a densidade gasosa maior será o número de colisão entre as moléculas no sistema (SILVEIRA, 1988).

Devido à utilização de altas tensões para a ionização do gás de trabalho, uma corrente iônica, de levada densidade de partículas muito energéticas, bombardeia o alvo. Em função deste alto bombardeamento de partículas, parte desta energia é transformada em calor, gerando temperaturas consideráveis capazes de danificar o conjunto catodo/alvo. Com isso, há a necessidade de utilização de sistemas de refrigeração no catodo.

### 3.5.2 PULVERIZAÇÃO CATÓDICA ASSISTIDA POR CAMPOS MAGNÉTICOS

Através da utilização de ímãs postos atrás do alvo, com a finalidade de aprisionar os elétrons próximos à superfície do alvo, pode-se aumentar a taxa de ionização do gás, aumentando a taxa de partículas ejetadas do alvo.

A interação deste campo magnético com o campo elétrico formado entre os eletrodos, força os elétrons aprisionados a realizarem trajetórias helicoidais em torno das linhas de campo magnético, desta forma, aumentando a chance de colisão dos elétrons com moléculas gasosas. A FIG 3.5 mostra um exemplo da trajetória dos elétrons em torno das linhas do campo magnético.

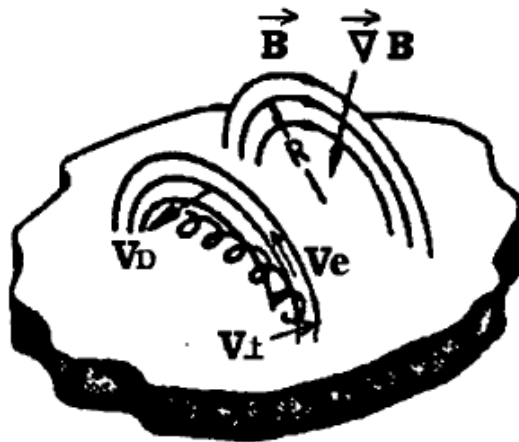


FIG 3.5 A figura apresenta a trajetória dos elétrons aprisionados pelas linhas do campo magnético constante gerado por ímãs (Fontana, 1997)

Devido à utilização dos ímãs para o confinamento dos elétrons próximos à superfície do alvo ocorre uma diminuição das perdas dos elétrons para paredes da câmara por recombinação. A FIG 3.6 ilustra uma configuração possível para o sistema de deposição por pulverização catódica assistida por campos magnéticos.

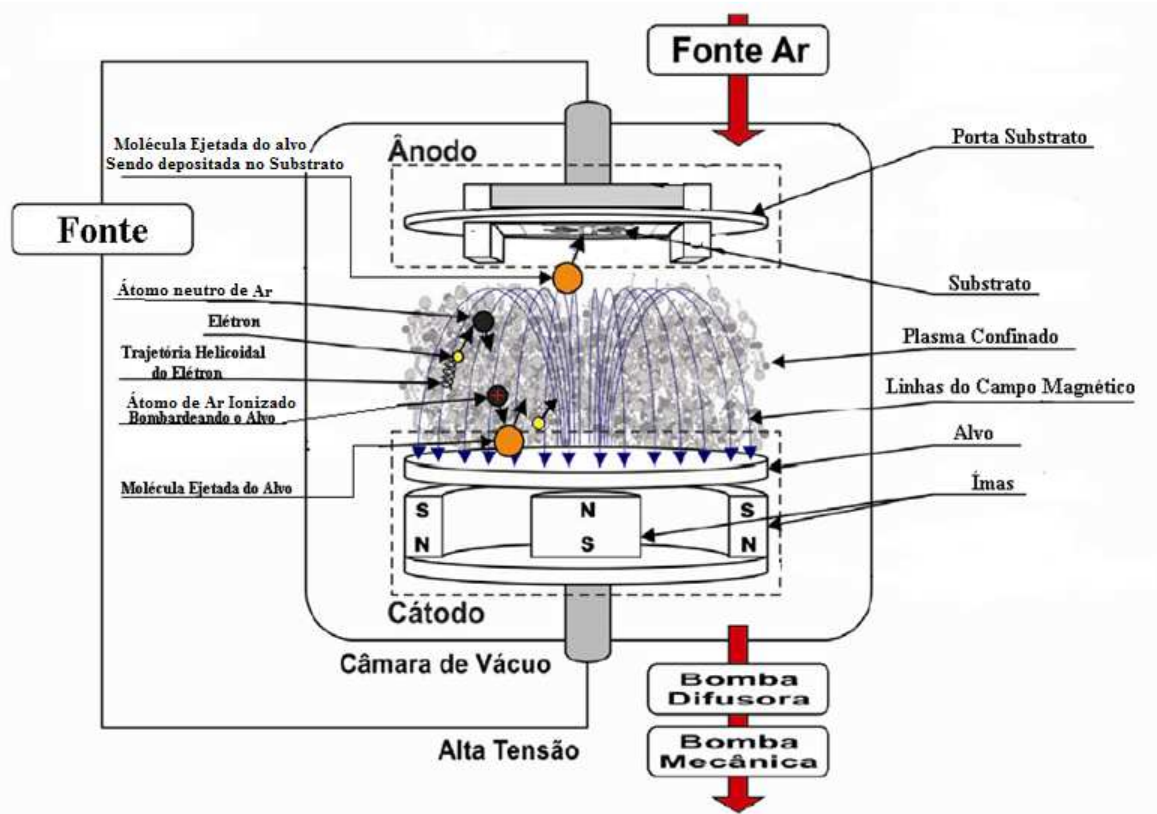


FIG 3.6 Figura ilustrativa de um sistema de deposição por pulverização catódica com campo magnético. Adaptado de (SANTOS, 2010)

### 3.5.3 PULVERIZAÇÃO CATÓDICA COM FONTE DE RADIOFREQUÊNCIA

A utilização de alvos com propriedades elétricas isolantes, nos sistemas de deposição por pulverização catódica, com fonte de tensão contínua, mostrou-se ineficaz para deposição de filmes finos destes materiais. Devido ao acúmulo de íons positivos, que ocorre na superfície do alvo com propriedades elétricas isolantes, uma barreira com carga positiva é formada, prevenindo qualquer bombardeamento na superfície do alvo. Este acúmulo de íons positivos ocorre, porque alvos com propriedades elétricas isolantes não produzem elétrons secundários, de forma eficiente, em comparação a alvos com propriedades elétricas condutoras, neutralizando estes íons positivos.

Outro fator existente é a utilização de fontes de radiofrequência, que veio para eliminar o problema de acúmulo de carga na superfície dos alvos com propriedades

isolantes, permitindo que a superfície do alvo seja bombardeada tanto por íons positivos quanto por elétrons.

Ainda convém lembrar que, na utilização da radiofrequência (acima de 50 kHz), a pressão mínima de operação da descarga em um sistema passa a reduzir gradualmente com o aumento da frequência, e que, os elétrons dentro de um campo de radiofrequência adquirem energia suficiente para ionização dos átomos do gás neutro através da interação com o campo gerado.

Desta forma, a necessidade que se possuía de utilizar de alta tensão para a produção de elétrons secundários, para manter a descarga, não é mais necessária em sistemas de deposição por pulverização catódica que utilizam as fontes de radiofrequência.

## 4 CONSTRUÇÃO DO SISTEMA DE DEPOSIÇÃO POR PULVERIZAÇÃO CATÓDICA

Tendo como um dos objetivos deste trabalho a construção de um sistema de deposição de filmes finos pela técnica de pulverização catódica por radiofrequência assistida com campo magnético constante, este capítulo descreve os detalhes da concepção e do desenvolvimento do projeto, assim como a construção do equipamento nas dependências do IME.

### 4.1 CONSTRUÇÃO DO SISTEMA

Foi disponibilizado para a construção do sistema de deposição por pulverização catódica uma campânula cilíndrica de aço inoxidável, um sistema de geração de radiofrequência (fonte e casador de impedância) e um catodo para pulverização dos alvos, que já haviam sido utilizados anteriormente em um sistema de deposição e se encontravam guardados nas dependências do LFF. Foi realizada, também a repotencialização de um sistema de vácuo constituído por uma bomba mecânica do tipo scroll de vácuo primário, uma bomba turbomolecular de duplo estágio para obtenção de alto vácuo.

Todavia, o sistema eletrônico de controle da bomba turbomolecular apresentou defeitos e uma mudança de projeto se fez necessária. Passou-se, então, para a utilização de uma bomba de difusão com armadilha criogênica para evacuação da campânula.

Esta mudança não só impactou no planejamento de construção, mas também na forma de operação final do sistema de deposição por pulverização catódica, já que a utilização da bomba de difusão obrigou a utilização de um conjunto de válvulas de operação manual.

Torna-se importante ressaltar que todas as peças de aço inoxidável planejadas para a construção do sistema de deposição, havendo a preferência pelo aço inoxidável austenítico (famílias normativas: 301, 304, 304L, 306 e 306L), por ser uma

família de aço inoxidável que possui uma porcentagem de cromo entre 16% a 20% e de 10% a 14% de níquel em sua composição, e ainda tem um baixo teor de carbono (0,03% a 0,08%). A estrutura austenítica apresenta propriedades não-magnéticas, boa ductilidade e excelente soldabilidade, enquanto a adição de níquel e cromo em sua composição fornecem uma alta resistência à corrosão ao ambiente e o baixo teor de carbono evita a precipitação de carbonetos e corrosão intergranular (ARCELOR MITTAL, acessado em 7 de Abril de 2017).

Com a realização destas adaptações no projeto do sistema de deposição por pulverização catódica a construção é descrita, por partes, a seguir.

#### 4.1.1 CONSTRUÇÃO DO GABINETE

Na concepção do projeto, o gabinete foi dimensionado para alojar em seu interior todos os equipamentos necessários (sistema de vácuo, sistema elétrico, equipamentos de instrumentação, etc.) e a câmara de deposição.

Com a definição física do gabinete, cantoneiras de aço foram adquiridas para a sua construção. As dimensões das cantoneiras do gabinete foram 85 cm de largura por 50 cm de profundidade por 95 cm de altura, como é apresentado na FIG 4.1. O gabinete foi montado de tal forma que possibilite a realização de futuras modificações em suas dimensões.

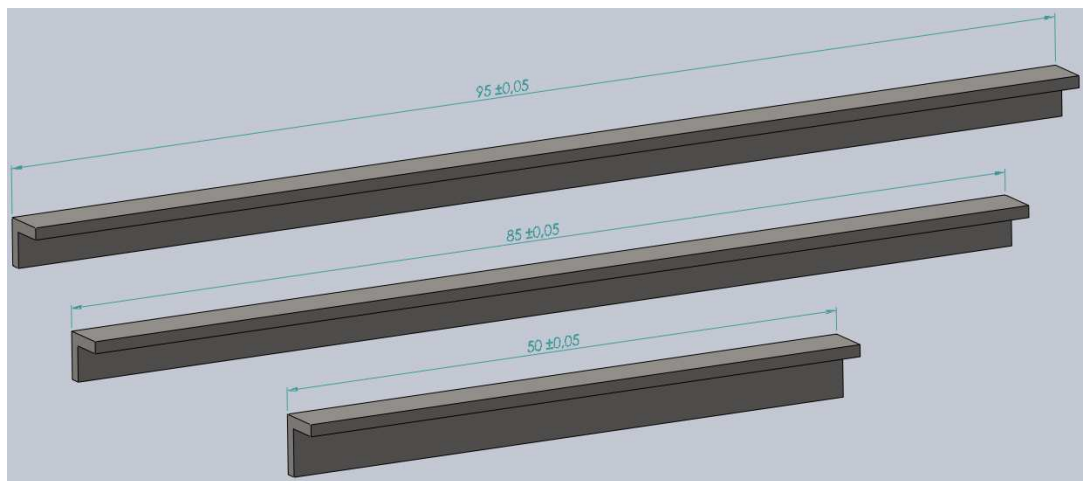


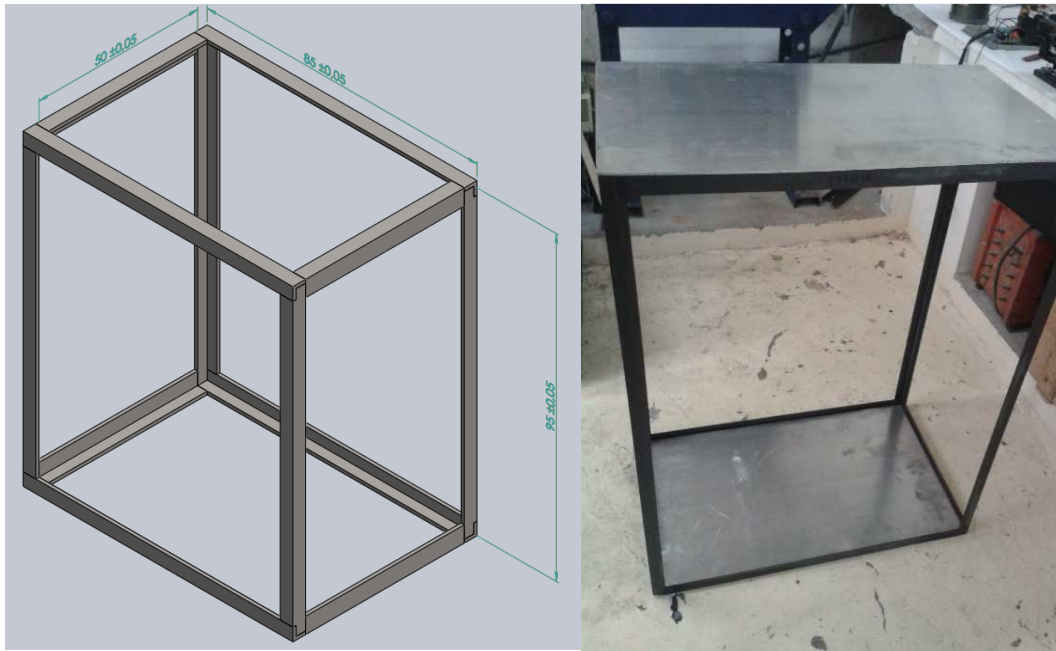
FIG 4.1 A figura apresenta as dimensões das cantoneiras de aço utilizadas para construção do gabinete do sistema de deposição.



As cantoneiras de aço, após cortadas, foram soldadas dando forma ao gabinete. Para melhor acabamento do gabinete, foi utilizada uma massa adesiva plástica antes da aplicação da pintura. A parte superior e o fundo do gabinete são constituídos por placas de alumínio aparafusadas ao gabinete. A FIG. 4.2 (a) apresenta o gabinete construído com as dimensões apresentadas e a FIG 4.2 (b) mostra o gabinete onde foi fixado uma placa superior para fixação da placa de apoio para câmara de deposição e uma placa inferior para sustentação do restante do sistema.

#### 4.1.2 CAMPÂNULA E PLACA BASE DO SISTEMA DE DEPOSIÇÃO (BASE PLATE)

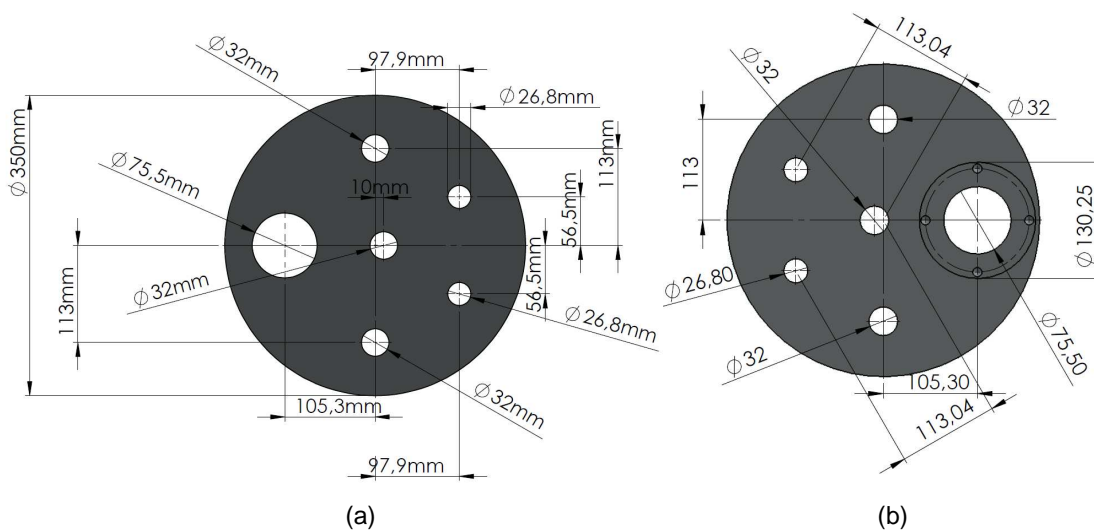
Para a fabricação da base plate foi adquirido uma peça de aço inoxidável 306L com dimensões próximas das desejadas. O projeto do desenho da base plate foi dimensionado no SolidWorks® como é mostrado na FIG 4.3. As suas vistas (a) superior e (b) inferior, tendo em sua constituição seis orifícios: dois com 26,8 mm de diâmetro para instalação dos conectores de alimentação elétrica do obturador (*shutter*), medidor de taxa de deposição; três com 32 mm de diâmetro para a instalação do catodo para alvos de 3 polegadas de diâmetro e dois sobressalentes, e um orifício maior com 75,5 mm para instalação do sistema de vácuo. A usinagem e polimento da base plate foi realizado com ajuda do Arsenal de Guerra do Rio de Janeiro (AGR) e a sua versão final é mostrada na FIG 4.4 (a). As dimensões da campânula cilíndrica de aço inoxidável 306L (FIG 4.4 (b)) possuem 30 cm de diâmetro e 30 cm de altura possuindo três flanges (duas do tipo KF40 e uma KF25) e para a vedação superior da campânula é utilizado uma tampa de aço inoxidável.



(a)

(b)

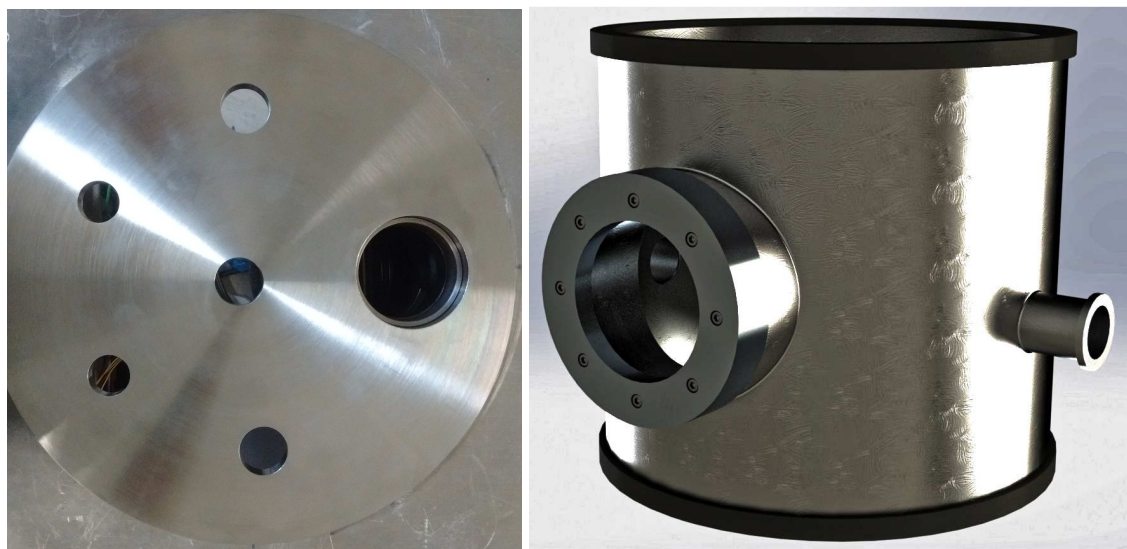
FIG 4.2 Apresentação do gabinete construído: (a) Diagrama com as dimensões do gabinete já montado e (b) fotografia apresenta uma vista do gabinete construído com as placas de alumínio fixadas servindo de base superior e base inferior.



(a)

(b)

FIG 4.3 Diagrama esquemático do projeto do base plate apresentando suas dimensões: (a) vista superior e (b) vista inferior.



(a)

(b)

FIG 4.4 (a) Fotografia mostrando o base plate após a usinagem e furações; (b) é apresentado a câmara em aço inoxidável utilizada como câmara de deposição com os anéis de vedações.

#### 4.1.3 SISTEMA ELÉTRICO

O circuito elétrico foi projetado e construído visando a independência dos equipamentos eletrônicos integrantes do sistema de deposição. Desta forma, o circuito possibilita a opção de realizar testes individuais em cada parte do sistema elétrico, tanto com as bombas de vácuo como com os equipamentos de instrumentação do sistema.

Um disjuntor trifásico de 25 A foi utilizado como chave geral do sistema que alimenta um contator magnético trifásico com relé térmico acoplado, de forma que o contator alimenta dois relés auxiliares, os quais estão conectados aos interruptores das bombas de vácuo (scroll e difusora). O sistema de radiofrequência e os equipamentos de instrumentação também são alimentados por este contator. Para conectar o circuito elétrico aos equipamentos, oito tomadas com capacidade de 20 A foram instaladas. A FIG 4.5 apresenta o diagrama esquemático do circuito elétrico construído, enquanto a FIG 4.6 mostra a fotografia do circuito elétrico construído.

O contator é um dispositivo de manobra podendo estabelecer, conduzir e interromper correntes elétricas realizando o controle de cargas elevadas em um

circuito de potência. A corrente máxima que foi configurada no contator é de 18 A por fase.

O relé térmico tem como finalidade a proteção de anomalias como sobrecarga de corrente, o que acarreta o sobreaquecimento do sistema elétrico. O relé auxiliar tem a função de comutação entre dois circuitos, além de proteger conectores e chaves que geralmente podem sofrer danos ao trabalhar com correntes elevadas. Todo o circuito elétrico é aterrado junto ao gabinete impedindo que os operadores sofram uma descarga de corrente.

Desta forma, foi realizado o levantamento das cargas totais do sistema para o dimensionamento dos condutores elétricos e a separação das fases para alimentação dos equipamentos. A TAB 4.1 apresenta o quadro de cargas para o sistema construído.

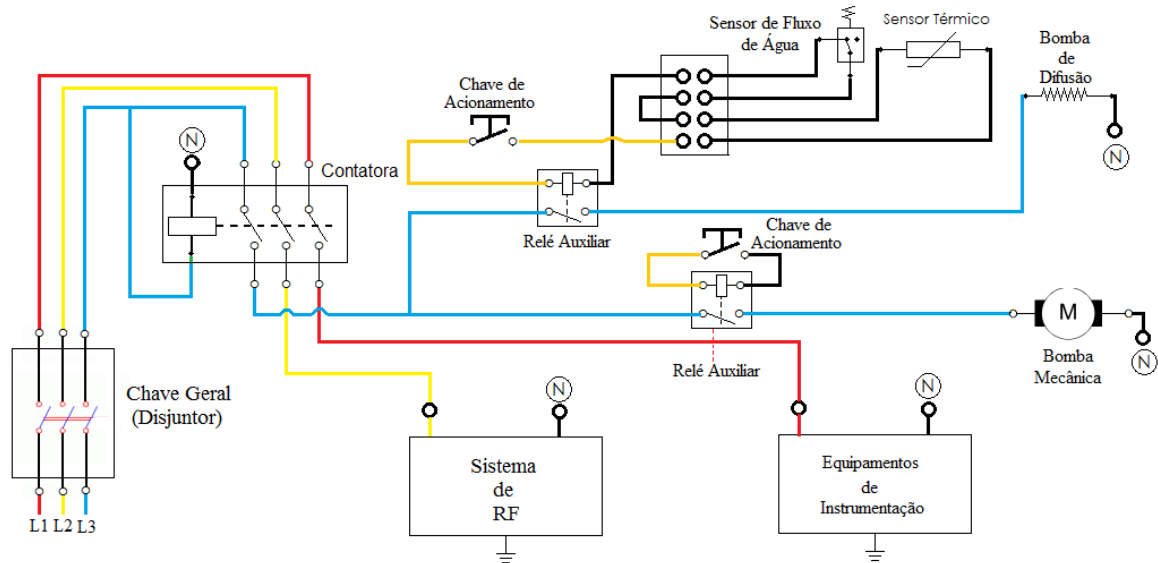


FIG 4.5 Diagrama esquemático do circuito elétrico para o sistema de deposição construído.

