

4

Sensor de deformação

4.1.

Introdução

Um sólido ou um líquido cuja espessura assume valores muito inferiores em comparação com as outras duas dimensões, é denominado de filme ou película. Um filme fino é aquele que possui espessura inferior a 1 μm .

As principais aplicações dos filmes finos são as produções de dispositivos eletrônicos e optoeletrônicos [33], a partir da deposição de multicamadas de isolantes, condutores e/ou semicondutores. Ao lado destas, estão também as aplicações em revestimentos protetores, em particular os de alta dureza, para matérias sujeitos a desgaste, corrosão ou oxidação.

O interesse nos filmes finos veio acompanhado com a necessidade do desenvolvimento de instrumentos e técnicas, para a caracterização dos filmes finos [34]. A análise da resposta mecânica de filmes finos é muito importante em dispositivos optoeletrônicos integrados. Pois seu desempenho está diretamente ligado a suas propriedades mecânicas. Diferencias entre os valores dos coeficientes de expansão térmica do filme e do substrato, de seus parâmetros de rede, assim como o crescimento do filme em condições de não equilíbrio, estão entre as principais causas de tensões residuais do filme depositado [35]. A medição in situ e em tempo real das tensões residuais induzidas nos filmes pode auxiliar no processo de controle de suas causas durante a deposição

4.2.

Formação de filmes finos

Normalmente os filmes são formados pela condensação de átomos ou moléculas de um vapor sobre o substrato. O processo de condensação se inicia pela formação de pequenos aglomerados de material, denominados núcleos, espalhados aleatoriamente sobre a superfície do substrato. Forças de atração eletrostáticas são as responsáveis pela fixação dos átomos à superfície. O

mecanismo de fixação é denominado adsorção química quando ocorre a transferência de elétrons entre o material do substrato e a partícula depositada. Átomos adsorvidos migram sobre a superfície do substrato interagindo com outros átomos para formar os núcleos. O processo é denominado nucleação. À medida em que mais átomos interagem os núcleos crescem. Quando os núcleos entram em contato uns com os outros ocorre a coalescência que resulta em estruturas maiores. O processo continua formando canais e buracos de substrato exposto, preenchidos com novos núcleos até a formação de um filme contínuo com esquematizado na Figura 4.1.[36,37].

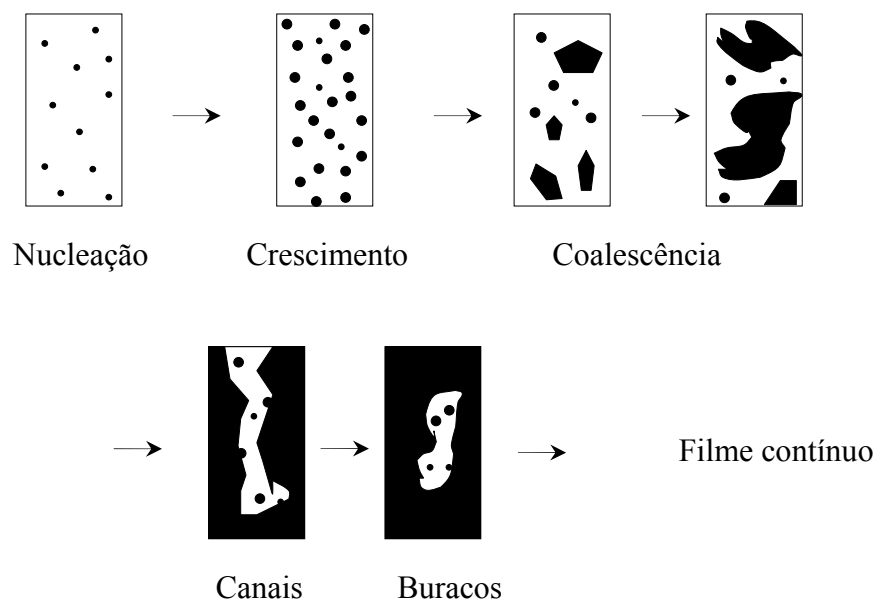


Figura 4.1 - Representação esquemática dos estágios do crescimento do filme.

4.3.

A tensão residual em filmes finos

A origem da tensão mecânica em filmes reside no processo de deslocamento relativo entre os átomos do filme e do substrato, e da presença de vínculos criados pelas ligações atômicas na interface filme-substrato, que restringem parcialmente estes deslocamentos [37]. São estas alterações nas posições dos átomos do filme que podem ocorrer durante ou após a deposição, que dão origem à tensão residual.