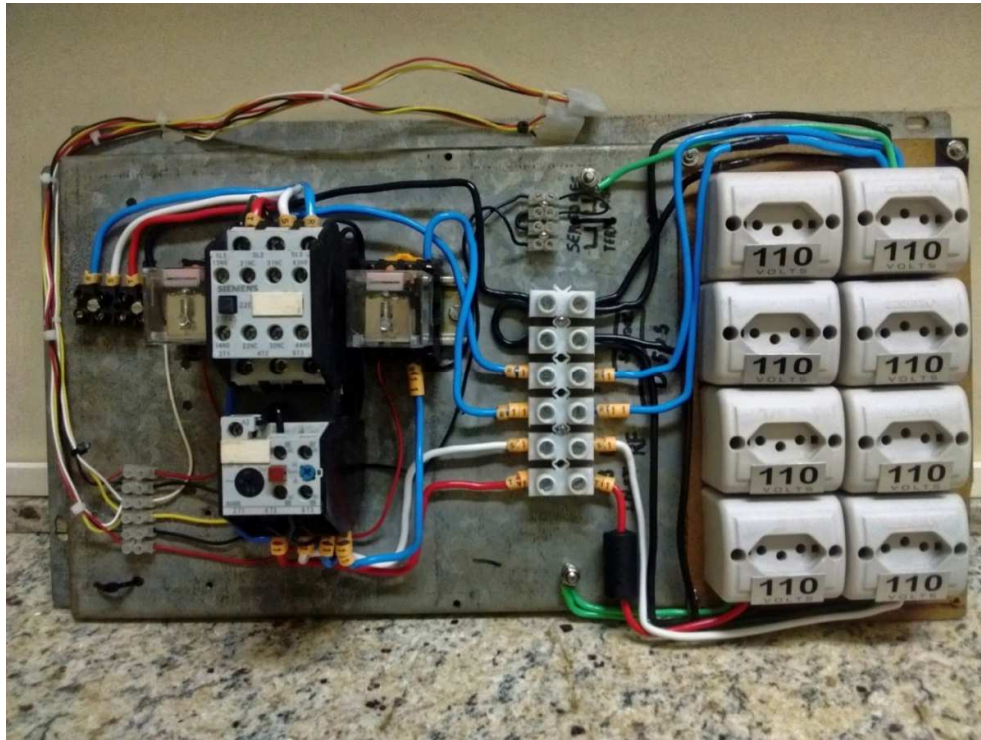


FIG 4.6 Fotografia do circuito elétrico construído para acionamento dos diversos sistemas constituintes do sistema de deposição construído.

TAB 4.1 Quadro de cargas do circuito elétrico do sistema de deposição.

Nº DO CIRCUITO	FIO MM <sup>2</sup>	QUANTIDADE DE TOMADAS	COR DAS TOMADAS FIGURA (FIG 4.6)	TENSÃO DE SAÍDA NAS TOMADAS (V)	CORRENTE MÁXIMA PARA CADA CIRCUITO (A)	POTÊNCIA MÁXIMA POR CIRCUITO (W)	CORRENTE UTILIZADA (A)	FASE		
								R	S	T
R1	4	1	Azul	127	14	1778	6	x		
R11	4	1	Vermelho	127	14	1778	6	x		
S1	4	2	Verde	127	14	3556	xx		x	
T1	4	4	Preto	127	7	3556	xx			x
RT1	4	1	-----	220	20	4400	5	x		x

Conforme a nomenclatura de cores apresentada na TAB 4.1, a FIG 4.7 mostra a identificação das conexões de ligação para cada circuito.

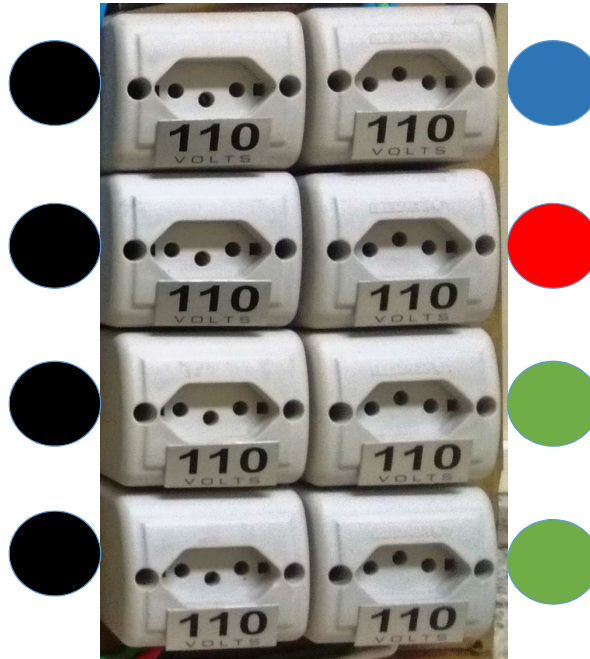


FIG 4.7 Representação das conexões de ligação (tomadas) do circuito elétrico em função das cores utilizadas para identificação no quadro de cargas (TAB 4.1).

Descrição dos equipamentos ligados em cada circuito de tomadas:

- Circuito R1 (azul): bomba mecânica;
- Circuito R11 (vermelho): bomba de difusão;
- Circuito S1 (verde): sistema de radiofrequência;
- Circuito T1 (preto): equipamentos de instrumentação e diversos;
- Circuito RT1: obturador.

Para o circuito RT1, por possuir uma tensão de trabalho maior e por precaução, a conexão foi posta fora do painel do circuito elétrico do sistema de deposição construído. A FIG 4.8 apresenta a conexão do circuito RT1.





FIG 4.8 Fotografia da conexão de ligação do circuito elétrico utilizando duas fases de tensão (R e T) instalado fora do circuito elétrico.

#### 4.1.4 SISTEMA DE VÁCUO

O sistema de vácuo é composto por uma bomba mecânica seca do tipo scroll, uma bomba de difusão com uma armadilha criogênica, uma válvula que possibilita o controle da condutância do bombeamento durante a deposição e um conjunto de válvulas para controle de etapas de bombeamento no sistema.

Para realizar o bombeamento de vácuo primário a bomba tipo scroll utilizada é fabricada pela Edwards Vacuum, modelo XDS-10, com pressão base de  $6 \times 10^{-1}$  Pa (FIG 4.9). As bombas do tipo scroll possuem o princípio de funcionamento com duas espirais, uma fixa e uma em órbita, onde a espiral em órbita se desloca por dentro da espiral fixa, criando uma compressão (movimento de transporte), empurrando o gás e vapores da periferia da espiral em direção à saída central de ejeção. Este processo é uma compressão totalmente a seco, ou seja, a câmara de compressão é selada hermeticamente de todas as formas, impedindo sua contaminação por lubrificantes

dos rolamentos e/ou mancais, além de evitar a contaminação do gás bombeado proveniente da atmosfera fora da bomba.

O esquema mostrado na FIG 4.10 apresenta o princípio de funcionamento de uma bomba de difusão para obtenção de alto vácuo. Basicamente é uma unidade cilíndrica tendo a sua parte inferior aquecida para vaporizar um fluido. O fluido utilizado, geralmente, é um óleo de silicone que é vaporizado e ascende por um sistema de “chaminé”, o qual é expelido em jatos de pressão descendentes. A velocidade do jato é acima da velocidade do som (UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO, Curso de tecnologia de vácuo: Bombas, acessado em 08 /05/ 2017), entre os bocais da “chaminé”, que empurra as moléculas de gás e vapores presentes no sistema, transportando-as até uma posição mais baixa, dentro da bomba de difusão. Quando o jato do óleo descendente pressurizado atinge a parede refrigerada da bomba de difusão, ele se volta para a parte inferior da bomba de difusão, onde será de novo vaporizado. Como os gases e vapores são transportados e comprimidos na parte inferior da bomba de difusão, eles são capturados pela bomba auxiliar (scroll) sendo assim retirados para fora do corpo da bomba de difusão.



FIG 4.9 Foto da bomba mecânica seca do tipo scroll modelo XDS-10 e fabricada pela Edwards Vacuum utilizada no sistema de deposição.



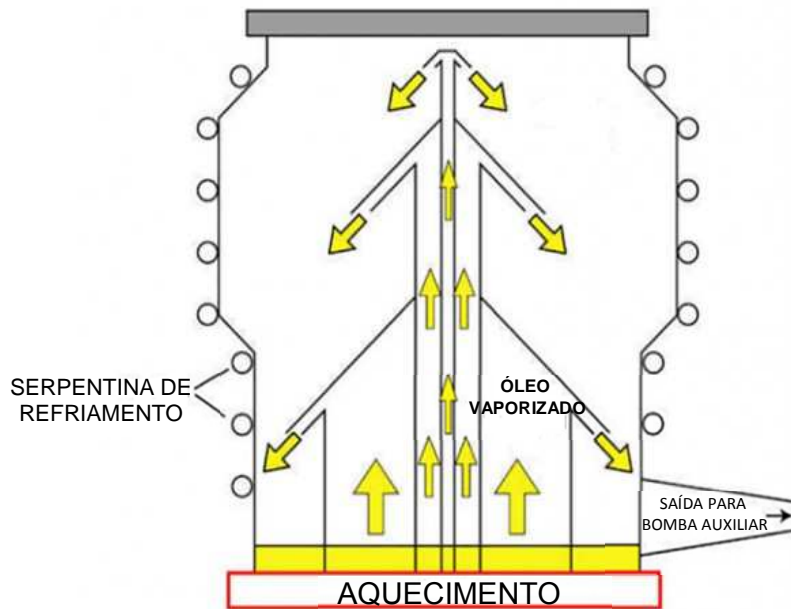


FIG 4.10 Figura esquemática apresentando o funcionamento de uma bomba de difusão.  
Disponível em: <http://diffusionpumpoil.com/pt-br/diffusion-pump-working-principle/>. Acessado em :08/01/2017.

A bomba de difusão utilizada tem um diâmetro de aproximadamente 10 cm (4 polegadas) com uma altura de 23 cm possuindo uma serpentina de ¼ de polegada para refrigeração de seu corpo. A velocidade teórica de bombeamento do fluxo de vapor na entrada da bomba de difusão pode ser estimada por meio da seguinte equação (MOUTINHO, 1980):

$$S = 11,67 \pi r^2 \quad \text{EQ. 4.0}$$

onde S é a velocidade de bombeamento ( $\text{l.s}^{-1}$ ) e r é o raio da entrada da bomba de difusão (cm).

Portanto, por meio da EQ. 4.0 obtemos um valor aproximado para a velocidade de bombeamento na entrada da bomba de difusão  $S= 916 \text{ l.s}^{-1}$ .

A FIG 4.11 (a) apresenta uma fotografia da bomba de difusão enquanto a FIG 4.11 (b) mostra as partes integrantes do interior da bomba. Com esta apresentação dos componentes constituintes da bomba de difusão, pode-se afirmar que sua

manutenção é simples, de fácil construção e a reposição de peças são fáceis de se produzir e/ou se conseguir no mercado nacional.

A bomba de difusão utilizada, originalmente, trabalha com uma fonte de aquecimento (resistência) com uma potência de 600 Watts para uma tensão nominal de 100 Volts. Entretanto, como a tensão entregue pelas concessionárias brasileiras é de 127 Volts, uma nova fonte de aquecimento, apresentada na FIG 4.12, foi dimensionada e comprada no mercado nacional para trabalhar na tensão de 127 Volts.

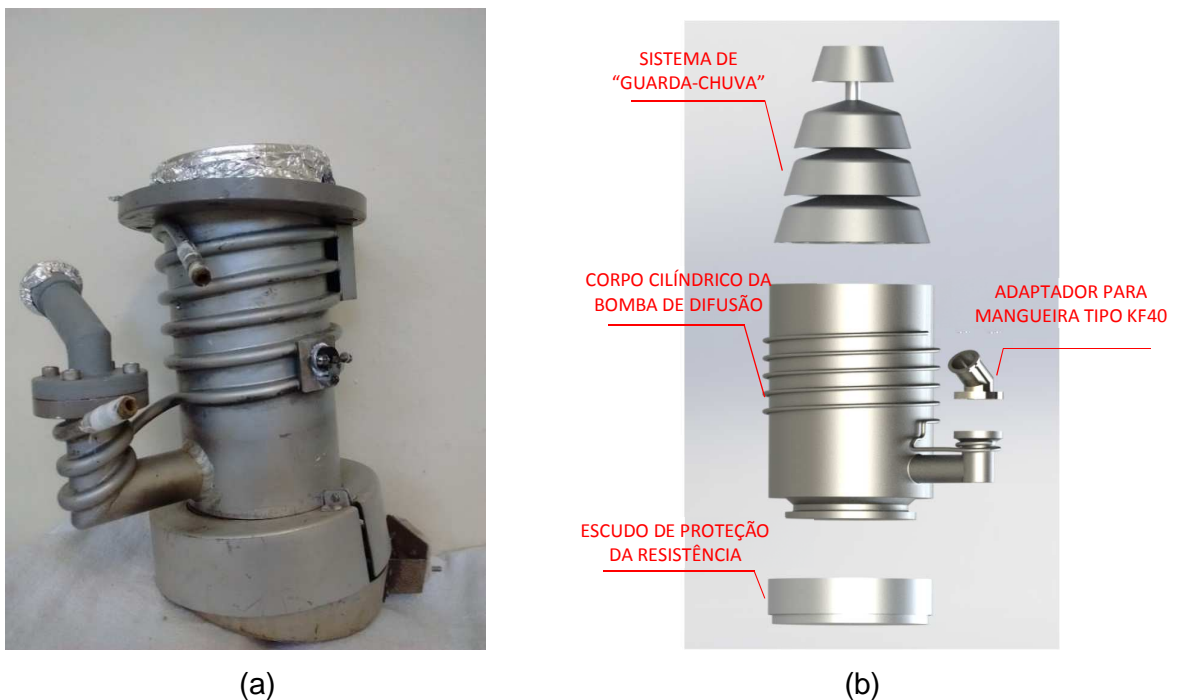


FIG 4.11:: (a) Fotografia mostrando a bomba de difusão utilizada no sistema de deposição; (b) representação esquemática da vista explodida dos componentes da bomba de difusão.

Conectado à entrada da bomba de difusão temos a armadilha criogênica, cuja principal função é impedir que o fluxo de vapor de óleo proveniente da bomba difusora passe para o sistema de deposição. A armadilha criogênica é um corpo cilíndrico constituída por duas partes. A parte inferior do corpo cilíndrico possui um trocador de calor refrigerado a água (algumas vezes pode ser apenas um defletor), apresentado na FIG 4.13 (a), que está conectado à serpentina de refrigeração da bomba de difusão, que retém parte do fluxo de vapor de óleo proveniente da bomba de difusão

(backstreaming). Tanto a utilização de um trocador de calor ou defletor prejudica a capacidade de bombeamento original reduzindo-a de 30 a 50% (MOUTINHO, 1980).

Na FIG 4.13 (b) é apresentada a parte superior da armadilha criogênica, na qual o recipiente criogênico se encontra conectado, com um volume aproximado de 3 litros e possuindo aletas para impedir o caminho óptico do vapor de óleo. Com a FIG 4.14 podemos ver a armadilha criogênica na vista explodida.

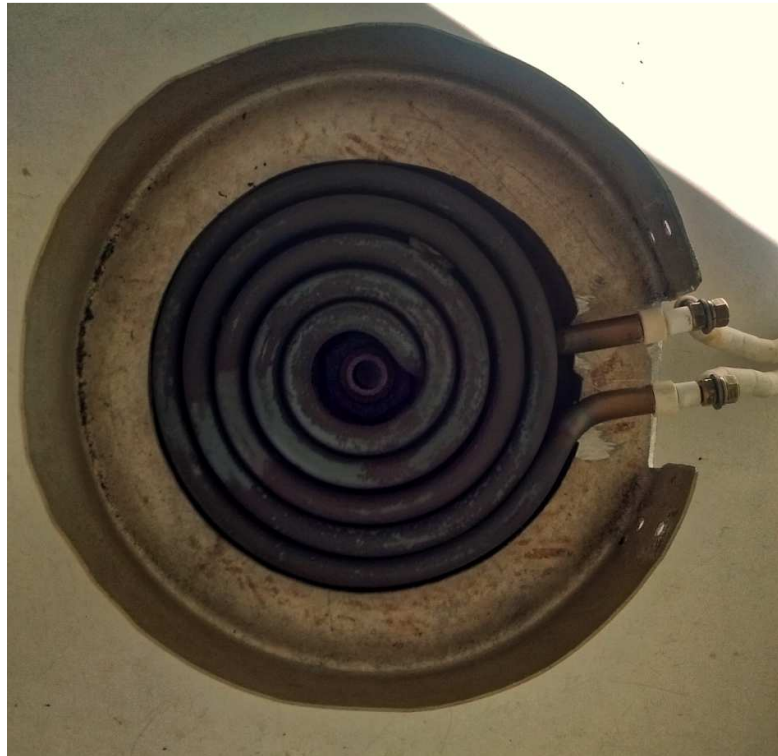


FIG 4.12 Fotografia da nova resistência comprada para a utilização no sistema de aquecimento da bomba de difusão.

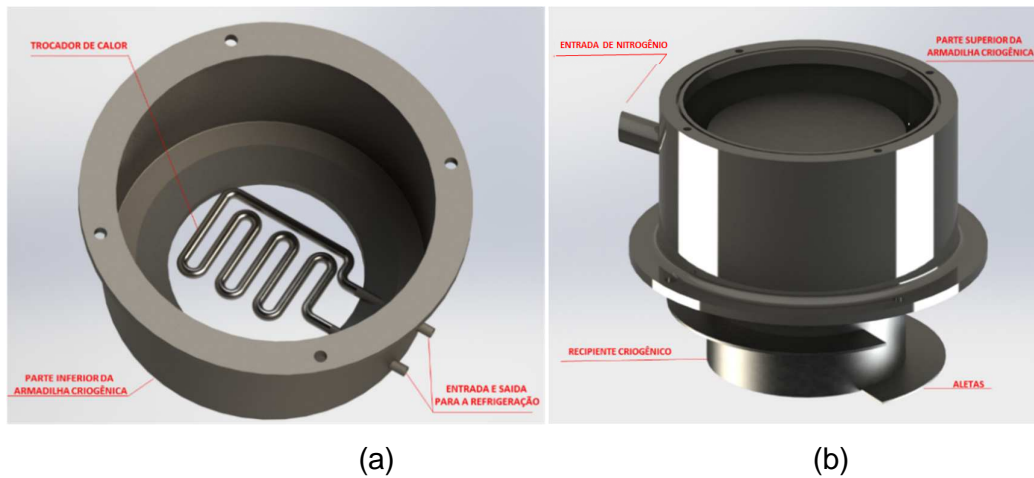


FIG 4.13 Representação esquemática da armadilha criogênica: (a) parte inferior com o trocador de calor; (b) parte superior onde o recipiente criogênico se encontra.

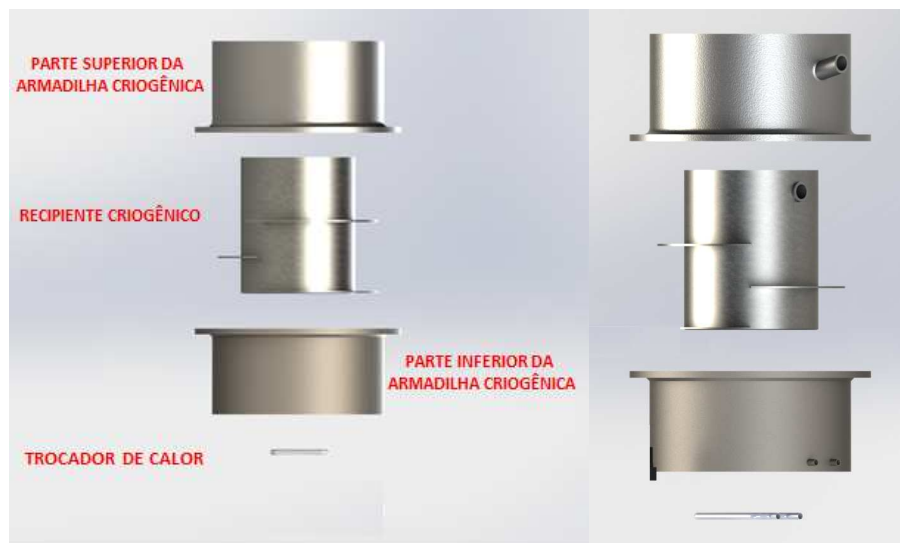


FIG 4.14 Representação esquemática mostrando os componentes em vista explodida da armadilha criogênica.

Para controle das etapas de bombeamento do sistema de vácuo foi potencializado um conjunto de válvulas de acionamento manual existente no equipamento. Para controle da condutância do bombeamento no momento da deposição, como é mostrado na FIG 4.15, foi adaptada uma válvula do tipo borboleta. Esta válvula também tem a função de selar a bomba de difusão e isolá-la do sistema de deposição. Como as conexões das mangueiras originais do conjunto de válvulas

não permitiam a utilização de dutos de aço inoxidável com conexão padrão tipo KF 40, houve a necessidade de adaptação destes componentes para as conexões desejadas.

Posteriormente, foi necessário realizar o recobrimento das válvulas com um filme de níquel, pois algumas regiões de sua superfície foram expostas, após as usinagens e soldas realizadas. A FIG 4.16 apresenta o conjunto de válvulas após o tratamento superficial de galvanização.

Este conjunto possui uma válvula independente (mostrado na FIG 4.17 (a)) com a função de admissão de ar para quebra do vácuo do sistema, que é conectada na haste lateral do conjunto, onde foram adaptadas as conexões de mangueiras tipo KF 40.

Em função dos eixos originais do conjunto de válvulas não possuírem o comprimento adequado, devido às dimensões do gabinete construído, tornou-se necessária a usinagem de três alongadores, como mostrado na FIG 4.17 (b), para que os manípulos ficassem na posição desejada.

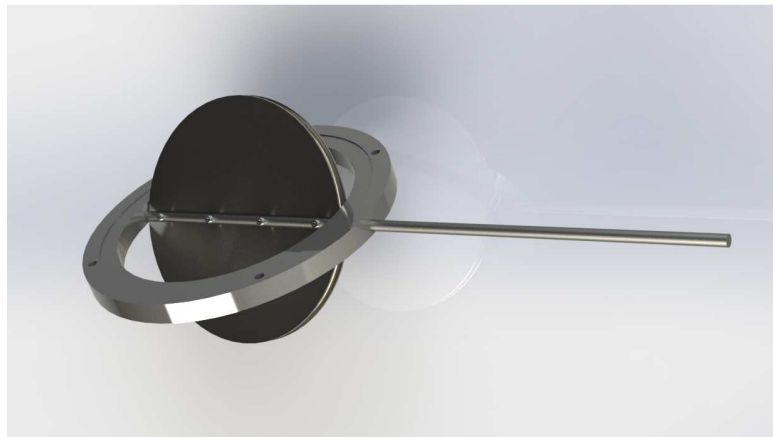


FIG 4.15 Imagem da válvula do tipo borboleta para selagem da bomba de difusão e de controle da condutância durante as deposições.



FIG 4.16 Conjunto de válvulas utilizado para controle das etapas de bombeamento do sistema de vácuo.

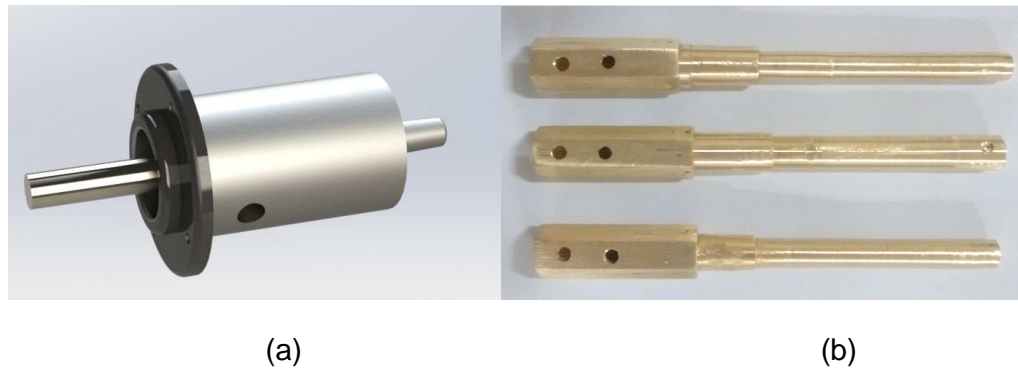


FIG 4.17 (a) válvula independente para admissão de ar (quebra de vácuo); (b) alongadores construídos para os eixos do conjunto de válvulas e da válvula do tipo borboleta.

#### 4.1.5 SISTEMA DE REFRIGERAÇÃO

O LFF - IME possui dois sistemas de refrigeração para seus equipamentos: uma torre de refrigeração com capacidade de suprir a carga térmica proveniente de seus equipamentos, inclusive do novo sistema de deposição proposto, e outro por meio de

um chiller refrigerado a ar, que é conectado à linha de refrigeração quando necessário.

Para acoplar o novo equipamento de deposição fabricado aos sistemas de refrigeração existentes, conectores de engate rápido foram instalados proporcionando rapidez e facilidade de manutenção e movimentação. Também foi instalado, na linha de refrigeração do sistema de deposição, um sensor de fluxo para fornecer maior proteção e segurança.

A FIG.4.18 apresenta a instalação das conexões de engate rápido e o sensor de fluxo para o acoplamento ao sistema de refrigeração do LFF - IME.

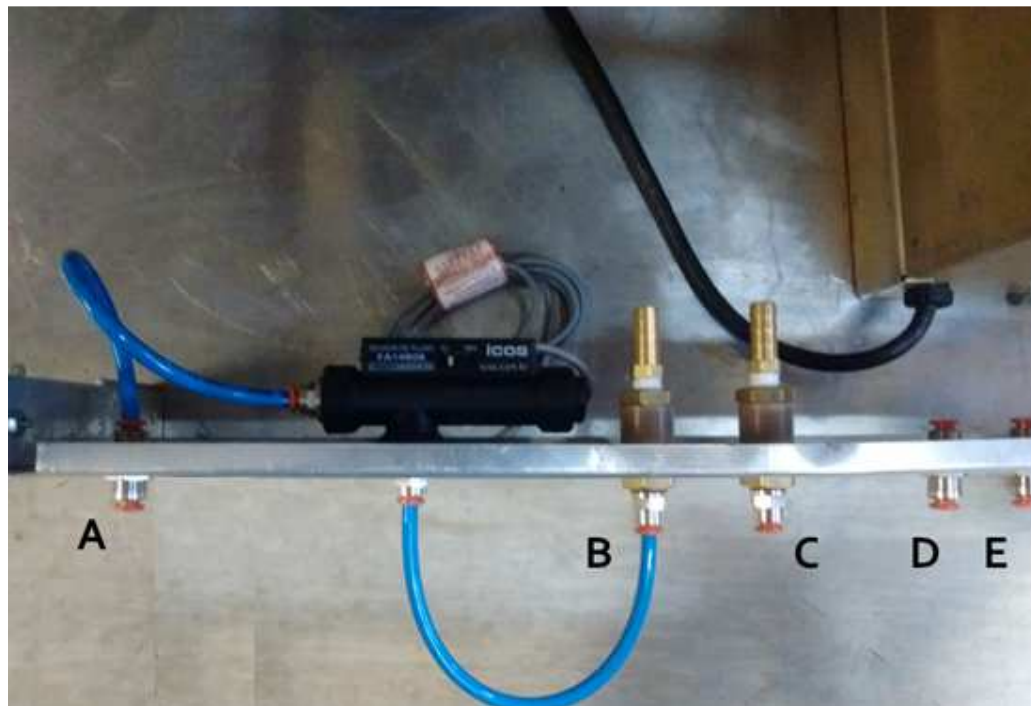


FIG 4.18 Foto mostrando a configuração do sistema de refrigeração apresentando as conexões de engate rápido e o sensor de fluxo utilizado.

A entrada da água ocorre pelo conector “A”, passa pelo sensor de fluxo, cuja saída vai para o conector “B” que alimenta o sistema de refrigeração da bomba difusora, retornando por meio do conector “C”. As conexões “D” e “E” (entrada e saída, respectivamente) são responsáveis pela alimentação do sistema de refrigeração do catodo.



O sinal elétrico do sensor de fluxo é acoplado à bobina do relé de alimentação do aquecedor do óleo da bomba de difusão. Desta forma, se não houver fluxo de água circulando no sistema de refrigeração, o aquecedor da bomba de difusão não é acionado.

Para aumentar a segurança do sistema de deposição, foi instalado, no corpo da bomba de difusão, um termostato, normalmente fechado, que veda o circuito de alimentação da bobina do relé de acionamento da bomba de difusão. Se não houver água circulando no sistema de deposição e, simultaneamente, o sensor de fluxo apresentar defeito, a temperatura do corpo da bomba aumentará (~ 80°C), o termostato será acionado impedindo que o circuito elétrico de alimentação do aquecimento do óleo da difusão seja acionado.

#### 4.1.6 PORTA-SUBSTRATO, OBTURADOR (SHUTTER) E O MEDIDOR DE TAXA DE DEPOSIÇÃO

Sabe-se que, antes da realização da deposição de um filme fino de qualquer natureza elétrica (isolante ou condutor), pelo método de pulverização catódica, dois procedimentos tornam-se necessários: a remoção de impurezas afixadas na superfície do alvo e o controle da taxa de chegada do material a ser depositado nos substratos. Em ambas as situações, os substratos devem estar protegidos evitando a deposição dessas impurezas e o crescimento do filme sem um controle apropriado. Para atender estas finalidades, os substratos são protegidos por um obturador (shutter).

Para a construção do obturador foram utilizados componentes disponíveis no LLF-IME como conectores de movimento (FIG 4.19), um eletroímã com tensão de trabalho de 220 Volts (FIG 4.20(a)) e uma haste rosqueada de 10 cm para transmitir o movimento do eixo do eletroímã ao eixo do conector de movimento (FIG 4.20 (b)).

Para efetivar a proteção dos substratos foi utilizado um disco de aço inoxidável, de 9,5cm de diâmetro, fixado ao eixo de movimento, finalizando a construção do obturador.



Como porta-substrato foi utilizada uma máscara quadrada de aço inoxidável com 10cm de aresta e 1mm de espessura, com aberturas para acomodar quatro substratos quadrados de 2,5 cm de aresta (FIG 4.21). A altura do porta-substrato pode ser regulada conforme a necessidade.

Com relação ao medidor de taxa de deposição o mesmo será, inicialmente, compartilhado com outro equipamento.

A FIG 4.22 é uma fotografia que apresenta a configuração do interior da campânula contendo a haste de fixação do porta-substrato, o obturador, o cristal de quartzo responsável para avaliar a taxa de deposição e o catodo.

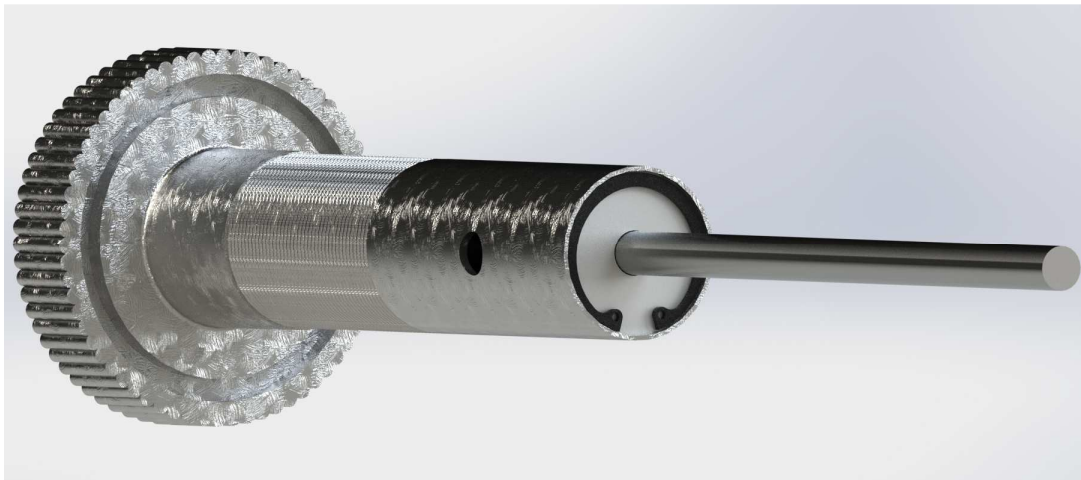


FIG 4.19 Figura representativa do feedthrough de movimento utilizado para construção do obturador.



(a)

(b)

FIG 4.20 (a) fotografia do eletroímã utilizado para a construção do obturador; (b) haste rosqueada para conexão entre feedthrough de movimento e o eletroímã.

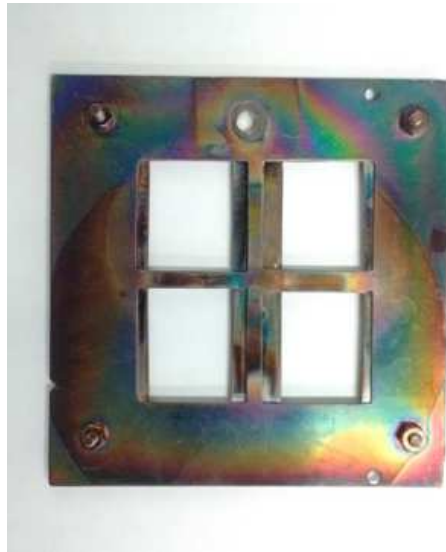


FIG 4.21 Fotografia do porta-substrato utilizado durante as deposições.



FIG 4.22 Fotografia do Interior da campânula. (1º) haste de fixação do porta-substrato; (2º) obturador para proteção dos substratos; (3º) medidor de taxa de evaporação e (4º) catodo.

#### 4.1.7 SISTEMA DE GERAÇÃO DE RADIOFREQUÊNCIA E EQUIPAMENTOS DE INSTRUMENTAÇÃO

O sistema de geração de radiofrequência é composto por uma fonte de radiofrequência de 13,56 MHz, modelo RFX 600 e um casador automático de impedância modelo ATX, ambos fabricados pela ADVANCED ENERGY. Para acomodar os alvos de 3 polegadas de diâmetro dos materiais a serem depositados, foi instalado um catodo modelo MAK3, fabricado pela MEIVAC. Este catodo possui um conjunto de ímãs permanentes que geram um campo magnético constante.

Para monitoramento da pressão, durante a deposição, foi utilizado um medidor de membrana capacitiva fabricado pela MKS (Baratron® modelo 626<sup>a</sup>01TDE) possuindo a faixa confiável de trabalho de 133 Pa a  $1 \cdot 10^{-1}$  Pa. Para o monitoramento do pré-vácuo foi usado um medidor de membrana capacitiva fabricado pela EDWARDS (Barocel® modelo 600A-100T-R12-N12X-4) com faixa confiável de trabalho de 13332 Pa a 13 Pa e, para avaliar a pressão base do sistema, um medidor de ionização de catodo frio fabricado pela EDWARDS (Penning®, modelo 6 D145-08-00).

Para admissão de gás foi empregada uma válvula agulha, fabricada pela Swagelok, modelo SS-4-BK, para controle do fluxo de argônio na câmara, durante a etapa de purgas do sistema e durante a fase de deposição.

#### 4.1.8 ACABAMENTOS DO SISTEMA DE DEPOSIÇÃO

O acabamento do sistema de deposição foi produzido em chapas de alumínio com 1 mm de espessura. Para isso, houve a necessidade de dimensionamento das chapas para posterior corte e realização de dobras duplas em suas extremidades, acrescentando rigidez às chapas.

A FIG 4.23 **a)** e **b)** são fotografias que apresentam os projetos das chapas de alumínio antes e depois das furações para acondicionamento dos equipamentos a serem utilizados no sistema de pulverização catódica.

Devido às entradas feitas para os equipamentos de instrumentação e o sistema de radiofrequência, as placas de alumínio foram pintadas. O produto final do acabamento e dos sistemas apresentados neste trabalho, já instalados, é mostrado na fotografia FIG 4.24.

Na parte superior, foi colocada uma placa de alumínio de 3 mm de espessura que serviu de apoio para a placa base do sistema de deposição e acabamento com uma pedra de granito (FIG 4.25).



(a)

(b)

FIG 4.23 Fotografia apresentando a configuração do equipamento com acabamento com placas de alumínio (a) sem a furação para instalação dos equipamentos; (b) após a furação.



FIG 4.24 Fotografia apresentando o equipamento em sua configuração básica final.



FIG 4.25 Fotografia mostra a câmara já fixada em sua base com os medidores instalados para aferição da pressão em seu interior.

#### 4.1.9 SISTEMA DE DEPOSIÇÃO DE FILMES CONSTRUÍDO

A construção do sistema de deposição de filmes finos, pela técnica de pulverização catódica com fonte de radiofrequência assistida com campo magnético constante, é um dos objetivos propostos nesta dissertação e seu diagrama esquemático é apresentado na FIG 4.26. Já a FIG 4.27 mostra o sistema de deposição construído, enquanto a FIG 4.28 tem o intuito de enfatizar os componentes de operação e controle, que foram divididos em três grupos de funcionalidades.

i. Componentes do Grupo 1

1. Chave de acionamento da bomba scroll;
2. Chave de acionamento do aquecedor da bomba de difusão;
3. Chave de acionamento do “shutter”.

ii. Componentes do Grupo 2

4. Válvula de alto vácuo;
5. Válvula de vácuo primário;
6. Válvula de vazamento (admissão de ar);
7. Válvula de vácuo na base da bomba de difusão;
8. Válvula tipo agulha (admissão de argônio).

iii. Componente Grupo 3

9. Mostrador digital para avaliar a pressão na saída da bomba de difusão para a bomba scroll (pré-vácuo);
10. Mostrador digital para avaliar a pressão na campânula (vácuo primário);
11. Mostrador analógico para avaliar a pressão base na campânula.

A válvula agulha no painel (componente 8 do Grupo 2) durante o seu manuseio apresentou vazamento, inviabilizando assim a sua utilização. Para contornar este problema foi instalada, na parte de trás da campânula, uma outra válvula agulha para admissão de gás, como é mostrado na FIG 4.29.

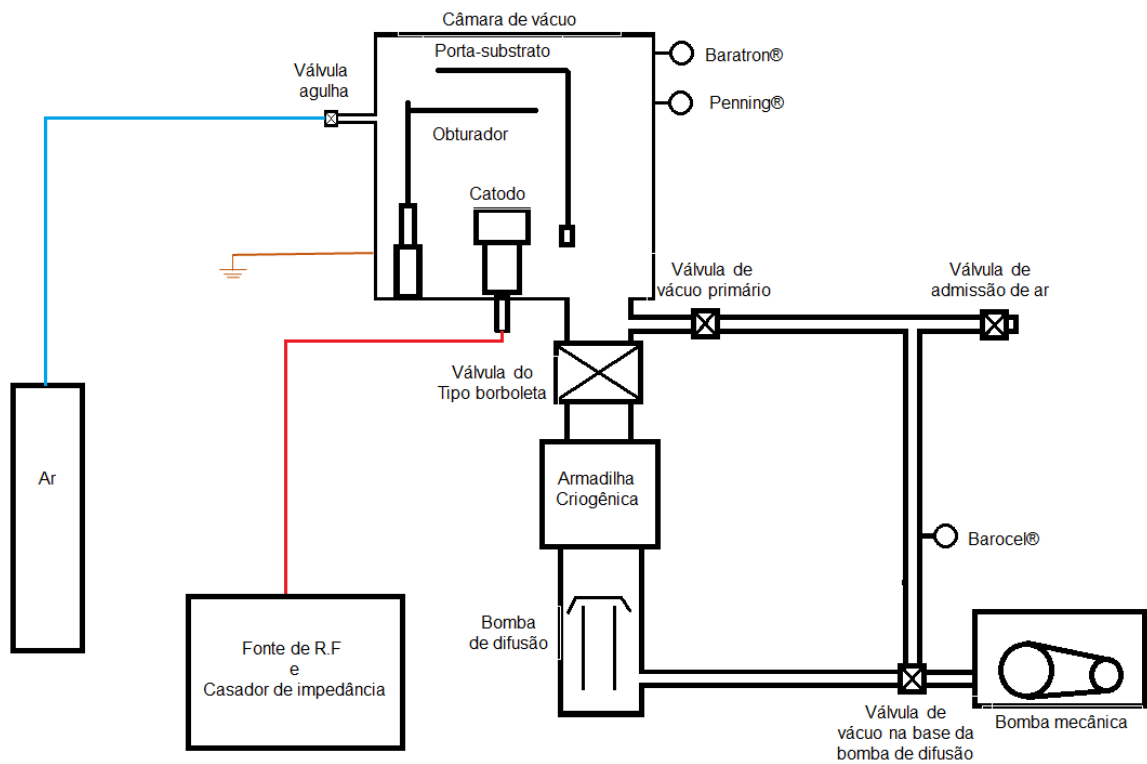


FIG 4.26 Diagrama esquemático do sistema de deposição por pulverização catódica, com fonte radiofrequência, assistido por campos magnéticos constantes.

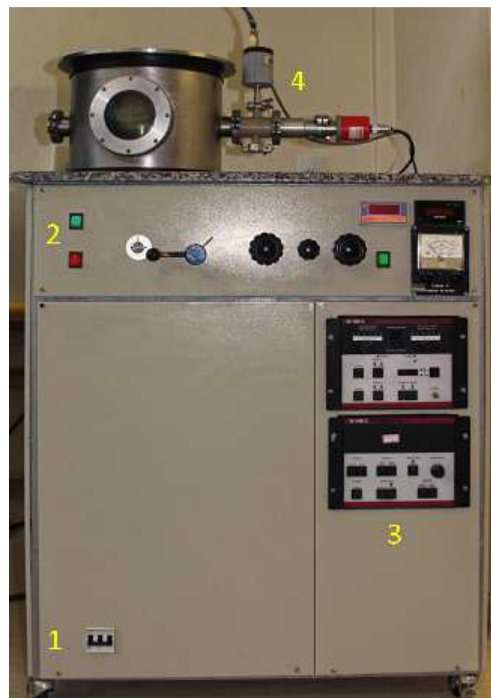


FIG 4.27 Fotografia do sistema de deposição de filmes finos pela técnica de pulverização catódica proposto e construído. (1) Chave geral; (2) painel de operação e controle; (3) sistema gerador de radiofrequência; (4) conjunto de medidores para avaliação da pressão na câmpânula.



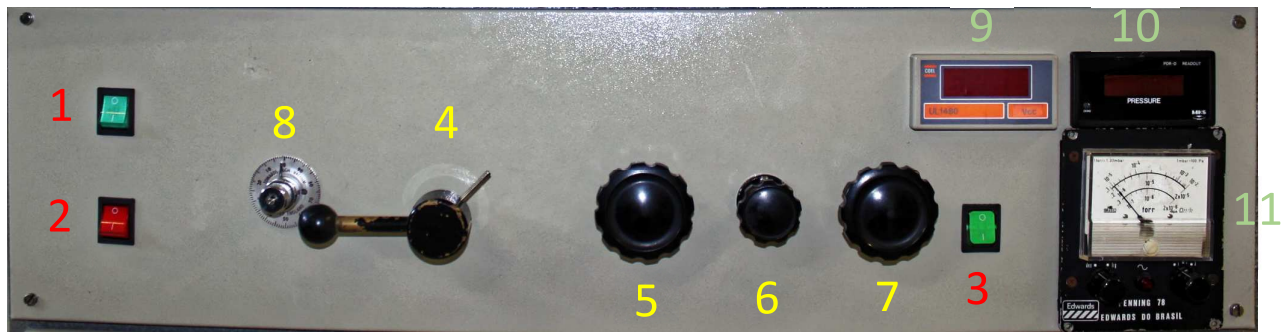


FIG 4.28 Fotografia do painel de operação e controle do sistema de deposição.



FIG 4.29 Fotografia mostrando a localização da válvula de admissão de gás de trabalho.

A FIG 4.30 apresenta a parte inferior da placa base plate do sistema de deposição onde os seguintes componentes estão instalados:

- 1) conexão de movimento (obturador);
- 2) medidor de taxa de evaporação;
- 3) haste rosqueada para ajuste do curso do obturador;
- 4) eletroímã para acionamento do obturador e;
- 5) conexão do catodo.



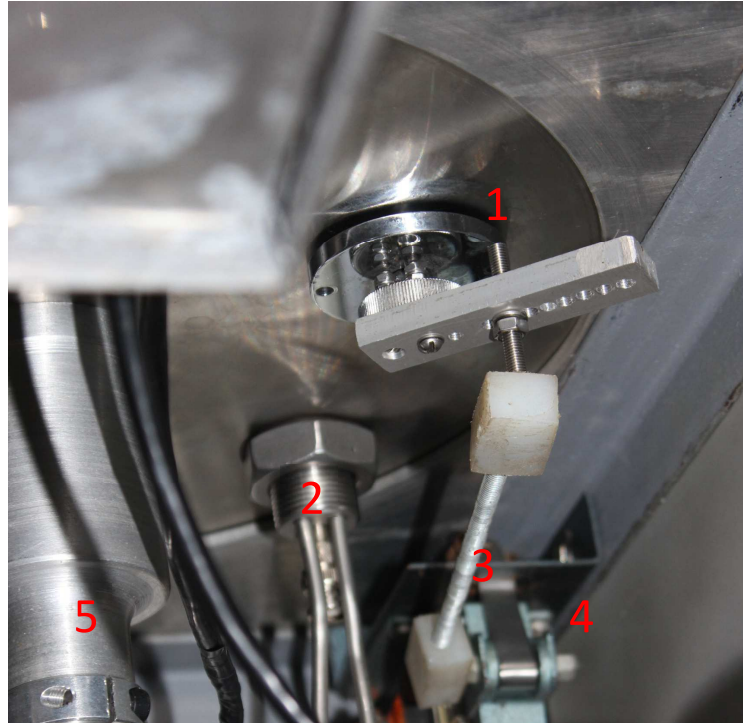


FIG 4.30 Fotografia mostrando a parte inferior da placa base do sistema de deposição.

## 4.2 DETECÇÃO DE VAZAMENTOS

Nenhum sistema de vácuo está livre de vazamentos reais ou virtuais. A detecção de vazamentos, nas partes constituintes de qualquer sistema de vácuo, é essencial durante a sua construção ou sempre que o sistema de vácuo não atinja a pressão base.

Quando um sistema de vácuo é selado, o volume a ser bombeado é isolado do conjunto de bombas e a pressão começa a aumentar lentamente. Este fato é devido à permeabilidade dos materiais utilizados e da ocorrência de vazamento nas conexões, juntas de vedação e ligações desmontáveis presentes no sistema.

Além desses fatos, cordões de soldas mal feitos podem apresentar pequenos orifícios, causando fugas ou até bolsões de ar dentro da solda aumentando o tempo de bombeamento.

Outro fator importante, a ser levado em consideração, é que em baixas pressões a desgaseificação dos componentes do sistema começa a afetar, consideravelmente,

a pressão base que o sistema pode alcançar. A escolha dos materiais para a construção de qualquer sistema de vácuo se torna essencial para alcançar pressões extremamente baixas e, devido a esta necessidade, as seguintes condições devem ser satisfeitas para a escolha dos materiais:

- a) Baixa pressão de vapor;
- b) Baixa capacidade de desgaseificação (usinagem);
- c) Baixa permeabilidade aos gases e vapores;
- d) Elevada resistência à corrosão;
- e) Elevada resistência mecânica.

Em relação à detecção e à localização de fugas existem algumas técnicas que podem ser empregadas:

### **1) Detecção através da utilização de líquidos voláteis.**

Pode ser considerada a técnica mais prática e rápida de ser executada. Utiliza-se a acetona, por ser altamente volátil, e, conseqüentemente, pode ser bombeada rapidamente para fora do sistema, caso consiga penetrar no sistema de vácuo. Para detectar a fuga, o sistema deve estar em alto vácuo e ao se pôr o vapor no possível ponto de fuga, este rapidamente é sugado para dentro do sistema, causando um aumento imediato da pressão.

Vale ressaltar que esta técnica apresenta riscos de degradação dos componentes e junções do sistema, por serem solventes, como os anéis de vedação e também a possível alteração no óleo da bomba de difusão.

### **2) Detecção com espectrômetro de massa.**

É muito utilizado em sistema de altíssimo vácuo e ultra-alto-vácuo onde requer uma sensibilidade alta para detecção de fugas. Geralmente, estes analisadores de gases residuais são sintonizados na massa do hélio, devido ao tamanho de sua

molécula, não é tóxico, não é explosivo e não contamina as partes constituintes do espectrômetro (MOUTINHO, 1980). Esta técnica só pode ser empregada em sistemas de vácuo com pressões menores que  $10^{-4}$  Pa.

### 4.3 DIMENSIONAMENTO DO SISTEMA DE VÁCUO

Nesta seção são apresentados os cálculos referentes às condutâncias do sistema e à velocidade efetiva de bombeamento da bomba de difusão. No item 4.1.4 foi calculada a velocidade de bombeamento da bomba de difusão,  $916 \text{ l.s}^{-1}$ , utilizada para a construção do sistema.

Para o cálculo da condutância foi considerado que a válvula de alto vácuo é um tubo de comprimento curto. As dimensões da válvula de alto vácuo são mostradas na FIG 4.31 e as fórmulas matemáticas utilizadas são (DUSHMAN, 1966; MOUTINHO, 1980):

$$C_1 = C_0 \left( 1 + \frac{3}{4} x \frac{l}{d} \right)^{-1} \quad \text{EQ. 4.1}$$

onde  $r$  e  $l$  são o raio da seção reta e comprimento da válvula em centímetro, respectivamente; e  $C_0$  é a condutância de um orifício dada por:

$$C_0 = 11,67 \pi r^2 \quad \text{EQ. 4.2}$$

Substituindo os valores tem-se para  $C_0 = 916 \text{ l.s}^{-1}$  e a condutância da válvula de alto vácuo igual a  $796 \text{ l.s}^{-1}$ .

O duto utilizado para conectar a armadilha criogênica à campânula é apresentado na FIG 4.32, com as suas respectivas dimensões, considerando-o um duto de comprimento curto e utilizando o menor diâmetro para a realização dos cálculos da condutância. Utilizando as EQ 4.2 e EQ 4.1 obtemos os valores  $C_0$  igual a  $522 \text{ l.s}^{-1}$  e a condutância total do duto igual a  $327 \text{ l.s}^{-1}$ .

Com os valores de condutância da válvula de alto vácuo, a condutância do duto de conexão e a velocidade de bombeamento na “boca” da bomba de difusão podemos

calcular a velocidade teórica efetiva de bombeamento na entrada da campânula por meio da seguinte equação:

$$\frac{1}{S} = \frac{1}{S_{dif}} + \frac{1}{C_f} + \frac{1}{C_{f'}}$$

EQ. 4.3

Portanto,  $S = 185 \text{ l.s}^{-1}$ .