Duas questões surgem imediatamente: por que e como ocorrem os rearranjos atômicos no filme? A resposta para a primeira questão está no fato que

filmes recém depositados estão invariavelmente fora do equilíbrio, e o movimento atômico se dá na direção de um novo estado de equilíbrio ou em um de menor energia. Como o movimento dos átomos é apenas parcial, pois é restringido pelas ligações com o substrato, este estado de menor energia não é atingido, e o filme armazena uma energia elástica, ou seja, uma tensão mecânica. Sobre a segunda questão pode-se dizer que existem vários processos físicos de alteração do volume de um filme, como, por exemplo, dilatação ou contração térmica, mudanças na microestrutura e composição, e outros mecanismos [38].

4.3.1. Modelagem matemático da tensão residual

Pode-se calcular a tensão residual do filme a partir do raio de curvatura do sistema filme-substrato. A tensão pode ser de tração, quando o filme tende a se contrair paralelamente à superfície do substrato, ou pode ser de compressão, quando tende a se expandir (Figura 4.2). Em situações especiais, a tensão residual pode romper o filme, deslocando-o do substrato quando uma tensão de compressão estiver presente, ou trincando-o quando sob tração. A tensão gerada no filme é planar, estando distribuída no próprio plano do filme.

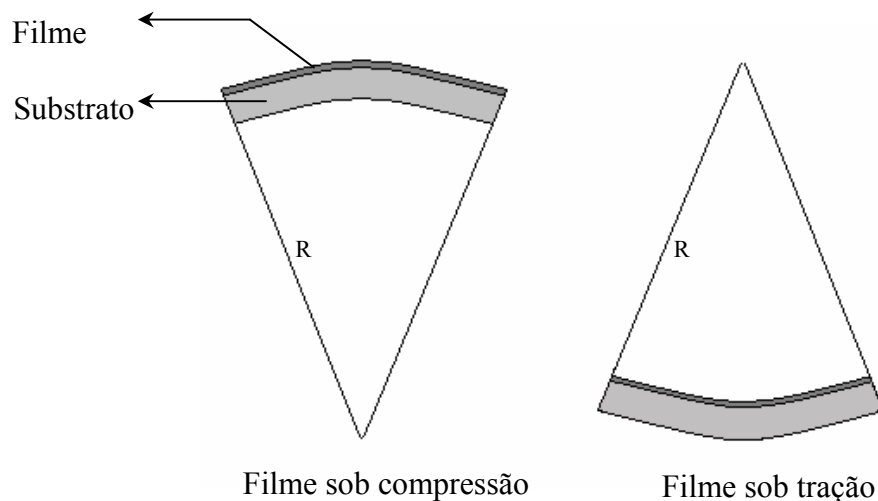


Figura 4.2 - Representação esquemática da geração de curvatura no sistema filme-substrato.

A tensão residual é determinada pela medida da deformação mecânica do sistema filme-substrato. Da teoria da elasticidade, é possível obter uma relação entre a deformação medida e a tensão mecânica que a gera [37].

A lei de Hooke para materiais isotrópicos e lineares é escrita como:

$$\begin{aligned}\varepsilon_x &= \frac{1}{E} [\sigma_x - \nu(\sigma_y + \sigma_z)] \\ \varepsilon_y &= \frac{1}{E} [\sigma_y - \nu(\sigma_z + \sigma_x)] \\ \varepsilon_z &= \frac{1}{E} [\sigma_z - \nu(\sigma_x + \sigma_y)]\end{aligned}\quad (4.1)$$

Para uma tensão planar e homogênea

$$\sigma_x = \sigma_y = \sigma \quad \sigma_{xy} = \sigma_{yx} = \sigma_z = 0$$

logo, a tensão mecânica é escrita como:

$$\sigma = -\frac{E}{(1-\nu)} \varepsilon_z \quad (4.2)$$

onde E é o módulo de elasticidade e ν é o coeficiente de Poisson,

$$\text{e, conseqüentemente, } \varepsilon_x = \varepsilon_y = \varepsilon \quad \text{e}$$

$$\varepsilon_z \neq 0$$

Aplicando estas relações para um filme depositado sobre um substrato na forma de uma tira de largura L , pode-se obter a tensão mecânica armazenada no filme após a relaxação por flexão do substrato.

Qualquer seção transversal do sistema filme-substrato estará em equilíbrio após as relaxações. Logo, a força e o momento resultante sobre ela devem ser nulos. Se F_f e F_s são as forças resultantes sobre o filme e o substrato respectivamente, aplicadas nos centros geométricos das duas seções retas (figura 4.3):

$$\text{a) } F_f - F_s = 0 \quad (4.3)$$

$$b) \quad F_f \left(\frac{t_f + t_s}{2} \right) = F_s \left(\frac{t_f + t_s}{2} \right) = M_f + M_s \quad (4.4)$$

onde M_f e M_s são os momentos resultantes da ação das forças F_f e F_s .