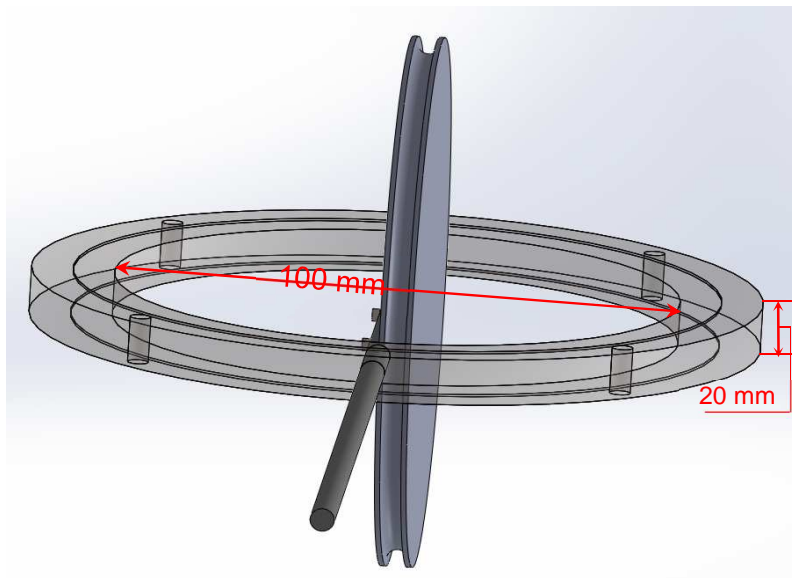


FIG 4.31 Figura com as dimensões da válvula de alto vácuo do tipo borboleta utilizado para cálculo da condutância.

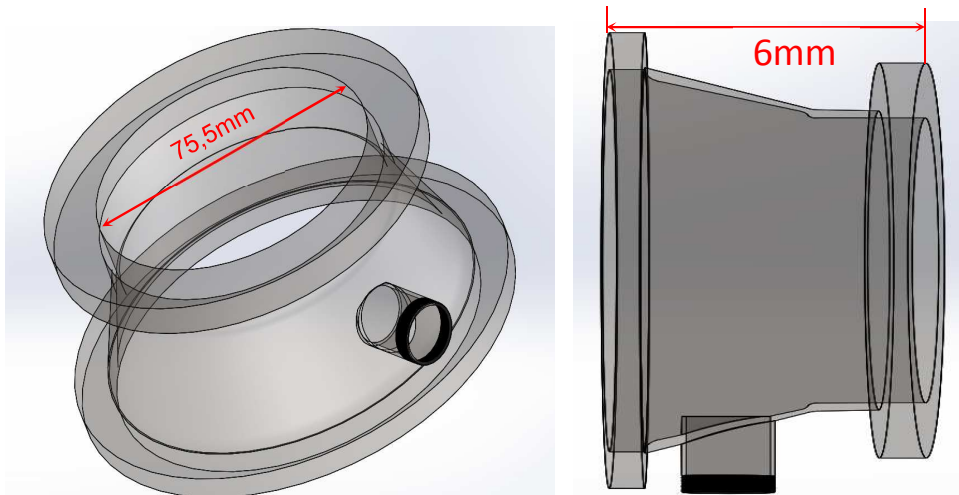


FIG 4.32 Figura com as dimensões do conector entre a armadilha criogênica com a campânula.

Após os cálculos podemos comprovar que a velocidade efetiva de bombeamento na campânula é fortemente dependente do diâmetro e comprimento do duto da conexão utilizada na montagem do sistema. A TAB 4.2 enfatiza os resultados obtidos através dos cálculos realizados.

TAB 4.2 Tabela com os resultados calculados para a velocidade de bombeamento teórica na campânula .

<b>RESULTADOS</b>	
Velocidade efetiva de bombeamento na campânula	185 l.s <sup>-1</sup>
Velocidade de bombeamento na “boca” da bomba de difusão	916 l.s <sup>-1</sup>

#### 4.4 PROCEDIMENTO PARA OPERAÇÃO DO SISTEMA DE DEPOSIÇÃO POR PULVERIZAÇÃO CATÓDICA.

Neste item é descrito o procedimento de operação do sistema de vácuo visando garantir o seu correto manuseio. O procedimento de operação do sistema de deposição foi dividido em três partes visando um melhor esclarecimento de sua operação.

##### 4.4.1 PROCEDIMENTO PARA ACIONAMENTO DO SISTEMA DE DEPOSIÇÃO

- 1) Verificar se o sistema de refrigeração que alimenta os equipamentos do Laboratório está operacional.
- 2) Abrir o registro de entrada de água para o sistema de refrigeração do equipamento. Observar se ocorrerá qualquer tipo de vazamento.
- 3) Ligar a chave geral (disjuntor) do sistema de deposição. A FIG 4.27 mostra a localização da chave geral no sistema de deposição.
- 4) Ligar a chave de acionamento da bomba scroll. A chave de acionamento é apresentada na FIG 4.27 sendo a componente 2 do item 4.1.9.
- 5) Abrir a válvula que atua na base da bomba de difusão (item 4.1.9, componente 7, FIG 4.28) para bombeamento do corpo da bomba de difusão e esperar que seja alcançada a pressão base da bomba scroll (1 Pa).
- 6) Fechar a válvula da base da bomba de difusão (item 4.1.9, componente 7, FIG 4.28) e abrir a válvula de vácuo primário (item 4.1.9, componente 5, FIG 4.28) para o bombeamento da campânula até que a pressão no interior chegue em sua pressão base com a bomba scroll (1 Pa).
- 7) Esperar 30 minutos para aquecimento do óleo da bomba de difusão.
- 8) Com a campânula estando em pressões inferiores a 1 Pa e tendo transcorrido 30 minutos para aquecimento do óleo da bomba de difusão, coloca-se o nitrogênio líquido na armadilha criogênica.

- 9) Fechar a válvula de vácuo primário (item 4.1.9, componente 5, FIG 4.28) e abrir a válvula da bomba de difusão para a bomba scroll (item 4.1.9, componente 7, FIG 4.28).
- 10) Abrir a válvula de alto vácuo (item 4.1.9, componente 4, FIG 4.28) e esperar o sistema alcançar pressões iguais ou inferiores a  $1 \times 10^{-3}$  Pa.
- 11) Encher periodicamente a armadilha criogênica para que os vapores continuem retidos em seu interior.

#### 4.4.2 PROCEDIMENTO PARA DESLIGAMENTO DO SISTEMA DE VÁCUO DO SISTEMA DE DEPOSIÇÃO

É de extrema importância que a bomba mecânica (scroll) esteja ligada em todo momento deste procedimento e que a válvula de vácuo primário esteja fechada durante esta operação.

- 1) Fechar a válvula de alto vácuo (item 4.1.9, componente 4, FIG 4.28) e desligar apenas a chave de acionamento do aquecedor da bomba de difusão (item 4.1.9, componente 2, FIG 4.28).
- 2) Esperar o tempo necessário (~ 30 minutos) para que o óleo da bomba de difusão esfrie totalmente.
- 3) Fechar a válvula da base da bomba de difusão (item 4.1.9, componente 7, FIG 4.28) e desligar a bomba mecânica (item 4.1.9, componente 1, FIG 4.28).
- 4) Desligar a chave geral.
- 5) Fechar o registro de entrada de água de refrigeração.

#### 4.4.3 PROCEDIMENTO PARA ADMISSÃO DE AR NO SISTEMA DE DEPOSIÇÃO (QUEBRA DO VÁCUO)

O procedimento descrito a seguir deve ser executado com extrema atenção, pois o mesmo é realizado com o óleo da bomba de difusão aquecido.

- 1) Fechar a válvula de alto vácuo (item 4.1.9, componente 4, FIG 4.28).
- 2) Fechar a válvula de vácuo na base da bomba de difusão (item 4.1.9, componente 7, FIG 4.28).
- 3) Desligar a chave de acionamento da bomba scroll (item 4.1.9, componente 1, FIG 4.28).
- 4) Abrir a válvula de vácuo primário (item 4.1.9, componente 4, FIG 4.28).
- 5) Abrir a válvula de vazamento (item 4.1.9, componente 6, FIG 4.28) lentamente até que ocorra a quebra de vácuo.
- 6) Abrir a tampa da campânula, fechar as válvulas de vazamento e vácuo primário ligando a chave de acionamento da bomba scroll.
- 7) Abrir a válvula de vácuo na base da bomba de difusão (item 4.1.9, componente 7, FIG 4.28).

Convém lembrar que, se o sistema de deposição estiver desligado e selado, basta abrir a válvula de vazamento (item 4.1.9, componente 6, FIG 4.28), lentamente, e em seguida abrir a válvula de vácuo primário (item 4.1.9, componente 5, FIG 4.28) para quebra de vácuo.



## 5 MATERIAIS E MÉTODOS

São apresentados neste Capítulo os métodos e equipamentos utilizados para caracterização dos filmes fabricados no sistema de deposição construído.

### 5.1 ALVOS UTILIZADOS

Para comprovar a funcionalidade do sistema de deposição construído, foram depositados filmes finos de materiais com propriedades elétricas distintas: cobre (material condutor), óxido de índio (características semicondutoras) e dióxido de silício (isolante elétrico).

A seguir serão apresentadas as características gerais dos alvos escolhidos para a produção de filmes:

#### i. Cobre (Cu)

Foi utilizado um alvo de cobre comercial para realização das primeiras deposições de caracterização do sistema. Este material foi escolhido por possuir excelentes propriedades elétricas condutoras e por ser de fácil pulverização.

Pela excelente resistência ao fenômeno conhecido como eletromigração, o cobre possui diversas aplicações desde formação de ligas metálicas, aplicação na macro e microeletrônica e também nos estudos mais recentes envolvendo os óxidos supercondutores à base de cobre (NANCHEVA, 1999).

#### ii. Óxido de índio ( $\text{In}_2\text{O}_3$ )

O óxido de índio é um material amplamente estudado e aplicado em dispositivos ópticos-eletrônicos devido à sua transparência óptica e condutividade elétrica.

O  $\text{In}_2\text{O}_3$  em sua forma estequiométrica possui um alto valor de banda proibida e devido a isto ele pode ser considerado um material isolante. Entretanto, se preparado

com deficiência de oxigênio, o óxido de índio se torna um material não-estequiométrico com uma grande quantidade de defeitos intrínsecos, podendo alcançar um alto nível de dopagem do tipo *n* devido às vacâncias de oxigênio (DAMIANI, 2010).

O  $\text{In}_2\text{O}_3$  pertence a uma classe de materiais denominada de óxidos transparentes condutores (TCO) em função da alta concentração de portadores livres, chegando próximo de um metal (DAMIANI, 2010).

Filmes finos de  $\text{In}_2\text{O}_3$  com deficiência de oxigênio são transparentes na faixa de comprimento de onda visível (alta transmitância) e refletem a radiação eletromagnética na região do infravermelho.

Por ser um material bastante aplicado tanto na indústria como no meio acadêmico devido às suas características ópticas e elétricas, decidiu-se usá-lo para produzir os filmes como material com propriedades elétricas semicondutoras a fim de caracterizar o sistema de deposição construído.

### iii. Óxido de silício ( $\text{SiO}_2$ )

Filmes finos de  $\text{SiO}_2$  são bastante utilizados na indústria de microeletrônica, em células solares, dispositivos ópticos e na indústria aeroespacial. O  $\text{SiO}_2$  geralmente é utilizado como camada isoladora em diversos dispositivos por apresentar propriedades elétricas isolantes, por possuir uma corrente de fuga insignificante ou inexistente, alto ponto de fusão e uma adequada adesão ao substrato (GARCÍA-ALONSO, 1993). Em relação às propriedades ópticas, filmes de  $\text{SiO}_2$  possuem características como alta transmitância na faixa de comprimento de onda visível e ultravioleta próximo e reflete na faixa do infravermelho.

Em função das características apresentadas o  $\text{SiO}_2$  foi selecionado para servir de material com propriedades elétricas isolantes para caracterização do sistema de deposição.

## 5.2 SUBSTRATOS

Durante a fase inicial, para caracterização do sistema de deposição foram utilizadas lâminas de vidro. Estas lâminas foram cortadas nas dimensões de 25x25mm<sup>2</sup> e submetidas a um processo de limpeza de sua superfície, pois partículas de poeira e gordura prejudicam a aderência do filme no substrato.

O seguinte processo de limpeza foi empregado:

- a) Utilização de luvas, a fim de evitar que as lâminas de vidro fossem contaminadas com gorduras e impurezas proveniente do tecido humano;
- b) Esfregar a superfície do vidro com éter de petróleo, utilizando um tecido ou folha para limpeza de lentes umedecidas. Esta etapa tem por finalidade a retirada de gorduras na superfície do substrato;
- c) Pôr os substratos em uma solução de água deionizada com detergente neutro e aquecer até a fervura. Alcançando a fervura, pôr a solução com os substratos em agitação ultrassônica por 10 minutos.
- d) Retirar os substratos da solução, pondo-os em água destilada onde são aquecidos até a fervura e pô-los em agitação ultrassônica por 10 minutos
- e) O procedimento d) é repetido quantas vezes se fizer necessário para remoção do detergente remanescente.
- f) Colocar os substratos em uma estufa aquecida com lâmpada de infravermelho para secagem.

Foram utilizados também substratos de silício monocristalino com orientação (100), para produção de filmes. O processo de limpeza empregado nestes foram:

- a) Utilização de luvas, a fim de evitar que os substratos de silício fossem contaminados com gorduras e impurezas provenientes do tecido humano e, principalmente, para proteção de manipulação de soluções ácidas;
- b) Imersão dos substratos em um béquer apropriado para soluções de ácido fluorídrico, seguida de agitação ultrassônica por 3 minutos para remoção

da camada superficial de óxido de silício que se forma pela sua exposição ao ar;

- c) Retirada dos substratos da solução ácida e pô-los em água deionizada para remover a solução ácida da superfície do silício;
- d) Pré-secagem com ar comprimido seco;
- e) Secagem em uma estufa com lâmpada de infravermelho.

### 5.3 MÉTODOS DE CARACTERIZAÇÃO DOS FILMES PRODUZIDOS

#### 5.3.1 MEDIDAS DE ESPESSURA

Para avaliar a espessura dos filmes produzidos, foi utilizado o perfilômetro Dektak 150, marca Veeco do LFF-IME e um Dektak 8, marca Veeco, da Divisão de Materiais (Dimat) do INMETRO.

Para determinar a espessura dos filmes produzidos foi necessária a utilização de fitas adesivas de Kapton® dispostas em paralelo e espaçadas o mais uniformemente possível. Antes da medição as tiras de Kapton® são retiradas formando degraus. A cola oriunda da fita de Kapton® é removida da superfície do substrato com a imersão em álcool isopropílico.

#### 5.3.2 CARACTERIZAÇÃO ELÉTRICA

Para medição da resistividade dos filmes produzidos, foi utilizado um equipamento marca BioRad, modelo HL 5500, que possibilita, também, a caracterização elétrica por meio do Efeito Hall. Desta forma, foi possível constatar o tipo dos portadores dos filmes  $\text{In}_2\text{O}_3$ , a sua concentração e mobilidade, utilizando amostras com a geometria de Van der Pauw.

### 5.3.3 DIFRAÇÃO DE RAIOS X

Foi utilizado o difratômetro X'Pert<sup>3</sup> Powder, marca PANalytical, instalado no Laboratório de Difração de Raios X do IME, para determinar a morfologia dos filmes depositados.

Através dos padrões de difração dos materiais depositados foi possível compará-los com fichas cristalográficas do International Center for Diffraction Data (ICDD).

### 5.3.4 CARACTERIZAÇÃO MORFOLÓGICA

Para caracterização morfológica foram utilizados dois equipamentos:

- a) Foi utilizado um microscópio de força atômica (AFM) modelo Alpha 300, marca Witec, instalado nas dependências do INMETRO, na Divisão de Materiais (Dimat).
- b) Um microscópio eletrônico de varredura, modelo HELIOS NANOLAB, marca FEI, instalado no Núcleo de Microscopia do INMETRO. O microscópio HELIOS NANOLAB utiliza tanto um feixe de elétrons como um feixe de íons de baixa tensão, mantendo alta resolução de imagem sem alterar as propriedades das amostras.

### 5.3.5 CARACTERIZAÇÃO ÓPTICA

As propriedades ópticas dos filmes produzidos foram obtidas em um espectrofotômetro, modelo Cary 5000, marca Varian, instalado no LFF - IME.

## 6 RESULTADOS

Neste capítulo serão apresentados os resultados dos filmes finos produzidos no equipamento de deposição por pulverização catódica por radiofrequência com campo magnético constante, que constitui o objetivo desta dissertação.

### 6.1 DESENVOLVIMENTO E CONSTRUÇÃO DO EQUIPAMENTO

O equipamento utilizado nesta dissertação foi projetado, construído e se encontra operacional nas dependências do LFF-IME. O sistema foi concebido tendo em vista um orçamento limitado, mas visando sua eficácia na produção de filmes finos e, principalmente, a sua manutenção, futuras modificações e potencialização.

Atualmente o sistema desenvolvido já realizou mais de 60 ciclos de deposições com alvos com propriedades elétricas condutoras, semicondutoras e isolantes, obtendo-se resultados satisfatórios que serão detalhados a seguir.

### 6.2 SISTEMA ELÉTRICO DE POTÊNCIA

Todos os componentes que integram o sistema elétrico construído têm funcionado satisfatoriamente até o presente momento.

Inicialmente, foi realizado um teste de interrupção do fluxo de água de refrigeração com o sistema de vácuo em funcionamento e o sensor de fluxo desligou o sistema de aquecimento da resistência da bomba de difusão.

Foi realizado outro teste onde foi simulado um defeito no sensor de fluxo. Consequentemente, não houve refrigeração e o corpo da bomba de difusão aqueceu. O termostato atuou, desligando o aquecedor da bomba de difusão, e o resfriamento do óleo aconteceu naturalmente. Vale ressaltar que a bomba auxiliar (scroll) continuou bombeando o interior da bomba de difusão durante o seu resfriamento,

mostrando que o sistema elétrico de potência, desenvolvido e construído, atua, satisfatoriamente, atendendo a sua finalidade.

### 6.3 SISTEMA DE GERAÇÃO DE RADIOFREQUÊNCIA

O sistema de geração de radiofrequência funcionou, adequadamente, em todos os ciclos de deposições até agora realizados. Foi verificado que a unidade de controle automático de casamento de impedância não se encontra funcionando, sendo a operação realizada manualmente.

Durante a fase inicial de deposição, foi observada a ocorrência de interferência (ruído) nos equipamentos de instrumentação eletrônicos que monitoram a pressão. Foi verificado, por meio de um receptor de radiação eletromagnética, que esta interferência era proveniente da fonte de geração de radiofrequência e tendo como um ponto recepção a campânula devido à sua geometria cilíndrica, auxiliando a propagação do sinal, induzindo variações de tensão (transientes) no sistema elétrico e nos equipamentos de instrumentação.

Para minimizar esta interferência, ou até extingui-la, foram realizadas algumas modificações no sistema elétrico.

Uma pesquisa bibliográfica, cujo objetivo era entender como acontecem as interferências por radiofrequência, foi realizada. E os principais documentos consultados (Procobre-Aterramento elétrico; NBR-5410) ressaltavam a importância do aterramento elétrico de todos os equipamentos eletrônicos de alta sensibilidade que compõem os sistemas.

Em primeiro lugar, foi verificado que o aterramento utilizado no sistema de deposição estava transmitindo o sinal de radiofrequência através do cabo de aterramento do LFF-IME. Assim, percebeu-se que o cabo estava apresentando um aquecimento excessivo e um novo cabo foi dimensionado para minimizar este efeito. O ruído gerado pela radiofrequência no sistema de deposição foi reduzido, entretanto não eliminado.

Por meio do estudo realizado, foi constatado que os cabos, tanto os de aterramento quanto os constituintes dos circuitos elétricos, devem possuir uma

blindagem com malha metálica, adequada à frequência utilizada. Caso este requisito não esteja sendo atendido, os equipamentos podem atuar como antena, coletando o sinal de radiofrequência e transmitindo-o para os cabos e equipamento eletrônicos, causando e propagando o ruído.

Desta forma, o ideal é que cada equipamento deve possuir o seu próprio fio de aterramento, blindado e conectado em paralelo, nunca em série, para evitar que o ruído de cada condutor seja transmitido ao próximo ponto de conexão, interferindo no próximo equipamento. Como alternativa, devem-se aterrar, separadamente, os equipamentos que utilizam motores (bombas), dos equipamentos eletrônicos. Geralmente, para casos de equipamentos e sistemas que operam utilizando a radiofrequência, é recomendado que, além da malha de revestimento, os cabos devem ser trançados para reduzir o ruído, mantendo constantes as propriedades elétricas do cabo por toda a sua extensão.

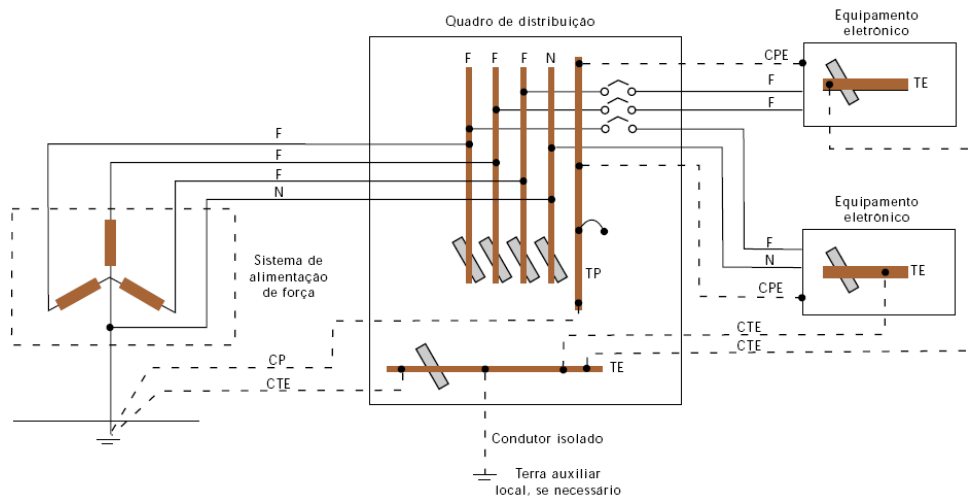
Outros fatores, extremamente importantes, são os sistemas de aterramento, o projetado para a maioria das aplicações (motores, ferros de solda, aquecedores, ar condicionado, fornos elétricos, etc.) e o projetado para equipamentos eletrônicos sensíveis, já que este necessita de um aterramento de ponto único.

O sistema de aterramento para equipamentos de força, em regime normal, pode ser percorrido por correntes com várias origens: correntes anódicas e catódicas; correntes de circulação pelo cabo neutro e diversas induções eletromagnéticas. Em regime transitório, podem ser extremamente importantes as elevadas induções magnéticas provenientes de descargas elétricas e curto-circuito para a terra.

Desta forma, para uma melhor eficiência dos equipamentos eletrônicos do LFF-IME, um novo sistema de aterramento pode ser uma das soluções para a eliminação do ruído gerado pela fonte de RF para os mostradores eletrônicos. A nova malha de terra sugerida, caso venha a ser instalada, deve ser conectada ao sistema de aterramento existente no LFF-IME por meio de um condutor blindado, isolada da barra de terra geral do quadro de distribuição elétrico, equalizando o potencial das duas malhas.

A FIG 6.1 apresenta o sistema de aterramento de ponto único que está sendo sugerido para instalação no LFF-IME.





### Legenda

F - Fase	C.P.E. - Condutor isolado de proteção dos quadros de equipamentos eletrônicos.
N - Neutro	C.T.E. - Condutor isolado de aterramento das T.E.
T.P. - Barra de aterramento que recebe o condutor de proteção (retorno de defeito fase-terra.	C.T. - Condutor isolado de aterramento da T.E. do quadro de distribuição.
T.E. - Barra de terra de referência para equipamentos eletrônicos - isolada do quadro.	C.P. - Condutor de aterramento da T.E. do quadro de distribuição.

FIG 6.1 Sistema de aterramento de ponto único proposto para o LFF-IME. (Procobre, Aterramento elétrico)

Enquanto era realizado este estudo sobre interferências e aterramentos, visando a extinção da interferência nos mostradores digitais de pressão, foi verificado que o cabo de conexão de sinal entre o medidor de membrana capacitiva e a unidade de indicação de pressão teria que ser refeito, pois o seu conector possuía uma proteção mecânica de plástico, prejudicando o aterramento do conjunto. A proteção de plástico foi substituída por uma de metal, minimizando o efeito no indicador de pressão, mas não o extinguindo. Também foram postos anéis de toroides nos cabos de sinal e de aterramento a fim de aprisionar o sinal de radiofrequência, obtendo-se reduções significativas.

Tendo em vista que alguns equipamentos no LFF-IME utilizam um transformador isolador, cuja finalidade é isolar as interferências e eliminar ruídos de quaisquer fontes nas fases, testes foram realizados utilizando este transformador. O transformado isolador eliminou com eficiência a interferência nos equipamentos de medição de pressão permitindo a avaliação correta da pressão.

Vale ressaltar que o mostrador de pressão conectado ao medidor de ionização de catodo frio não sofreu interferência, por ser um instrumento analógico. Como a pressão de deposição utilizada estava dentro da faixa de medição deste medidor, ele foi utilizado para aferir a pressão durante o processo de deposição.

#### 6.4 SISTEMA DE REFRIGERAÇÃO

O sistema de refrigeração do sistema de deposição construído em um primeiro momento se apresentou com funcionalidade satisfatória. A alimentação de refrigeração do catodo vem operando satisfatoriamente, enquanto o sistema de refrigeração do sistema de vácuo apresentou um problema.

O sensor de fluxo de água quebrou devido ao seu manuseio inadequado durante a construção do sistema de deposição, obrigando a sua remoção do sistema. Contudo, após a remoção do sensor de fluxo, foi constatada uma redução significativa do tempo de bombeamento para se alcançar a pressão base da campânula. Desta forma, conclui-se que o sensor de fluxo estava causando uma redução de fluxo do fluxo de água na linha, não refrigerando, adequadamente, o corpo da bomba de difusão e prejudicando, terrivelmente, a velocidade de bombeamento.

O sensor de fluxo utilizado, mesmo configurado para seus valores mínimos de atuação, apresenta uma pressão mínima necessária de fluxo de água muito elevada em comparação ao que o sistema de refrigeração do LFF-IME podia fornecer. A pressão mínima de operação do sensor de fluxo é de  $2,6 \text{ kgf.cm}^{-2}$  enquanto a maior pressão entregue pelo sistema de refrigeração do LFF-IME é de  $3,0 \text{ kgf.cm}^{-2}$ . Em função da proximidade dos valores da pressão mínima do sensor e da máxima pressão do sistema de refrigeração do LFF-IME, o fluxo de água circulante é insuficiente para refrigerar, eficientemente, a bomba de difusão.

## 6.5 OBTURADOR (SHUTTER)

Como se sabe, a função do obturador é a proteção dos substratos durante a fase de limpeza dos alvos e a estabilização da taxa de deposição. A área de proteção projetada, neste caso, se mostrou eficiente.

## 6.6 FONTE DE AQUECIMENTO (RESISTÊNCIA)

A fonte original de aquecimento do óleo da bomba de difusão é alimentada por uma diferença de potencial (ddp) de 100 V, menor que a ddp da rede elétrica que a concessionária fornece, que é de 127V. Portanto, houve a necessidade de trocá-la.

A nova fonte de aquecimento comprada no mercado nacional tem funcionado satisfatoriamente. Foram comparadas as duas fontes de aquecimento, original e nova, por meio de suas curvas de aquecimento. A FIG 6.2 apresenta a curva tanto da fonte de aquecimento original como a da nova fonte, enquanto que a TAB 6.1 apresenta as características elétricas referentes às duas fontes de aquecimento.

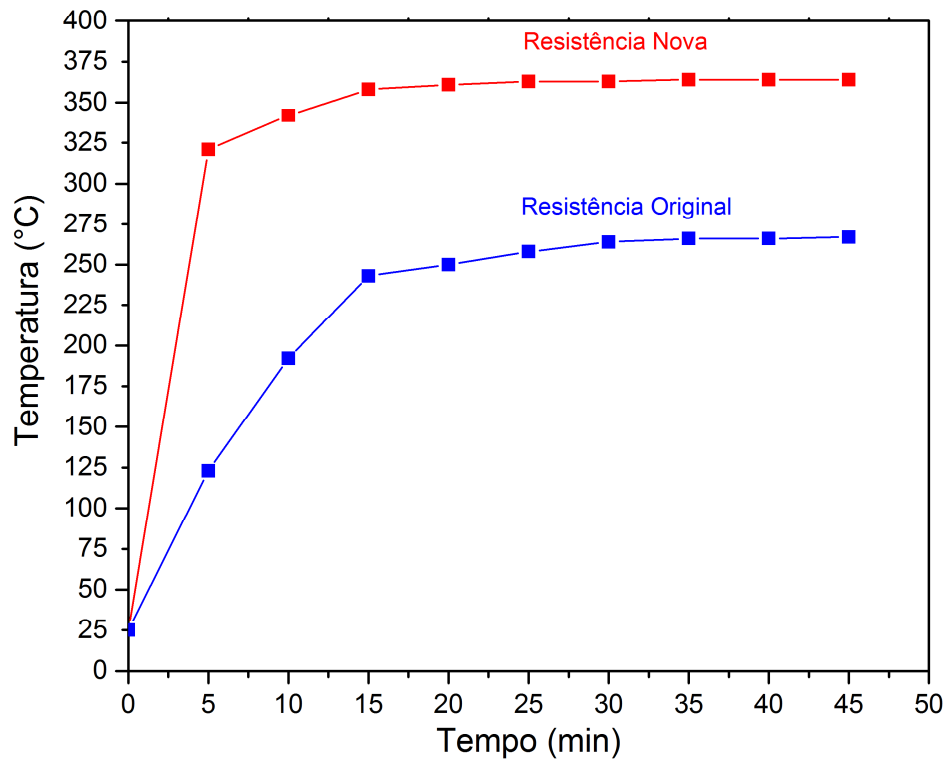


FIG 6.2 Gráfico de comparação entre a curva de aquecimento da resistência original do sistema de aquecimento da bomba de difusão e da curva de aquecimento da nova resistência comprada.

TAB 6.1 Características elétricas das resistências para a fonte de aquecimento da bomba de difusão.

FONTE DE AQUECIMENTO (RESISTÊNCIA)	TENSÃO (V)	CORRENTE (A)	POTÊNCIA (W)	RESISTÊNCIA ( $\Omega$ )
ORIGINAL	100	6	600	16,67
NOVA	127	5	635	25,40

Conforme os dados apresentados na FIG 6.2 e as informações apresentadas na TAB 6.1, a nova fonte de aquecimento possui uma maior potência de trabalho, alcança maior temperatura de operação e uma maior velocidade de aquecimento.

A temperatura máxima de aquecimento proporcionado pela nova resistência, mesmo sendo praticamente 100 °C a mais do que a original, ainda está dentro das

especificações dos fluidos evaporantes utilizados pelas bombas de difusão, que geralmente possuem a temperatura de decomposição acima dos 420 °C. (EDWARDS VACUUM)

Também foi instalado um eletroventilador, mostrado na FIG 6.3, para realizar uma ventilação forçada e proteger o casador de impedância do calor irradiado pela resistência, evitando o seu aquecimento.



FIG 6.3 Fotografia mostrando o eletroventilador instalado para proteção do casador de impedância.

## 6.7 CARACTERIZAÇÃO DO SISTEMA DE VÁCUO

Como descrito no item 4.5, foram realizadas medições das pressões no conjunto de válvulas isolado e conectando à campânula, utilizando um medidor de membrana capacitiva e um medidor de ionização de catodo frio.

Esta verificação foi realizada com o intuito de avaliar se havia vazamento no conjunto de válvulas após a sua revitalização (discutido no item 4.1.4). Em função da dificuldade encontrada para realizar a vedação na saída do conjunto para a válvula de admissão de ar, a pressão alcançada no conjunto de válvulas isoladas foi de 4 Pa com a bomba scroll.

Acoplando o conjunto de válvulas ao sistema de vácuo e os medidores na placa base do sistema de vácuo, a pressão alcançada com esta configuração foi de 1,33 Pa, que pode ser considerada satisfatória, pois o sistema estava sendo bombeado apenas com a bomba scroll (pressão base nominal  $< 5,33$  Pa).

Quando a pressão de 1,33 Pa foi alcançada, a válvula de alto vácuo foi aberta lentamente verificando-se que, imediatamente, a pressão diminuiu para  $10^{-1}$  Pa e após seis horas a pressão estabilizou em  $8 \times 10^{-3}$  Pa. Logo ficou evidente que havia um vazamento no sistema de vácuo. Após uma inspeção nas conexões instaladas, descobriu-se que o anel de vedação utilizado não estava vedando adequadamente em função da conexão utilizada (cruzeta). Decidiu-se, então, partir para a montagem final do sistema de deposição.

Ao realizar o bombeamento no sistema em sua configuração final, percebeu-se que ao se alimentar a armadilha criogênica com nitrogênio líquido, a pressão do sistema aumentava, mostrando um comportamento contraditório. Suspeitou-se, então, que deveria haver uma passagem de nitrogênio gasoso para o interior do sistema de vácuo. Após uma árdua investigação, constatou-se que havia um vazamento na solda da aleta de irradiação de calor acoplada no recipiente criogênico. Com a solda refeita e com a colocação de um novo anel de vedação na conexão entre a bomba de difusão e o recipiente criogênico (FIG 6.4), o sistema de deposição alcançou pressões de  $5,3 \times 10^{-4}$  Pa, ainda com um tempo de bombeamento excessivo (6 horas).

Cabe ressaltar que, até esta etapa de bombeamento, o sensor de fluxo ainda estava instalado no sistema de refrigeração. Com a retirada do sensor de fluxo, o tempo de bombeamento foi reduzido para cerca de 3 horas, todavia ainda alto para o tamanho da câmara.



FIG 6.4 Fotografia mostrando a junção entre a bomba de difusão e o recipiente criogênico.

A FIG 6.5 apresenta a curva de bombeamento do sistema de vácuo com o sensor de fluxo instalado na linha de refrigeração. Em um tempo de aproximadamente 390 minutos (6 horas e 30 minutos) a pressão base de  $5,3 \times 10^{-4}$  Pa foi alcançada. A FIG 6.6 apresenta a curva de bombeamento do sistema de vácuo sem o sensor de fluxo e verificou-se que, depois de transcorrido um tempo de 190 minutos (3 horas e 10 minutos), a pressão base de  $2,6 \times 10^{-4}$  Pa foi alcançada.

Como discutido no item 6.4, a variação de tempo de bombeamento ocorreu devido à proximidade entre os valores da pressão mínima e máxima do sensor de fluxo de água do sistema de refrigeração do LFF-IME. Com isso, concluiu-se que o fluxo de água circulante no equipamento era insuficiente para refrigerar eficientemente a bomba de difusão.

Uma solução viável para o problema foi colocar o sensor de fluxo em paralelo ao sistema de refrigeração. Desta forma o fluxo de água necessário para refrigerar, eficientemente, a bomba de difusão aconteceria e impediria o acionamento da bomba de difusão quando faltasse água de refrigeração.

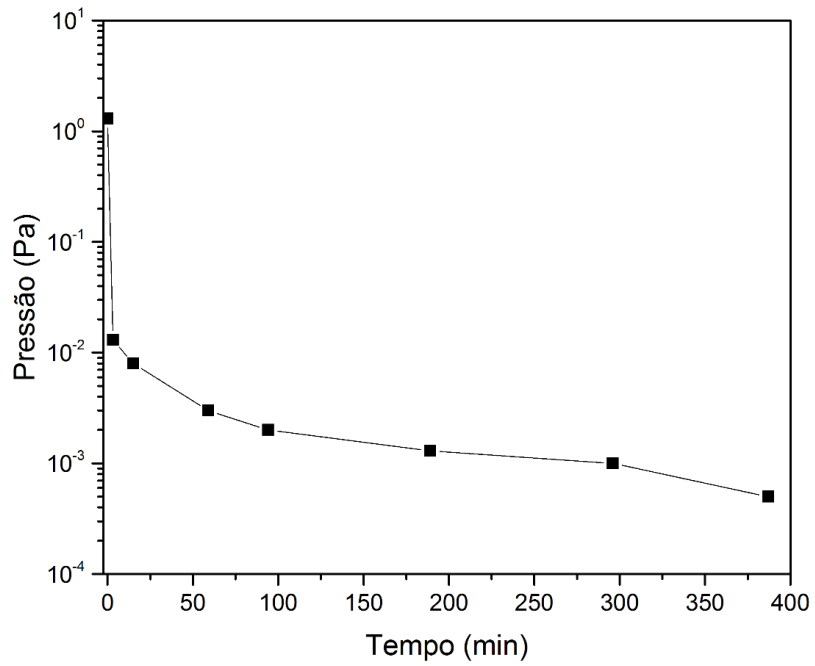


FIG 6.5 Curva da pressão base em função do tempo de bombeamento tempo de bombeamento do sistema de deposição com o sensor de fluxo instalado.

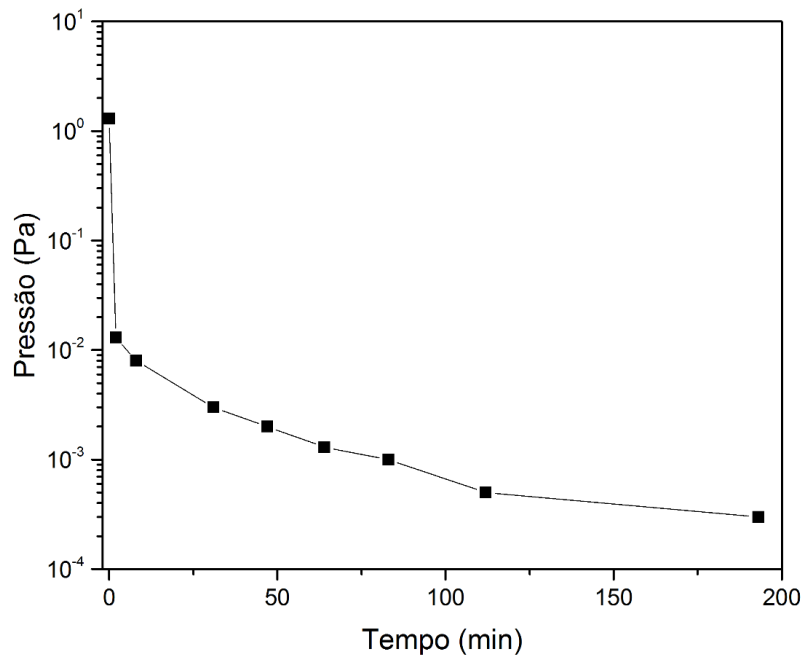


FIG 6.6 Curva da pressão base em função do tempo de bombeamento do sistema de deposição sem o sensor de fluxo instalado.



## 6.8 PRODUÇÃO DOS FILMES

São apresentados nesta seção os resultados obtidos quanto às propriedades elétricas, estruturais e morfológicas dos filmes produzidos no sistema de deposição construído.

Como pode ser visto na TAB 6.2, em quase todo o processo de produção de filmes foram mantidos constantes alguns parâmetros de deposição, variando apenas o tempo e a potência empregados, conforme o tipo de alvo utilizado.

TAB 6.2 Parâmetros utilizados durante as deposições dos filmes finos.

PARÂMETROS	VALORES
Pressão base do sistema	$\sim 10^{-3}$ Pa ( $8 \times 10^{-6}$ Torr)
Pressão de abertura de plasma	4 Pa (30 mTorr)
Pressão de deposição	$1,3 \times 10^{-1}$ Pa (1 mTorr)
Distância alvo substrato	75 mm
Temperatura de deposição	Ambiente

Além do procedimento de operação do sistema apresentado no item 4.4, foi desenvolvido o procedimento geral para fabricação de filmes.

### 6.8.1 PROCEDIMENTO GERAL PARA FABRICAÇÃO DE FILMES

O procedimento de fabricação de filmes no equipamento construído é apresentado na sequência de execução das etapas para realizar as deposições:

- 1) Verificar se o sistema de refrigeração que alimenta os equipamentos do LFF-IME está operacional;
- 2) Colocar o sistema de posição em pressão atmosférica;

- 3) Colocar os substratos no porta-substrato (FIG 6.7 (a));
- 4) Colocar a máscara no suporte que está ajustado para a distância de 7,5 cm em relação ao alvo. Utilizar o padrão mostrado na (FIG 6.7 (b));
- 5) Limpar o anel de vedação com um tecido umedecido em álcool isopropílico e proceder o fechamento da tampa da campânula;
- 6) Bombear a campânula até alcançar a pressão base de  $3 \times 10^{-4}$  Pa;
- 7) Realizar as purgas. A válvula agulha é aberta lentamente e ajustada para alcançar uma pressão residual de argônio de  $4 \times 10^{-1}$  Pa e após 60 segundos fechá-la para voltar à pressão base. Este procedimento deve ser realizado pelo menos três vezes, para garantir a atmosfera residual no interior da campânula apenas de argônio;
- 8) Colocar a válvula de alto vácuo em uma posição intermediária, diminuindo-se a condutância do sistema e ajustar a pressão em  $4 \times 10^{-1}$  Pa com argônio;
- 9) Acionar o obturador para fechá-lo e proteger os substratos;
- 10) Ligar o sistema gerador de radiofrequência (fonte e casador de impedância);
- 11) Disponibilizar uma potência inicial de 10 Watts para abrir o plasma;
- 12) Diminuir a pressão até  $1,3 \times 10^{-1}$  Pa (pressão de deposição);
- 13) Aumentar a potência, lentamente, em uma taxa de  $10 \text{ W} \cdot \text{min}^{-1}$ , até que seja ligeiramente superior à potência de trabalho para realizar a limpeza do alvo. O tempo de limpeza do alvo dependerá de sua composição e de sua condição de armazenagem;
- 14) Diminuir a potência para realizar a deposição;
- 15) Abrir o obturador e acompanhar a deposição durante o tempo necessário para obter um filme de espessura desejada;
- 16) Fechar o obturador para finalizar a deposição;
- 17) Descer a potência lentamente até zerá-la;
- 18) Fechar a válvula agulha para que o sistema possa voltar à pressão base;
- 19) Esperar o tempo necessário para que o sistema volte à temperatura ambiente;
- 20) Fechar a válvula de alto vácuo, desligar o aquecedor do óleo da bomba de difusão e aguardar ( $\sim 30$  min) o resfriamento total do óleo;
- 21) Desligar a energia elétrica do sistema.

A taxa é calculada segundo a expressão

$$T_x = \frac{d}{\Delta t} \quad \text{EQ. 6.1}$$

onde  $T_x$  é a taxa de deposição ( $\text{\AA} \cdot \text{s}^{-1}$ ),  $d$  é a espessura do filme ( $\text{\AA}$ ) e  $\Delta t$  é o tempo de deposição (s).

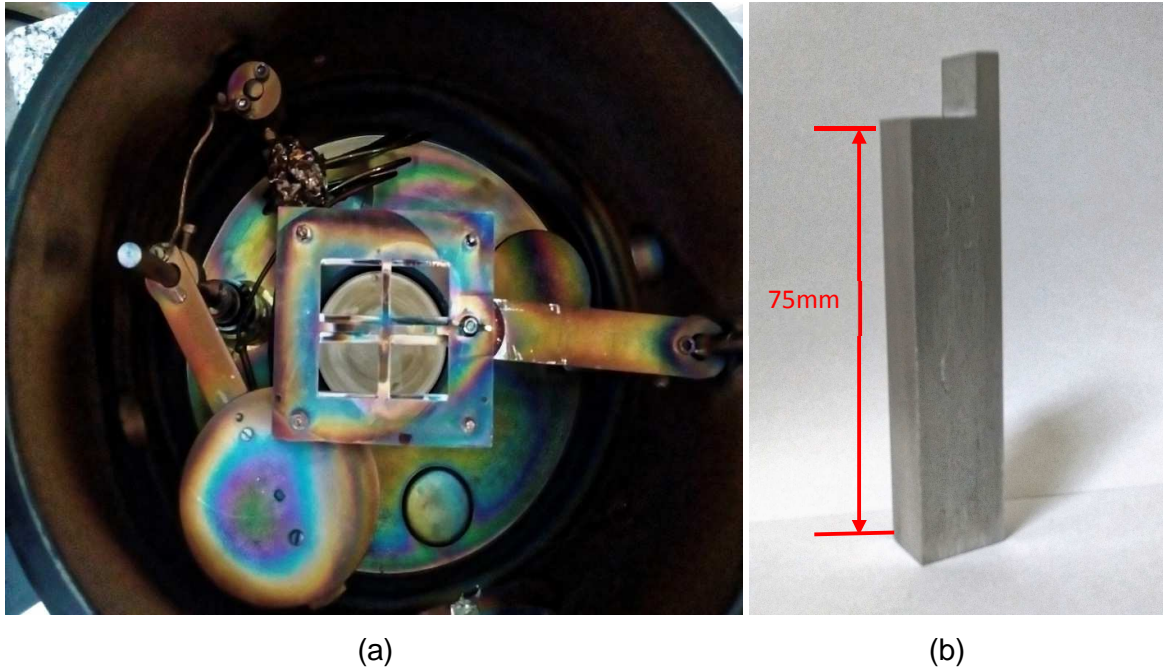


FIG 6.7 (a) Fotografia do interior da câmara mostrando o porta-substrato fixo na haste de sustentação. (b) gabarito utilizado para regulação de altura do porta-substrato.

## 6.8.2 PRODUÇÃO DE FILMES DE COBRE

O cobre foi o primeiro material utilizado para fabricação dos filmes. Como não havia uma potência e um tempo de referência para a realização da primeira deposição foi utilizada uma potência de 50 W e 60 minutos. Para estas condições de deposição obteve-se um filme com 6650  $\text{\AA}$  de espessura.

A partir desta deposição, constatou-se que menores potências e tempos poderiam ser utilizados para a fabricação dos filmes de cobre com espessuras elevadas. Desta forma, filmes de cobre foram crescidos em lâminas de vidro em

quatro diferentes potências para caracterização do sistema de deposição. A TAB 6.3 apresenta os valores dos parâmetros de deposição utilizados e as espessuras obtidas.

Nesta tabela, P é a potência utilizada para a pulverização do alvo,  $\Delta t$  é o tempo de deposição, p é a pressão de deposição,  $T_x$  é a taxa de deposição, d é a espessura dos filmes e  $\rho$  é a resistividade do filme.

TAB 6.3 Parâmetros de deposições para os filmes finos de cobre.

FILME	P (W)	$\Delta t$ (minutos)	p (Pa)	d (Å)	$T_x$ (Å/s)	P ( $\mu\Omega \cdot \text{cm}$ )
1	20	10	$1,3 \times 10^{-1}$	393	0,7	0,08
2	50	10	$1,3 \times 10^{-1}$	1366	2,3	1,6
3	80	10	$1,3 \times 10^{-1}$	2445	4,1	0,6
4	110	10	$1,3 \times 10^{-1}$	3850	6,4	3,6

Como apresentado no item 6.3.1, o valor da taxa de deposição foi calculado a partir da razão entre a espessura e o tempo de deposição. A taxa de deposição é um parâmetro importante para caracterização de qualquer sistema de deposição de filmes finos, pois as propriedades dos filmes fabricados dependem deste parâmetro (SILVEIRA, 1988). Convém ressaltar que o sistema de deposição fabricado ainda não possui um dispositivo com cristal de quartzo para controlar a taxa de deposição *in situ*.

A FIG 6.8 mostra a variação da taxa de deposição em função da potência utilizada para a fabricação dos filmes.

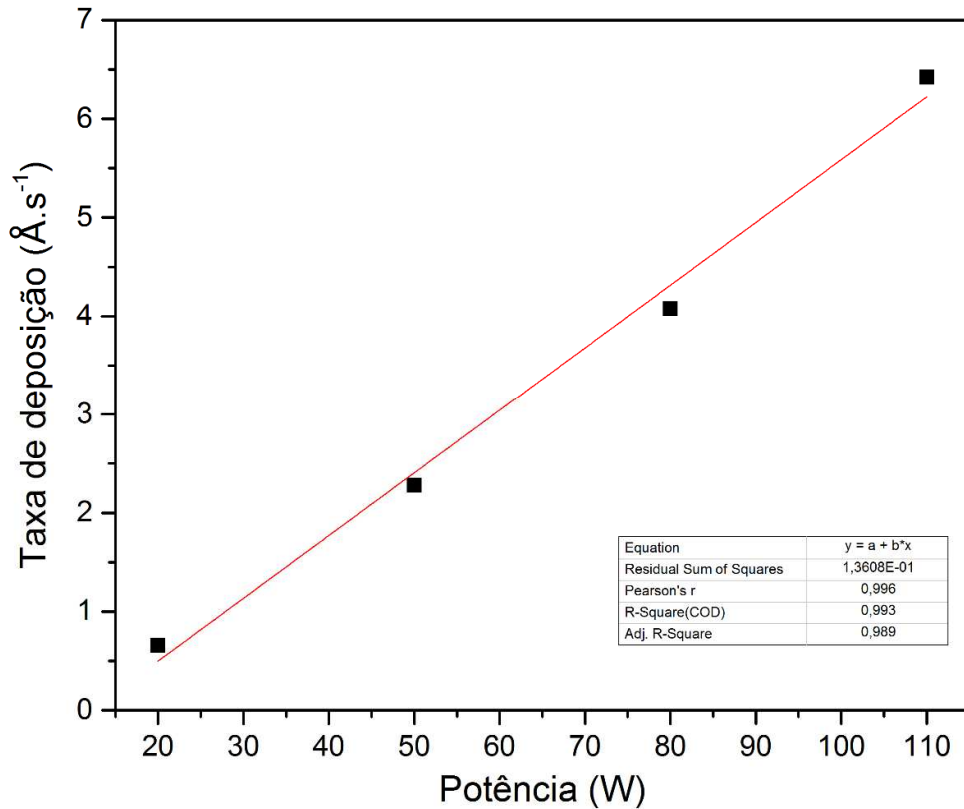


FIG 6.8 Gráfico do comportamento da taxa de deposição dos filmes de cobre em função da potência utilizada.