Pela teoria de elasticidade aplicada a flexões puras pode-se escrever:

$$F = \int_A dF = \int_A \sigma_y dA$$

$$M = - \int_A z dF = - \int_A z \sigma_y dA \quad (4.5)$$

$$\varepsilon_x = \varepsilon_y = - \frac{z}{R} \quad (4.6)$$

onde R é o raio de curvatura após a flexão do sistema.

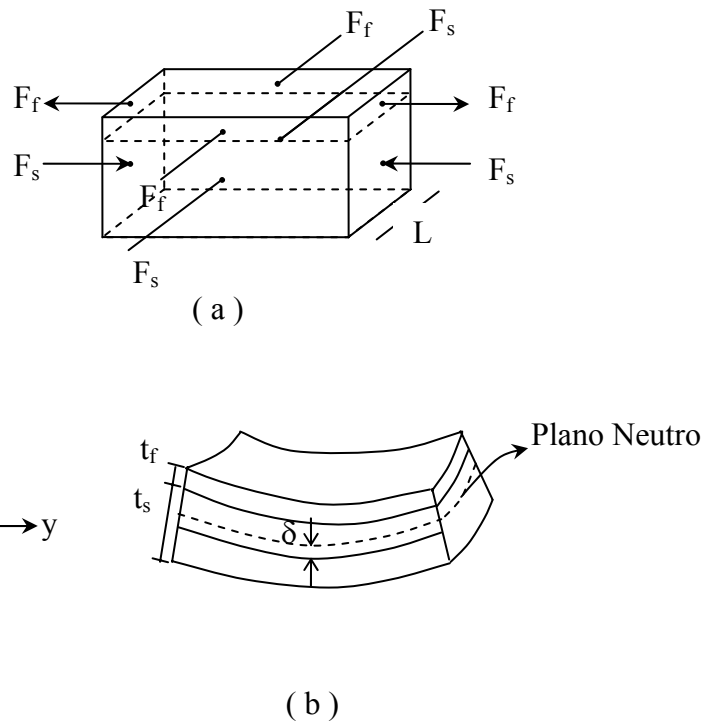


Figura 4.3 – (a) As forças resultantes aplicadas a um filme e seu substrato, para uma tensão mecânica de tração. (b) deslocamento δ do plano neutro, em relação a um sistema de coordenadas com origem em $t_s / 2$.

Nestas expressões, a coordenada z é orientada no sentido da curvatura do sistema e medida a partir de seu plano neutro. Sem a presença do filme, este plano

estaria situado no centro do substrato, ou seja, em $\frac{t_s}{2}$. Com a deposição do filme, o plano se desloca por δ em relação ao centro, como pode ser observado na Figura 4.3b.

Para um sistema de coordenadas com origem em $\frac{t_s}{2}$, a equação (4.6) para a deformação é reescrita como

$$\varepsilon_x = \varepsilon_y = -\frac{z - \delta}{R} \quad (4.7)$$

e da equação 4.2:

$$\sigma_x = \sigma_y = \sigma = -\frac{E}{1-\nu} \left(\frac{z - \delta}{R} \right) \quad (4.8)$$

Logo, a equação 5:

$$M = \frac{E}{(1-\nu)R} \int (z - \delta)^2 L dz \quad (4.9)$$

pois, $dA = L dz$

Pode-se, então, calcular os momentos utilizando-se:

$$M_f = \frac{E_f}{(1-\nu_f)R} \int_{\frac{t_s}{2}}^{\frac{t_s+t_f}{2}} (z - \delta)^2 L dz \quad (4.10)$$

$$M_s = \frac{E_s}{(1-\nu_s)R} \int_{-\frac{t_s}{2}}^{\frac{t_s}{2}} (z - \delta)^2 L dz$$

cujas soluções são

$$M_s = \frac{E_s L}{(1-\nu_s)R} \left(\frac{t_s^3}{12} + t_s \delta \right) \quad (4.11)$$

$$M_f = \frac{E_f L}{(1-\nu_f)R} \left(\frac{t_f^3}{12} + t_f \left(\delta - \frac{t_s + t_f}{2} \right)^2 \right)$$

O deslocamento δ pode ser calculado considerando-se a resultante das forças em uma seção reta do conjunto filme-subtrato. Para um sistema de coordenadas com a origem no plano neutro, tem-se:

$$\sum \int_A \sigma_y dA = \sum \int_A \frac{E}{(1-\nu)R} z dz = 0$$

$$E_s z^2 \Big|_{-\left(\frac{t_s}{2} + \delta\right)}^0 + E_s z^2 \Big|_0^{\left(\frac{t_s}{2} - \delta\right)} + E_f z^2 \Big|_{\left(\frac{t_s}{2} - \delta\right)}^{\left(\frac{t_s}{2} - \delta + t_f\right)} = 0$$