Como é apresentado na FIG 6.8, existe uma forte correlação linear entre a potência utilizada para a realização da pulverização do alvo e a taxa de deposição, pois o valor do coeficiente de correlação linear obtido quando do ajuste linear foi próximo de um (0,996).

Como o porta-substrato possui quatro posições (FIG 4.21) para colocação de amostras, foi possível fazer um mapeamento da área útil de deposição dos filmes de cobre, a fim de avaliar a uniformidade da espessura com relação ao centro do porta-substrato. Para a realização desta análise foram utilizados os filmes fabricados em lâminas de vidro com a maior potência de deposição (110 W) por proporcionar a maior taxa de deposição entre as potências utilizadas. Nesta análise foi utilizado o perfilômetro Dektak 150, marca Veeco.

Conforme é apresentado na FIG 6.9, o substrato de vidro com 25 mm de aresta foi dividido em vinte setores e em cada setor foram realizadas seis medidas de espessura, divididas em dois grupos de três medidas com espaço entre elas de 16

mm identificados com um “x”, como mostrado no setor A1 da figura esquemática do substrato. Portanto, foram realizadas cento e vinte medições em cada substrato, sendo ao todo 480 medições, já que são colocados quatro substratos na máscara.

A FIG 6.10 apresenta o mapeamento da variação de espessura dos filmes de cobre nas quatro posições da máscara. Foi possível constatar que quanto mais perto do centro do catodo o substrato estiver, maior será a espessura do filme depositado.

Na FIG 6.10 são mostradas duas vistas do mapeamento: a FIG 6.10 a) o leitor pode ter uma visualização tridimensional da variação de espessura, enquanto na FIG 6.10 b) a visualização é segundo ao plano de deposição.

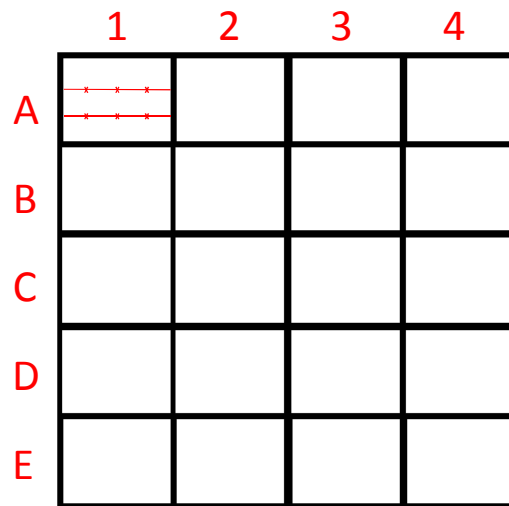
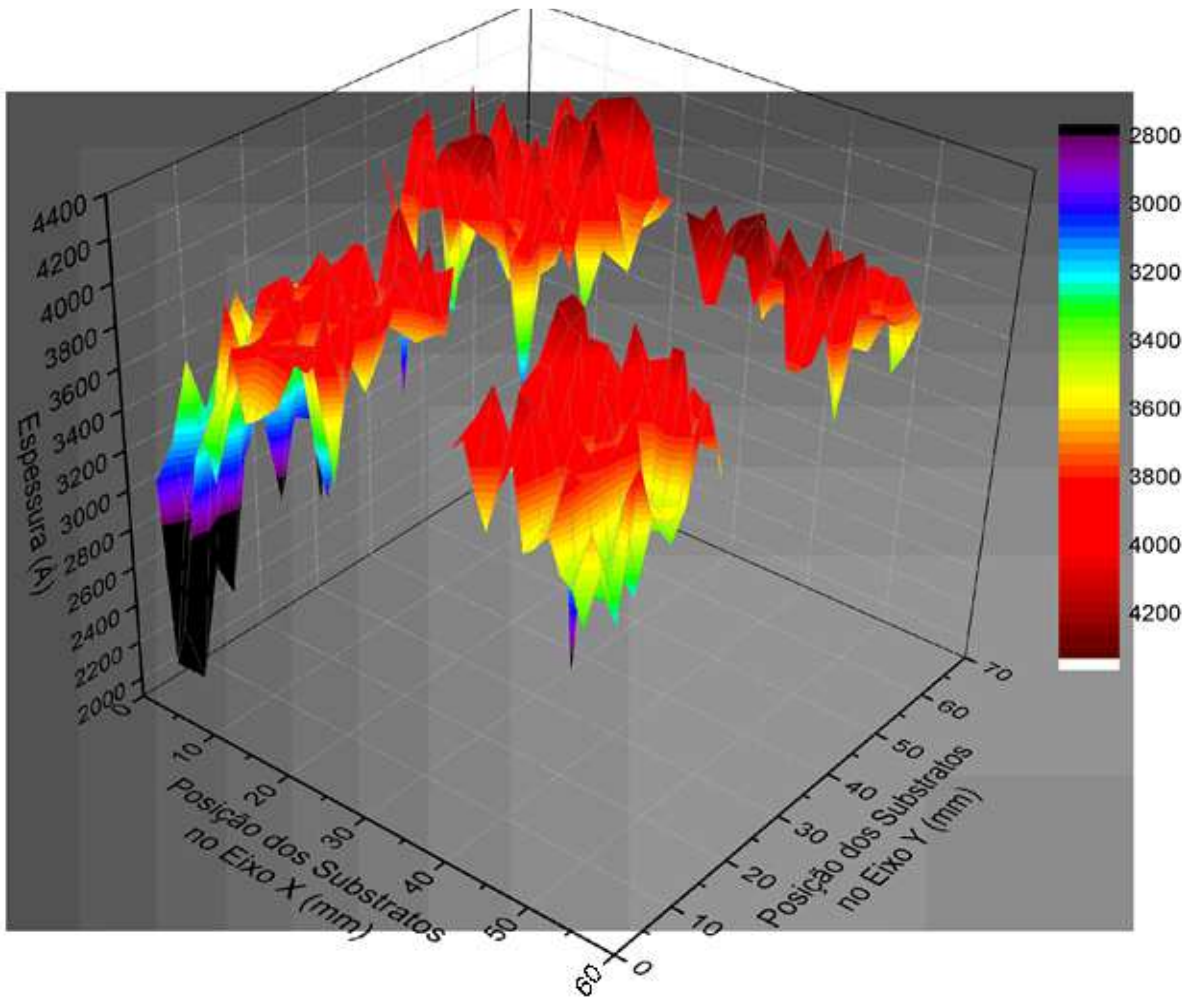
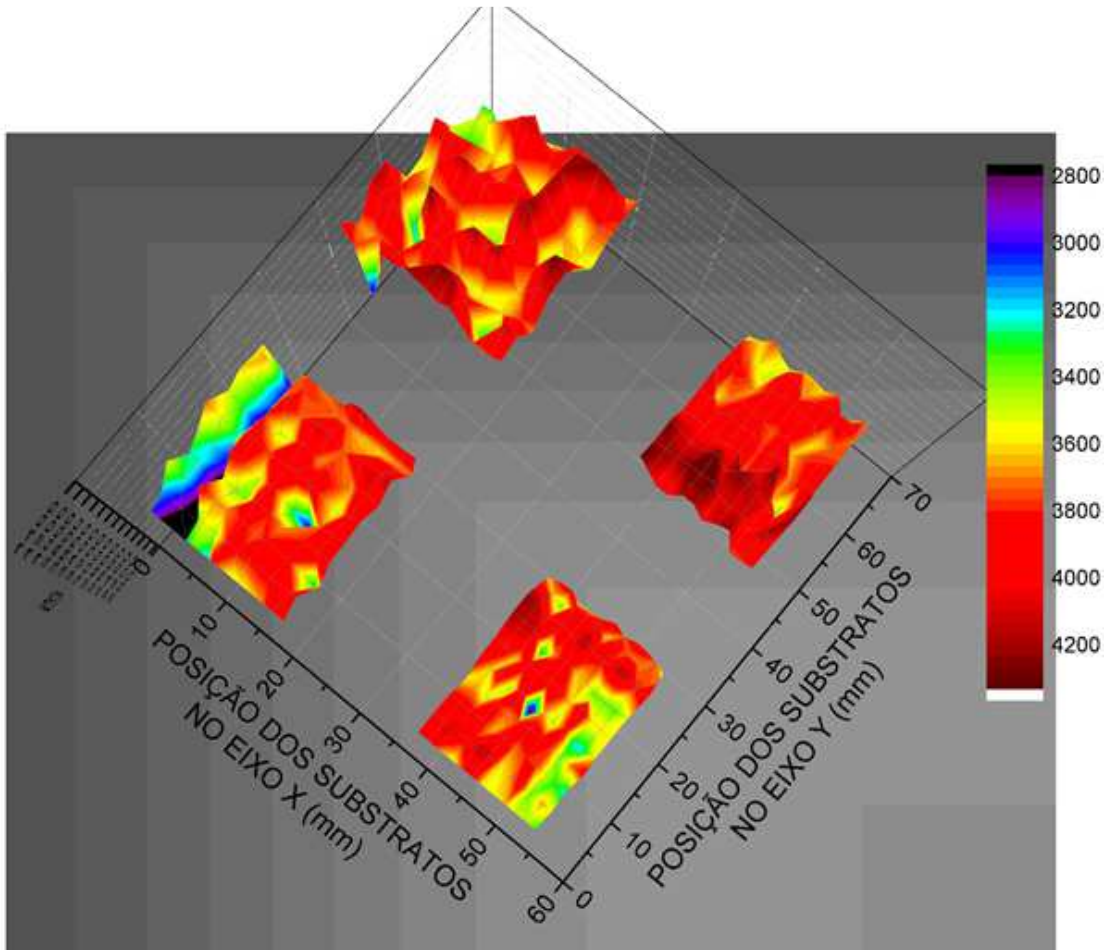


FIG 6.9 Figura esquemática da divisão em setores realizada no substrato para o mapeamento de sua superfície.



(B)



(b)

FIG 6.10 Gráfico de mapeamento da superfície de deposição dos filmes de cobre. Figura (a) apresenta o gráfico na visão tridimensional enquanto a figura (b) mostra o gráfico na visão de topo.

Através da EQ 6.2 (BERRY, 1968), podemos estimar quantitativamente a diferença da variação de espessura nos substratos em relação ao centro do porta-substrato.

$$d = \frac{Me}{\rho\pi h^2} \frac{1}{\left[1 + \left(\frac{l}{h}\right)^2\right]^2} \quad \text{EQ.}$$

6.2



Onde:  $d$  é a espessura do filme de cobre depositado ( $\text{\AA}$ );

$M_e$  é a massa total de cobre pulverizada (g);

$\rho$  é a densidade do cobre ( $8,9 \text{ g.cm}^{-3}$ );

$h$  é a altura entre o centro do catodo e o porta-substrato (7,5 cm);

$l$  é a distância do centro do porta-substrato ao ponto calculado (cm).

A FIG 6.11 apresenta a distribuição geométrica dos substratos sendo o ponto 1 o centro do porta-substrato, o ponto 2 o início do substrato de referência, o ponto 3 o seu centro e o ponto 4 a posição extrema do substrato.

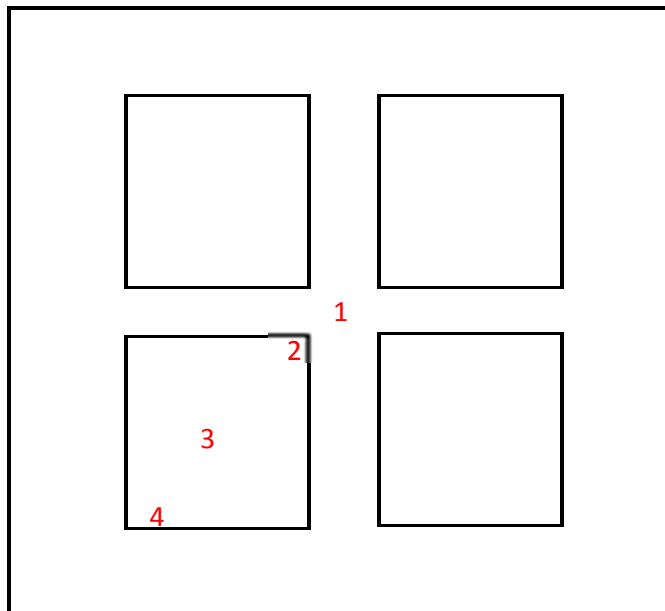


FIG 6.11 A figura apresenta de forma esquemática a disposição dos substratos no porta-substrato, mostrando os pontos utilizados para análise da uniformidade da espessura.

Na FIG 6.11 a distância entre os pontos 1-2 é de 0,7 cm, entre os pontos 1-3 é 2,5 cm, entre os pontos 1-4 é 4,2 cm. A TAB 6.4 apresenta os valores percentuais calculados em relação à posição central do porta-substrato.

TAB 6.4 Valores de variação de espessura entre os pontos utilizados para análise da uniformidade.

PONTOS	DISTÂNCIA EM RELAÇÃO AO CENTRO DO PORTA-SUBSTRATO (cm)	PERCENTUAL DE ESPESSURA CALCULADO (%)
1	0,0	100,0
2	0,7	100,0
3	2,5	81,0
4	4,2	58,0

O valor encontrado no Ponto 2 é aproximadamente igual a 100% em função em função da pequena distância de afastamento do centro do porta-substrato.

A TAB 6.5 mostra o percentual de variação de espessura medida entre os pontos mostrados na FIG 6.11, tomando-se como referência a espessura no centro do porta-substratos. Como não havia um substrato no centro do porta-substrato e função dos cálculos realizados para a montagem da TAB 6.4, estimou-se que a espessura no centro do porta-substrato seria próxima a do ponto 1.

TAB 6.5 Tabela mostrando o percentual de espessura entre os pontos.

PONTOS	DISTÂNCIA EM RELAÇÃO AO CENTRO DO PORTA-SUBSTRATO (cm)	ESPESSURA MEDIDA (Å)	PERCENTUAL DE ESPESSURA MEDIDO (%)
1	0,0	0 (~ 4020)	-----
2	0,7	4020	100,0
3	2,5	3670	91,3
4	4,2	3220	80,1

Analisando os dados constantes nas TAB 6.4 e 6.5 percebe-se que o percentual de variação de espessura dos filmes depositados é bem menor que os calculados. Esta diferença pode ser explicada em função da EQ. 6.2 utilizada foi desenvolvida para evaporações livres e não para a pulverização catódica.

A variação da resistividade dos filmes depositados em função de sua espessura é apresentada na FIG 6.11. Como se pode observar, as variações dos valores obtidos de resistividades para as diferentes espessuras mostram uma tendência linear de

variação com a espessura (potência de deposição), exceto para a espessura de 2445 Å. Entretanto, os valores estão na mesma ordem de grandeza da resistividade do material na sua forma volumétrica ( $1,7 \mu\Omega.cm$ ). Os resultados estão coerentes com o esperado, pois uma maior potência dá origem a uma maior taxa de deposição e, provavelmente, à produção de filmes com mais defeitos.

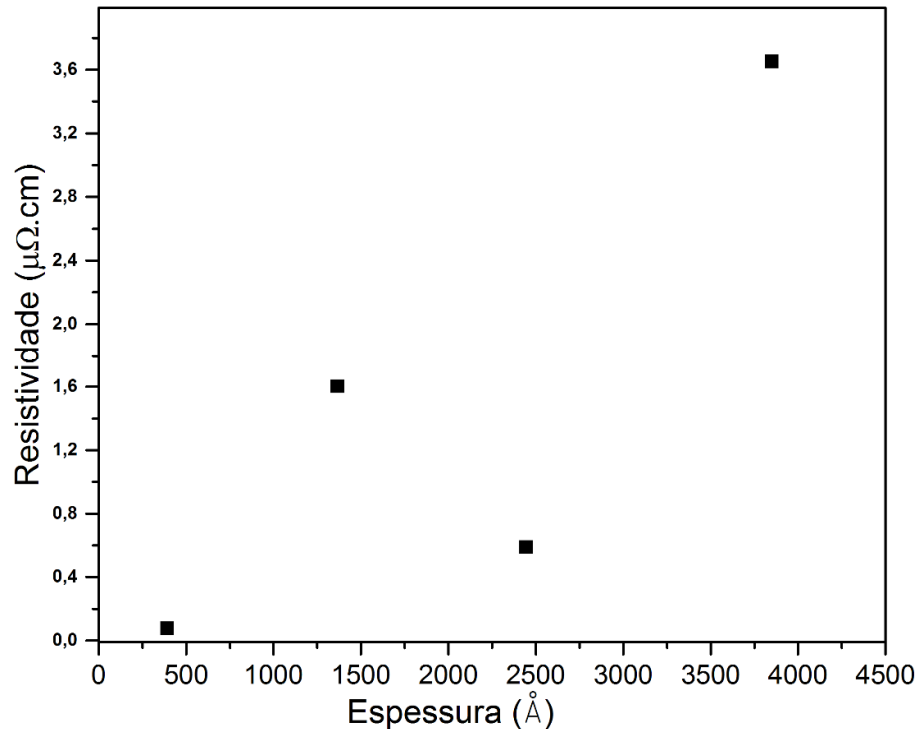


FIG 6.12 Gráfico do comportamento da resistividade elétrica em função da espessura dos filmes finos de cobre depositados.

Por meio das análises de difração de raios X (FIG 6.13), observa-se que os filmes finos de cobre depositados com as potências de 110W, 80W e 50 W apresentaram um crescimento preferencial na direção (111), quando comparadas as intensidades da ficha cristalográfica 00-004-0836 NBS Pattern. Observa-se, também, que o filme fino depositado com 110W apresenta uma maior cristalinidade do que os outros, enquanto o filme fino de cobre de 20W apresenta características amorfas. A maior cristalinidade, possivelmente, está ocorrendo porque quanto maior a potência de

deposição maior é a quantidade de átomos que chegam ao substrato no mesmo intervalo de tempo, favorecendo uma maior cristalinidade do filme.

Tendo em vista que, as potências de 50, 80 e 110 Watts possuem o mesmo crescimento preferencial, possivelmente, a energia das partículas depositadas no substrato não é suficiente para induzir uma mudança de direção no crescimento do filme.

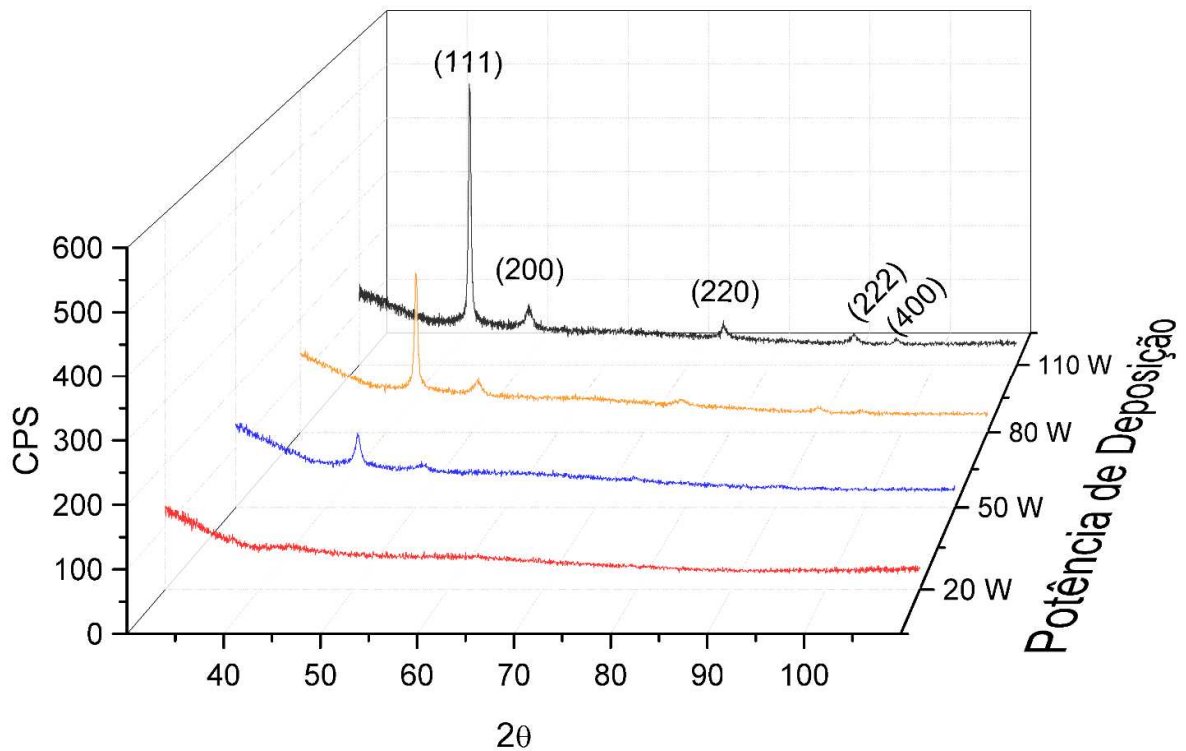


FIG 6.13 Difratomogramas dos filmes finos de cobre depositados nas diferentes potências utilizadas.

Filmes de cobre foram crescidos em substratos de silício para análise de sua rugosidade. A análise de rugosidade foi realizada nas dependências do INMETRO. A FIG 6.14 apresenta as imagens obtidas.

A TAB 6.6 apresenta a rugosidade de cada filme fabricado para as potências empregadas. Verifica-se que não houve variação de rugosidade nos filmes para as diversas potências.

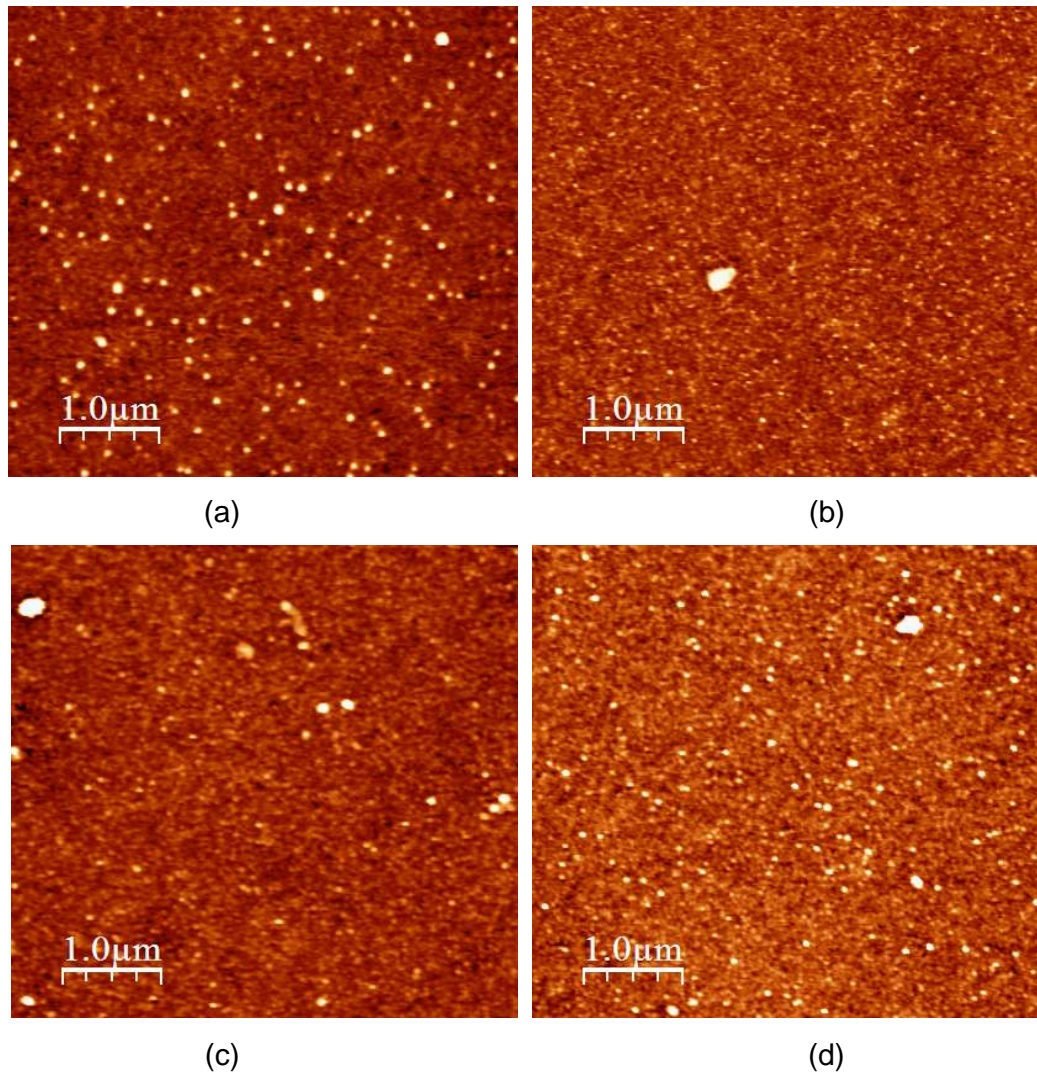


FIG 6.14 Imagens de AFM dos filmes de cobre: (a) filme fabricado com 20W; (b) filme fabricado com 50W; (c) filme fabricado com 80W; (d) filme fabricado com 110W.

TAB 6.6 Rugosidade dos filmes finos de cobre em função da potência de deposição.

POTÊNCIA (W)	RUGOSIDADE (nm)
20	1,58
50	1,71
80	1,85
110	1,36

Por meio das imagens de AFM observa-se o aumento da cristalinidade com o aumento da potência de deposição. Isso corrobora as análises realizadas por difração de raios X dos filmes de cobre.

### 6.8.3 PRODUÇÃO DE FILMES DE SiO<sub>2</sub>

Como a fabricação de filmes finos com propriedades elétricas condutoras apresentou resultados esperados, decidimos caracterizar o sistema de deposição com um material com propriedades elétricas isolantes.

A TAB 6.7 apresenta os parâmetros experimentais utilizados para a fabricação dos filmes fabricados e as espessuras obtidas.

TAB 6.7 Parâmetros de deposições dos filmes finos de SiO<sub>2</sub>.

FILME	P (W)	$\Delta t$ (minutos)	p (Par)	d (Å)	Tx (Å/s)
1	100	60	$1,3 \times 10^{-1}$	3396	0,9
2	150	60	$1,3 \times 10^{-1}$	6266	1,7
3	200	60	$1,3 \times 10^{-1}$	9125	2,5

Por meio das deposições realizadas a partir do alvo de SiO<sub>2</sub> também foi possível observar um comportamento linear para a taxa de deposição em função da potência empregada (FIG 6.15). Apesar dos poucos experimentos realizados, foi possível aplicar uma regressão linear aos pontos e obter um coeficiente de correlação igual a 1 (100%), constatando o seu comportamento linear, tal como nas deposições realizadas a partir do alvo cobre.

Em função de sua propriedade isolante elétrica, não foi possível obter os valores da resistividade dos filmes fabricados utilizando o equipamento BioRad disponível no LFF-IME para esta caracterização.

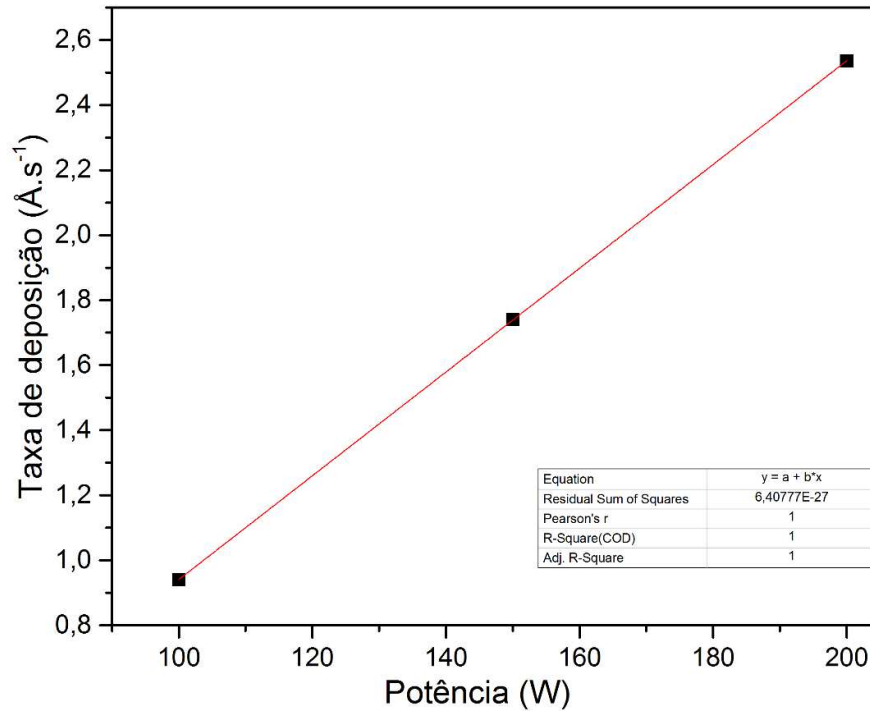


FIG 6.15 Gráfico do comportamento da taxa de deposição dos filmes finos de SiO<sub>2</sub> em função da potência empregada e o ajuste linear aplicado.

A FIG 6.16 apresenta os difratogramas dos filmes de SiO<sub>2</sub> fabricados. Pode-se observar que, devido à ausência de picos cristalográficos bem definidos em seu difratograma, o filme depositado apresenta característica amorfa ou nanocristalino. Entretanto, os filmes fabricados com 150W e 200W exibem uma tendência à cristalização dos filmes e também se observa o surgimento de picos de difração de baixa intensidade.

A tendência observada é esperada, pois filmes produzidos com maiores potências propiciam a chegada de mais átomos nos substratos (maior taxa de deposição) e com maior energia cinética, aumentando a temperatura do substrato em relação à ambiente.

A FIG 6.17 mostra a curva de transmitância dos filmes de SiO<sub>2</sub> fabricados em diferentes potências, enquanto FIG 6.18 expõe as análises de AFM dos mesmos filmes. As rugosidades dos filmes fabricados são apresentadas na TAB 6.8, mostrando que também não houve variação significativa da rugosidade em relação à

espessura depositada. Por infortúnio, não houve possibilidade da realização da análise por AFM dos filmes fabricado com 200 Watts.

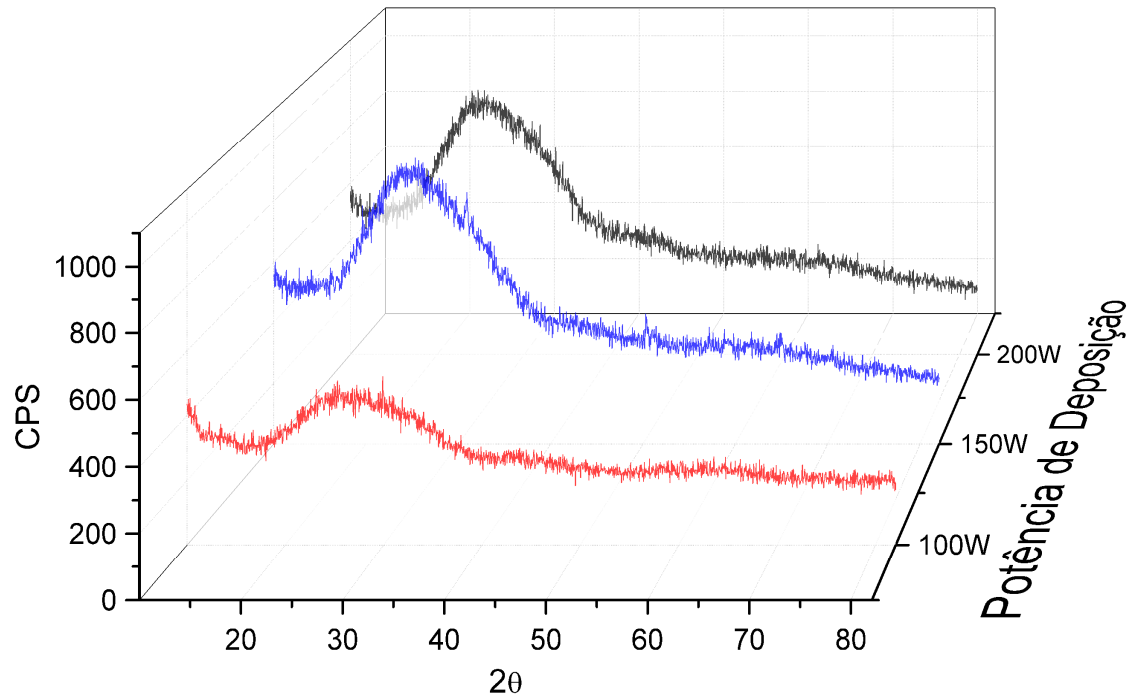


FIG 6.16 Difratoograma dos filmes finos de óxido de silício.

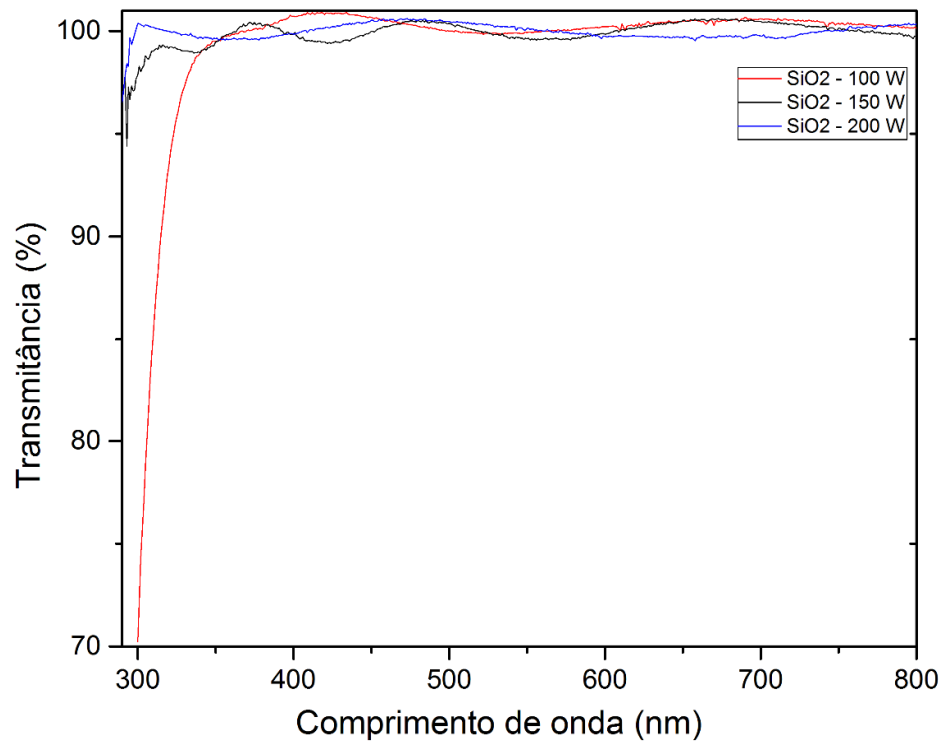


FIG 6.17 Espectros de transmitância dos filmes finos de SiO<sub>2</sub> para as diferentes potências empregadas com o mesmo tempo de deposição.



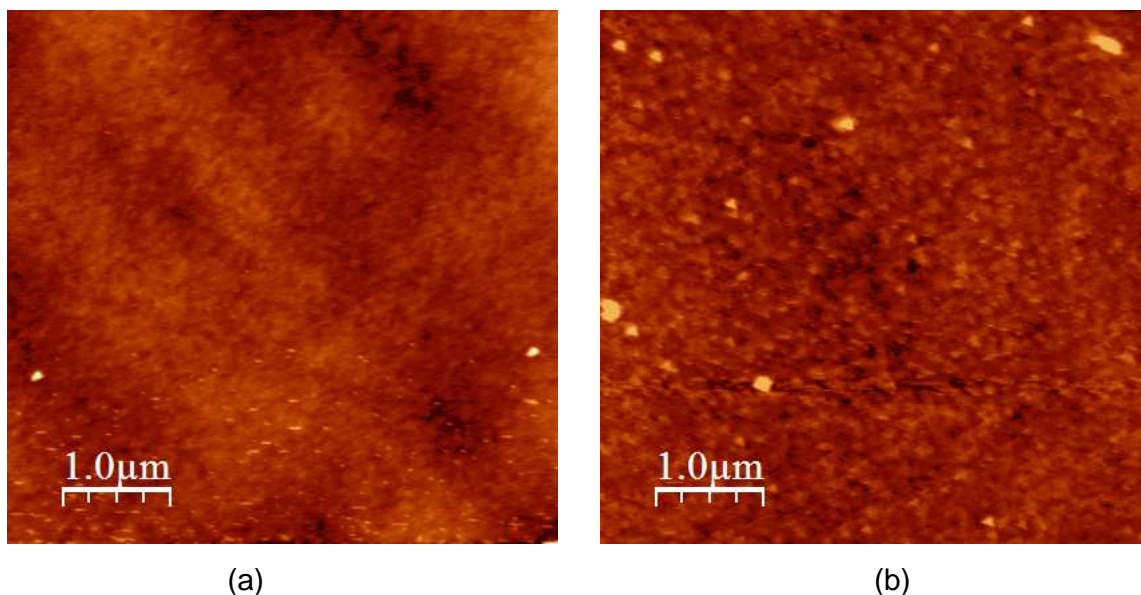


FIG 6.18 Imagens de AFM dos filmes de  $\text{SiO}_2$ : (a) filme fabricado com 100W de potência de deposição; (b) filme fabricado com 150W de potência de deposição.

TAB 6.8 Rugosidade dos filmes de  $\text{SiO}_2$  em função da potência de deposição.

POTÊNCIA (W)	RUGOSIDADE (nm)
100	0,65
150	0,94

Foi observado, com as imagens de AFM e com as análises de difração de raios X dos filmes de  $\text{SiO}_2$  fabricados, que potências acima de 150 W tendem ao crescimento de filmes cristalinos.

#### 6.8.4 PRODUÇÃO DE FILMES DE $\text{In}_2\text{O}_3$

O terceiro e último material, não menos importante que os anteriores, utilizado para a fabricação de filmes finos no sistema de deposição construído, é o  $\text{In}_2\text{O}_3$ . Reiterando, o  $\text{In}_2\text{O}_3$  é um material que apresenta várias aplicações práticas, pois pode

ser tanto um material com propriedades isolantes, depositado na sua forma estequiométrica, como um semiconductor quando depositado com deficiência de oxigênio e/ou dopado com algum material tetravalente.

A TAB 6.9 mostra os dados experimentais utilizados e obtidos pela deposição dos filmes de  $\text{In}_2\text{O}_3$ .

TAB 6.9 Parâmetros de deposições para os filmes finos de  $\text{In}_2\text{O}_3$ .

FILME	P (W)	$\Delta t$ (minutos)	$p$ (Pa)	$d$ (Å)	$T_x$ (Å/s)	$\rho$ ( $\mu\Omega \cdot \text{cm}$ )
1	20	60	$1,3 \times 10^{-1}$	2265	0,6	131
2	50	60	$1,3 \times 10^{-1}$	5272	1,4	138
3	80	60	$1,3 \times 10^{-1}$	10152	2,8	195
4	110	60	$1,3 \times 10^{-1}$	14282	3,9	120

A FIG 6.19 mostra a variação da taxa de deposição em função da potência utilizada. Como esperado, o mesmo comportamento linear foi observado para a variação da taxa de deposição com potência empregada, com um coeficiente de correlação de 0,996 (99,6%).

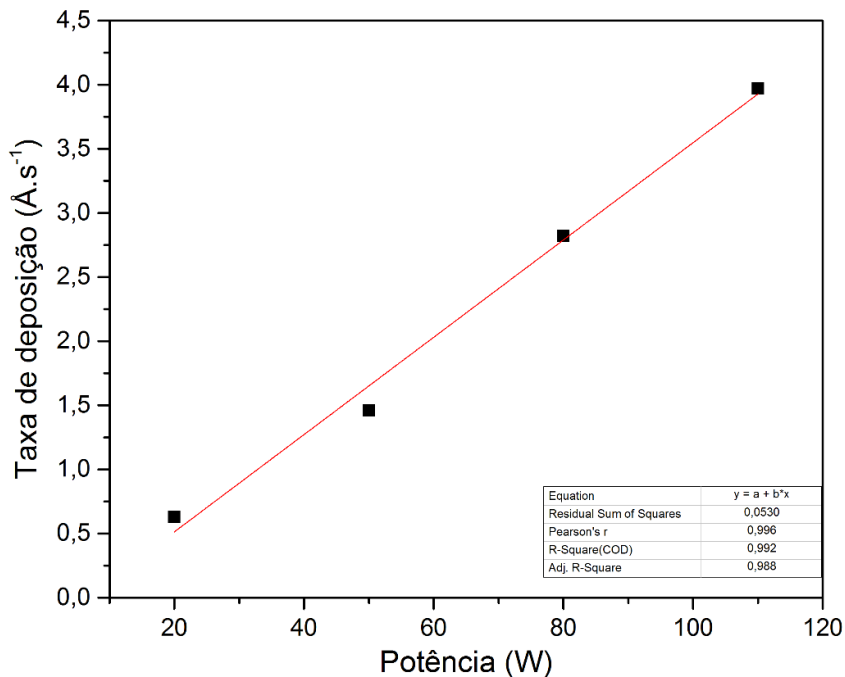


FIG 6.19 Gráfico da taxa de deposição dos filmes finos de  $\text{In}_2\text{O}_3$  em função da potência empregada, mostrando o ajuste linear.

Os valores das resistividades em função da espessura são apresentados na FIG 6.20, enquanto a FIG 6.21 mostra a transmitância dos filmes fabricados nas diferentes potências aplicadas.

Por infortúnio, os difratômetros, tanto do IME como do Centro Brasileiro de Pesquisas Físicas (CBPF), apresentaram problemas, forçando suas paralisações e impedindo que os filmes fabricados com 20W e 80W fossem analisados. Houve uma tentativa de realização da análise no INMETRO, mas devido a problemas internos (tempo de equipamento) não foi possível agendar este serviço. A FIG 6.22 apresenta o difratograma do filme com potência de 50W, enquanto a FIG 6.23 mostra o difratograma do filme fabricado com 110 Watts.

Analisando a FIG 6.20, observa-se que as variações, na resistividade em função das potências utilizadas, não oscilam de forma significativa, apresentando uma uniformidade em relação ao material na sua forma volumétrica. A baixa resistividade encontrada para o  $\text{In}_2\text{O}_3$  é uma evidência de que os filmes produzidos possuem deficiências de oxigênio.

Como é possível verificar na FIG 6.21, a variação da potência de deposição ocasionou um deslocamento na região de absorção fundamental entre os espectros de transmitância dos filmes finos de  $\text{In}_2\text{O}_3$  depositados. Observa-se que as arestas de absorção dos filmes depositados com 50W e 110W estão bem próximas umas das outras enquanto os filmes depositados com 20W e 80W possuem uma maior aproximação de suas arestas de absorção.

Os filmes de  $\text{In}_2\text{O}_3$  foram identificados com a ficha cristalográfica Star, NBS Pattern N° 00-006-0416. Analisando o difratograma do filme de 50W (FIG 6.23), observa-se que o pico mais intenso é o (222), apresentando crescimento preferencial nesta direção. Esta conclusão é em função do fato de que a relação de intensidades entre o primeiro e o segundo picos mais intensos não é de 36%, diferindo, portanto, do crescimento aleatório.

Os filmes crescidos com 110W apresentaram um crescimento preferencial na direção (400), possivelmente, fruto da maior energia cinética das moléculas ao se chocarem com o substrato, aquecendo-o.

Comparando as imagens de AFM dos filmes depositados com 50W e 110W (FIG 6.24), observa-se certa diferença em suas morfologias e uma variação significativa em suas rugosidades, que são apresentadas na TAB 6.10.

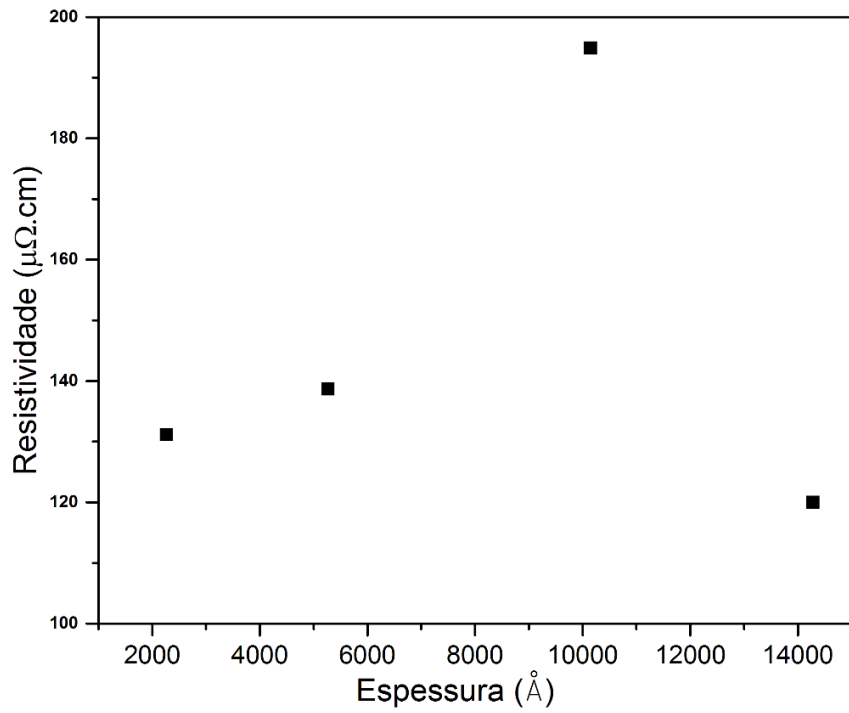


FIG 6.20 Gráfico da resistividade elétrica em função da espessura dos filmes finos de  $\text{In}_2\text{O}_3$  depositados.

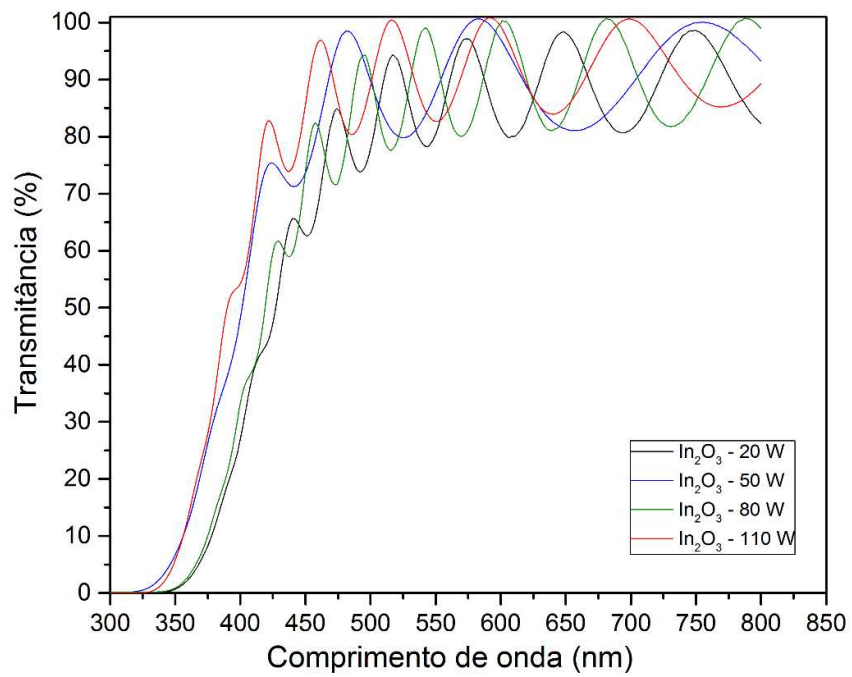


FIG 6.21 Espectros de transmitância dos filmes finos de  $\text{In}_2\text{O}_3$  para as diferentes potências empregadas.

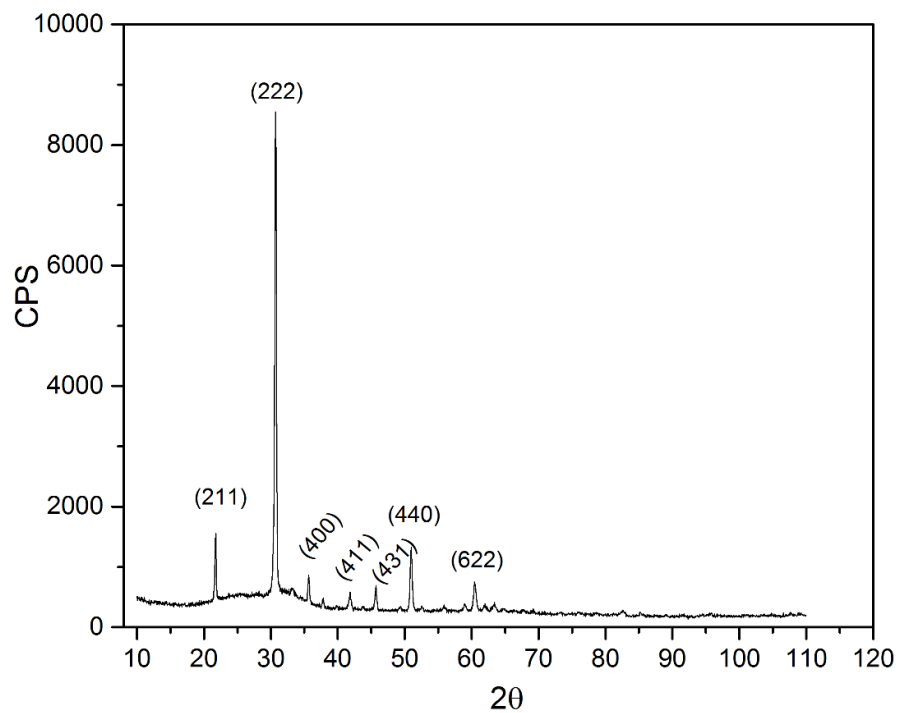


FIG 6.22 Difratoograma do filme fino de  $\text{In}_2\text{O}_3$  depositado com 50W.

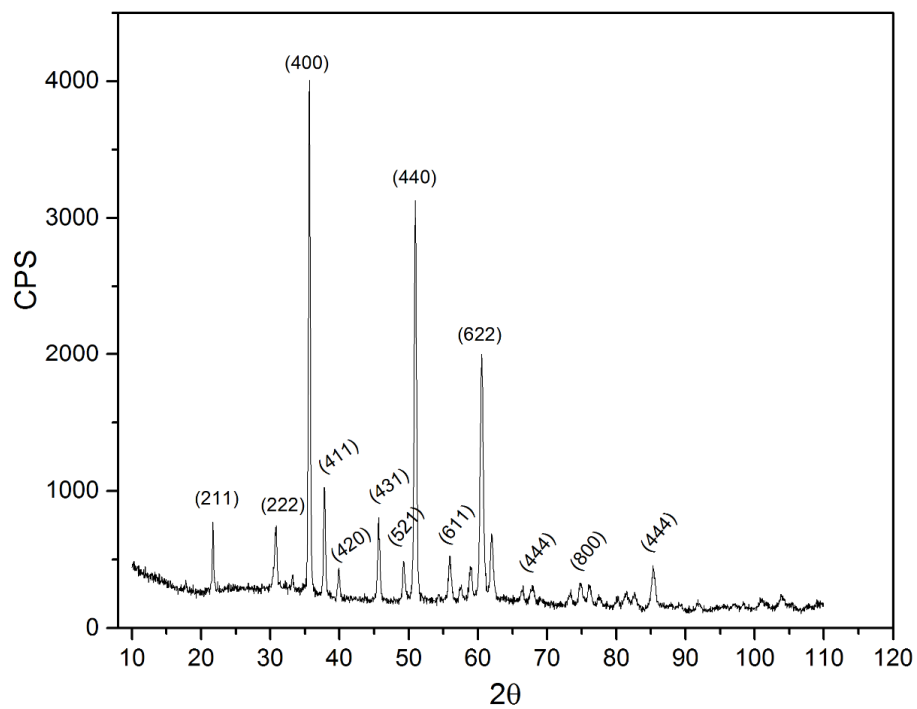


FIG 6.23 Difratoograma do filme fino de  $\text{In}_2\text{O}_3$  depositado com 110W

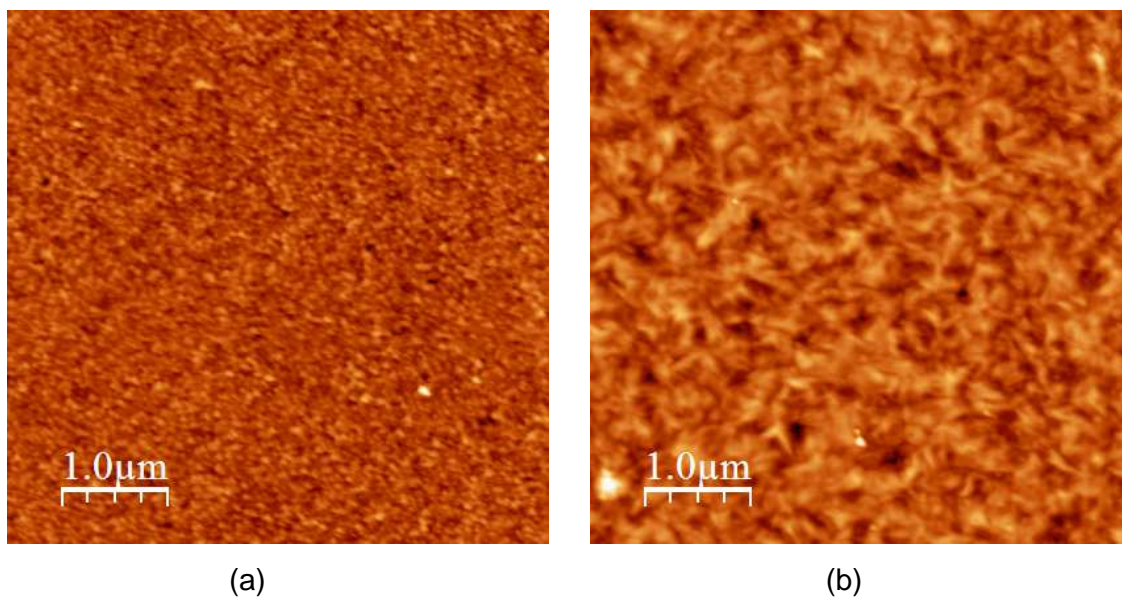


FIG 6.24 Imagens de AFM dos filmes de  $\text{In}_2\text{O}_3$ : (a) fabricado com potência de 50W e (b) com 110W.

TAB 6.10 Rugosidade dos filmes de  $\text{In}_2\text{O}_3$  em função da potência de deposição

POTÊNCIA (W)	RUGOSIDADE (nm)
50	1,6
110	6

Foi instalado um termopar no equipamento construído com objetivo de avaliar a temperatura dos substratos no momento da deposição. A TAB 6.11 apresenta os dados obtidos durante a pulverização do alvo de  $\text{In}_2\text{O}_3$ .

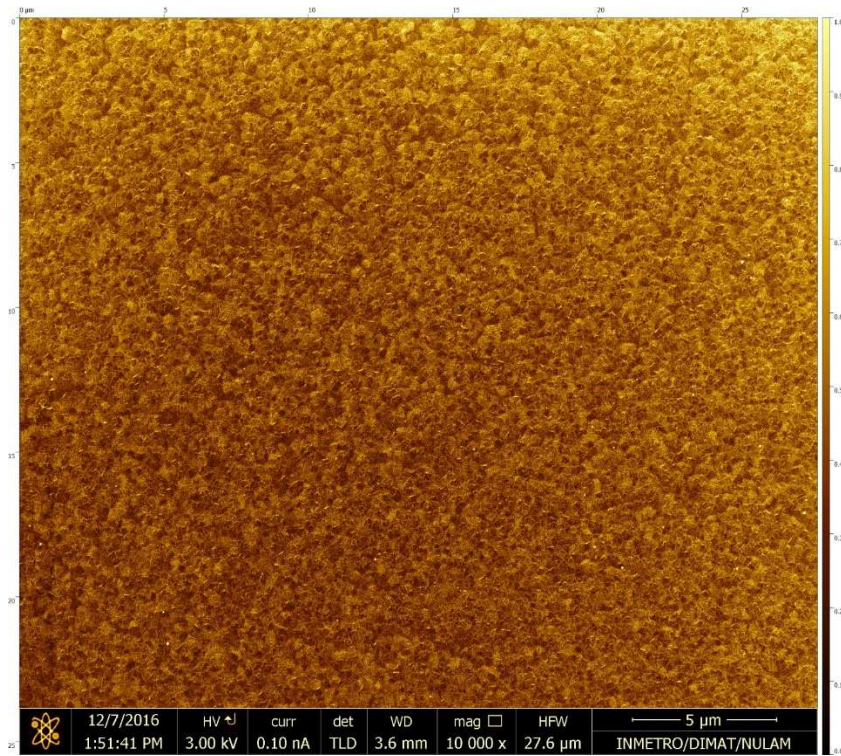
TAB 6.11 Temperatura dos substratos durante o processo de fabricação de filmes do filme de  $\text{In}_2\text{O}_3$ .

POTÊNCIA (W)	$\Delta t$ (minutos)	$p$ (Pa)	TEMPERATURA (°C)
20	60	$1,3 \times 10^{-1}$	43
50	60	$1,3 \times 10^{-1}$	54,4
80	60	$1,3 \times 10^{-1}$	68,7
110	60	$1,3 \times 10^{-1}$	81,3

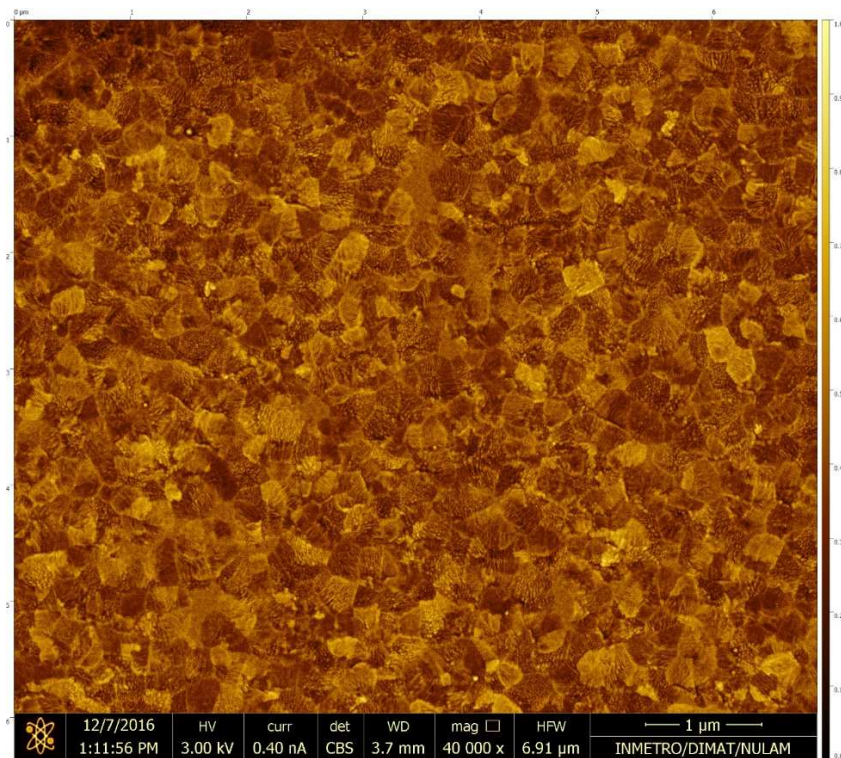
Em função dos dados, podemos observar que quanto maior a potência empregada, maior é a temperatura dos substratos. Este aumento de temperatura é proveniente da transformação da energia cinética das moléculas em energia térmica quando são depositadas nos substratos. Portanto, quanto maior a taxa de deposição, maior é a temperatura dos substratos. Este fato, apesar do baixo aumento de temperatura dos substratos, explicam as modificações cristalográficas e morfológicas observadas nos filmes depositados.

A fim de apresentar mais informações morfológica dos filmes de  $\text{In}_2\text{O}_3$  depositados, foi utilizado o microscópio de varredura HELIOS NANOLAB do Núcleo de Microscopia do INMETRO. Como havia disponibilidade para análise de apenas uma amostra, o filme fabricado com a potência de 110W foi o escolhido. A FIG 6.25 apresenta as imagens em diferentes resoluções.



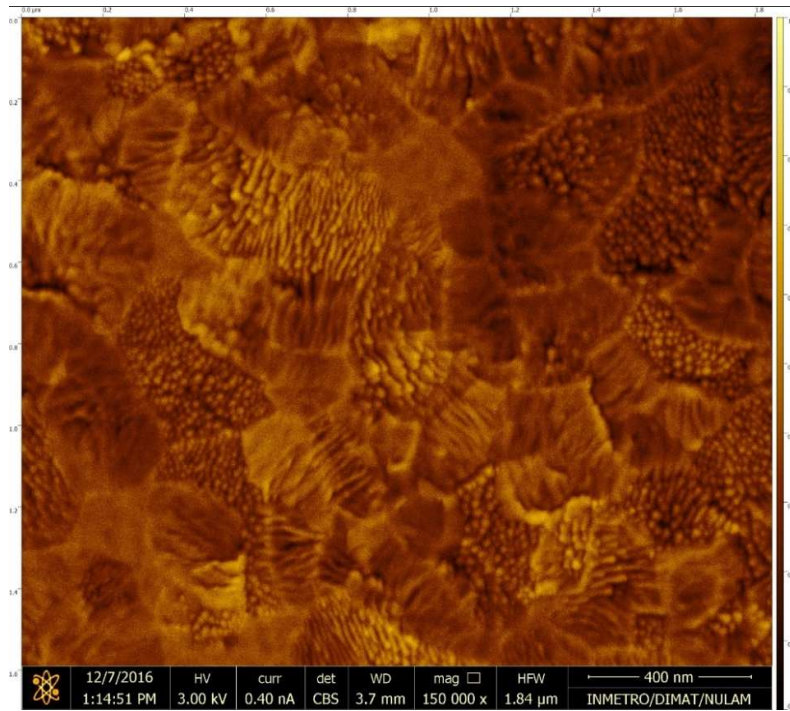


(a)

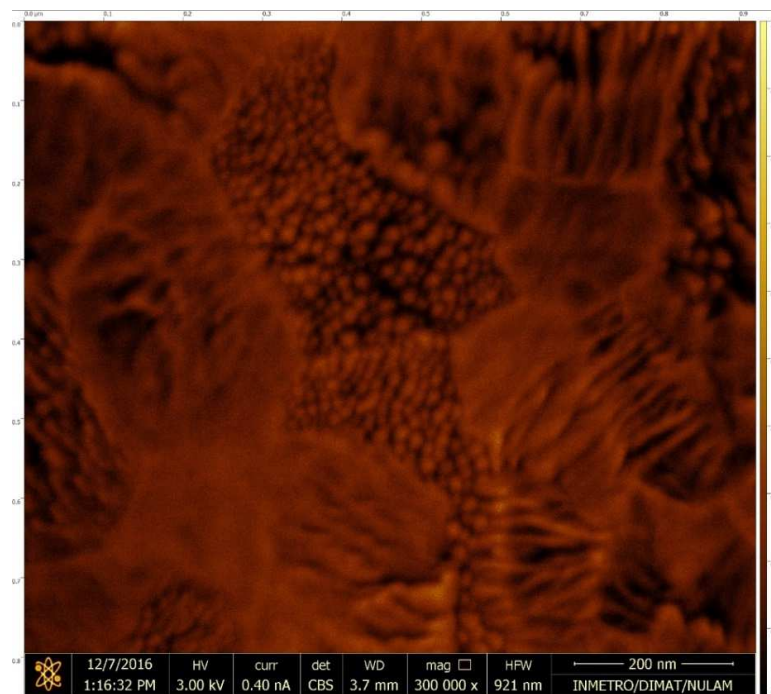


(b)





(c)



(d)

FIG 6.25 Imagens de microscopia eletrônica de varredura em diferentes escalas apresentando a estrutura do filme de  $\text{In}_2\text{O}_3$  fabricado com a potência de 110 Watts. (a)  $5\ \mu\text{m}$ ; (b)  $1\ \mu\text{m}$ ; (c)  $400\text{nm}$ ; (d)  $200\text{nm}$ .

Nas imagens de microscopia eletrônica de varredura, foi utilizado um filtro especial para este tipo de aplicação, com a finalidade de obtenção de uma melhor definição das imagens.

Como pode se observar, há estruturas fibrosas colunares crescidas, em feixe, em várias direções. Isso condiz com o modelo teórico proposto por Thornton em acréscimo ao modelo de zonas proposto por Movchan e Demchishin (MOVCHAN, 1969), que analisa a estrutura de filmes a partir do parâmetro de pressão do gás de deposição, o quociente entre a temperatura durante o processo de deposição e a temperatura do ponto de fusão do material.

Segundo o modelo teórico proposto por Thornton, o filme de óxido de índio depositado com 110 Watts de potência, provavelmente, encontra-se na Região T. A Região T é chamada de zona de transição que consiste em um arranjo de grãos fibrosos, com interligações densas e separadas por contornos não bem definidos (Fontana, 1997). Os filmes que apresentam estruturas nesta região possuem propriedades óticas e elétricas próximas do material utilizado como alvo, o que corrobora com os dados obtidos do filme de óxido de índio fabricado.

## 7 CONCLUSÃO

Com base no exposto, as seguintes conclusões, com relação ao desenvolvimento, construção e caracterização do sistema de deposição por pulverização catódica com fonte de radiofrequência assistida por campos magnéticos permanentes, construído nas dependências do LFF-IME, podem ser tiradas:

- O sistema de deposição foi construído, encontra-se operacional e foram realizados mais de 60 ciclos de deposição.
- O sistema foi caracterizado com três materiais com propriedades elétricas distintas, comprovando a sua funcionalidade.
- A interferência eletromagnética nos equipamentos eletrônicos de instrumentação pode ser eliminada com a utilização de um transformador isolador e a colocação de um fio terra de ponto único.
- Os resultados experimentais mostraram que o sistema possibilita a deposição de filmes com propriedades físicas, químicas e elétricas de alta qualidade, com taxa de deposição linear e boa uniformidade de espessura
- É desejável a mudança da bomba de difusão por uma bomba turbo molecular para evitar qualquer acidente devido a erros de operação com relação ao conjunto de válvulas do sistema de vácuo.

## 8 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ARCELOR MITTAL. **Aço inoxidáveis: aplicação e especificações**. Disponível em: <http://guides.com.br/home/wp-content/uploads/2011/12/inonx-apost-tec.pdf>. Acessado em 07 de Maio de 2017.

BAZZO, W.A, SILVEIRA, R.M.C.F. **Transformando a relação do ser humano com o mundo**. IX Simpósio Internacional Processo Civilizador, Tecnologia e Civilização, 2005.

BERRY, R.W., HALL, P.M, HARRIS, M.T. **Thin films technology**. 1<sup>o</sup> ed., LCCCN 68-25817, Van Nostrand Reinhold Company publication, New York, USA, 1968.

BOM, N. M.. **Propriedades físico-químicas de filmes finos de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> depositados por sputtering sobre Ge**. Dissertação de Mestrado, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, 2011.

BORTOLINE, M.S.. **Produção de filmes finos de dióxido de vanádio por pulverização catódica**. Instituto Militar de Engenharia – IME, 2003.

BRAUER, G., SZYSZKA VERGO, B.,M., BANDORF, R.. **Magnetron sputtering – milestones of 30 years**. Vacuum 84 (2010) 1354–1359.

BRUM, J. A. **FB604 – Física Estatística**. Disponível em: [http://sites.ifi.unicamp.br/brum/files/2014/01/F604\\_JAB\\_1s2011\\_P1\\_introd.pdf](http://sites.ifi.unicamp.br/brum/files/2014/01/F604_JAB_1s2011_P1_introd.pdf). Acessado em 07 de Abril de 2017.

CADILLO, R.F. **Microestruturas em Filmes Finos de WO<sub>3</sub> – Aplicações em microbaterias**. Tese de Doutorado, Universidade Estadual de Campinas, 2007.

CHAPMAN, Brian. **Glow discharge processes**. Sputtering and plasma etching, ISBN 0-471-07828. Wiley-interscience publication. United States of America. 1980.

DAMIANI, L. R. **Filmes de óxido de índio dopados com estanho depositados com magnetron sputtering**. Dissertação de Mestrado, Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, 2010.

DEPLA, D., STRIJCKMANS, K., DE GRUYSE, R. **The role of the erosion groove during reactive sputter deposition**. Surface & Coatings Technology 258 (2014) 1011–1015.

- DUSHMAN, S., LAFFERTY, J.M. **Scientific foundation of vacuum technique**. 2<sup>o</sup> ed, LCCCN 6117361, Jonh Wiley & Sons publication, United States of America, 1966.
- EDAWRDS VACUUM, **Safe data sheet - Santovac®5 polyphenyl eter lubricant**. Santolubes LLC, PO Box 6740.
- FILHO, S. E. **Magnetron sputtering planar construção e aplicação**. Dissertação de Mestrado, Instituto de Física Gleb Wataghin, Universidade Estadual de Campinas – Unicamp, 1991
- FONTANA, L. C.. **Estudo da deposição de filmes de Ti e TiN e desenvolvimento do sistema modificado *Triodo-Magnetron-Sputtering***. Tese de Doutorado, Universidade Federal de Santa Catarina, 1997.
- GARCÍA-ALONSO, A., ARTÁZCOZ, J., CASTRAÑO, E., OBIETA, I., GRACIA, F.J.. **Mechanical and eletrical properties of SiO<sub>2</sub> thin films r.f. sputtered on non-silicon substrates for mechanical sensors**. Sensors and Actuators A, 37-38 (1993) 57-60.
- HELL HORKEL, J. M, NEUBAUER, E., EISENMENGER-SITTNER, C.. **Construction and characterization of a sputter deposition system for coating granular materials**. Vacuum 84 (2010) 453–457.
- IZUMI, F. **Produção e caracterização de filmes finos amorfos para aplicação em dispositivos fotônicos**. Dissertação de Mestrado, Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, 2012.
- KARTHIKEYAN, S., HILL, A.E., PILKINGTON, R.D. **The deposition of low temperature sputtered IN2O3 films using pulsed d.c. magnetron sputtering from a powder target**. Thin Solid Films 550 (2014) 140-144.
- KELLY, P.J., ARNELL, R.D.. **Magnetron sputtering: a review of recent developments and applications**. Vacuum 56 (2000) 159}172.
- KLOECKNERMETALS. **Manual Técnico de aço inoxidável**. Disponível em: <http://www.kloecknermetals.com.br/pdf/3.pdf>. Acessado em 7/05/2017.
- MAISSEL, L.I, GLANG, R. **Handbook of Thin Film Technology**. 1<sup>o</sup> ed, LCCCN 73-79497, McGraw-Hills Inc., United States of America, 1970.
- MELLO, A. **Filmes finos cristalinos de hidroxiapatita: Uma abordagem original com magnetron sputtering de Alvos Opostos**. Tese de Doutorado, Instituto Militar de Engenharia – IME, 2007.

- MOUTINHO, A.M.C., SILVA, M.E.F, CUNHA, M.A.. **Tecnologia de vácuo**. 1º ed, Faculdade de ciências e tecnologia, Universidade Nova de Lisboa, 1980.
- MOVCHAN B. A. and DEMCHICHIN, A. V. - **Phys. Met. Metallogr.** 28, p. 83-90, 1969 (in [64]).
- MUSIL, J., BAROCH, P., VLCEK, J., K.H. NAM, HAN, J.G.. **Reactive magnetron sputtering of thin films: present status and trends**. Thin Solid Films 475 (2005) 208– 218.
- NANCHEVA, N., DOCHEVA, P., MISHEVA, M. **Defects in Cu and Cu–O films produced by reactive magnetron sputtering**. Materials Letters 39 \_1999. 81– 85.
- NASCIMENTO, I. O.. **Construção de um aparato experimental para monitoramento *in situ* da deposição de filmes finos de titânio por magnetron sputtering**. Dissertação de Mestrado, Universidade Federal do Rio Grande do Norte, 2011.
- OHRING, M. **The materials science of thin films**. ISBN 0-12-524990-X, Academic Press publication, United States of America, 1992.
- POELMAN, H., EUFINGER, K., DEPLA, D., . POELMAN, D. **Magnetron sputter deposition for catalyst synthesis**. Applied Catalysis A: General 325 (2007) 213– 219.
- QUADROS, H. B. **Avaliação das características resistivas de filmes finos absorvedores de radiação eletromagnética**. Trabalho de Conclusão de Curso em Engenharia Aeroespacial, Universidade Federal de Santa Catarina, 2014.
- REDDY, I.N., RAJAGOPAL REDDY, V., SRIDHARA, N., BASAVARAJA, S., VENKATANARAYANA, M., RAO, V.S., SHARMA, A.K., DEY, A.. **Development of SiO<sub>2</sub> based thin film on metal foils for space application**. Ceramics International 39 (2013) 8493-8498.
- SANTOS, B. C. **Correlação entre a morfologia e o transporte de elétrons em filmes finos de ferro**. Universidade Federal do Rio Grande do Sul, 2010.
- SILVEIRA, M. A.. **Desenvolvimento de um Sistema de Pulverização Catódica com Múltiplos alvos**. Dissertação de Mestrado, Departamento de Engenharia Elétrica, Universidade Estadual de Campinas – Unicamp, 1988.
- SCHMID, G., EISENMENGER-SITTNER, C., HELL, J., HORKEL, M., KEDING, M., MAHR, H.. **Optimization of a container design for depositing uniform metal coatings on glass microspheres by magnetron sputtering**. Surface & Coatings Technology 205 (2010) 1929–1936.

SOMOGYVÁR, Z. LANGER G.A, ERDÉLYI G., L. BALÁZS. **Photocatalytic TiO<sub>2</sub> films deposited on cenosphere particles by pulse magnetron sputtering method.** Vacuum 85 (2011) 1026 e 1031.

SOMOGYVÁRI Z., LANGER G.A., ERDÉLYI G, L. BALÁZS. **Sputtering yields for low-energy Ar<sup>+</sup>- and Ne<sup>+</sup>-ion bombardment.** Vacuum 86 (2012) 1979e1982.

TEOR DO AÇO INOXIDÁVEL. Disponível em: <http://arinox.com.br/blog/composicao-do-aco-inox/>. Acessado em 7/05/2017.

UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO. **Instituto de Física. Curso de tecnologia de vácuo: Bombas [online].** Disponível em: <http://portal.if.usp.br/labdid/sites/portal.if.usp.br/labdid/files/bombas.pdf>. Acessado em 08 /05/ 2017.

VASCONCELOS, G. **Estudo e desenvolvimento de suportes refratários para fusão e a evaporação de urânio metálico.** Tese de Doutorado, IPEN, 2004.

YOUNG-WOO KIM, YONGHYUN KIM, DAECHUL KIM. **Development and characterization of toroidal magnetron sputtering system for thin films deposition.** Thin Solid Films 518 (2010) 6650–6653.