Obtendo-se:

$$\delta = \frac{E_f t_f (t_s + t_f)}{2(E_s t_s + E_f t_f)} \quad (4.12)$$

Como para filmes finos $\frac{t_f}{t_s} \ll 1$, $\nu_s \approx \nu_f$, mantendo apenas os termos lineares

em $\frac{t_f}{t_s}$, obtém-se:

$$\delta = \frac{E_f t_f}{2E_s}$$

$$M_s = \frac{E_s L t_s^3}{12(1-\nu_s)R} \quad (4.13)$$

$$M_f = \frac{E_f L}{(1-\nu_s)R} \left(\frac{t_f^3}{12} + \frac{t_f + t_s^2}{4} \right) \approx \frac{E_f L}{(1-\nu_s)R} \frac{t_f t_s^2}{4}$$

Logo, das equações (4.4) e (4.11):

$$F_s = \frac{2(M_f + M_s)}{(t_f + t_s)} = \frac{1}{(t_f + t_s)} \left[\frac{E_s L t_s^3}{(1-\nu_s)R} \left(\frac{1}{6} + \frac{E_f t_f}{2E_s t_s} \right) \right]$$

$$\frac{E_s L t_s^2}{6(1-\nu_s)R}$$

Portanto, a tensão média $\langle \sigma \rangle$ do filme após o relaxamento da tensão por flexão pode ser calculada através de [39]:

$$\langle \sigma \rangle = \frac{F_f}{L t_f} = \frac{E_s}{6(1-\nu_s)R} \frac{t_s^2}{t_f} \quad (4.14)$$

4.3.2. Técnicas de medida da tensão residual

A tensão mecânica que permanece armazenada em um filme, chamada tensão residual, é determinada pela medida da deformação mecânica do próprio filme ou do sistema.

Existem vários métodos para medir a tensão residual, como a medida da curvatura do substrato que pode ser usada para indicar a tensão média sobre uma grande área do filme [40].

Um segundo método é através da espectroscopia Raman. Através da medição de espalhamento de luz pelo filme é possível obter a variação nas frequências da luz. A variação na frequência do fóton é proporcional à tensão. No entanto, a espectroscopia Raman somente pode ser aplicada a materiais cristalinos, tem precisão limitada e requer um tempo considerável para ser efetuada. Todos estes fatores são limitantes para a aplicação desta técnica na medição de tensão de filmes.

Um terceiro método usa a difração de raios X [41]. A difração de Raios X pelo filme é detectada e a dimensão de uma célula unitária do material do filme é determinada. A deformação elástica pode ser então, determinada por comparação da dimensão medida da célula unitária em uma amostra não tensionada do mesmo material. A partir da deformação, a tensão pode ser calculada usando as equações de elasticidade. No entanto, o método que utiliza Raios X tem as seguintes limitações: 1) é difícil de aplicá-lo para determinar a tensão em áreas muito pequenas de um filme (por exemplo, áreas com dimensões lineares de 10 μm ; e 2) é praticamente impossível realizar este tipo de medida *in-situ*, ou seja durante a deposição do filme fino. Como consequência, a técnica de Raios X tem aplicabilidade limitada para a medição de tensões de filme em um ambiente de processamento de dispositivos optoeletrônicos e circuitos integrados.

A curvatura de um substrato pode ser medida por vários métodos que incluem variação de capacitância, um método de varredura laser (*laser scanning*) ou um método de medição por deslocamento de não contato utilizando uma fibra óptica.

O método por capacitância fornece a variação do valor da capacitância entre o substrato e um eletrodo devido à curvatura do substrato durante a deposição de

um filme fino. Esta variação está diretamente relacionada com a tensão presente no filme. Apesar da sua simplicidade, esta técnica não é aplicável em filmes finos fabricados pelo método de pulverização catódica com radio frequência assistida por campo magnético (“*rf magnetron sputtering*”) devido à interferência eletromagnética.

O método de varredura à laser utiliza um fotodiodo com sensibilidade à posição para medir a variação do ângulo de reflexão de um feixe de laser que incide sobre o substrato na face oposta a qual foi depositado o filme. A deflexão do feixe refletido, devida à curvatura do substrato, é utilizada para calcular a tensão no filme.

Recentemente foi proposto um novo método para a medição “*in situ*”, que emprega um “*strain gage*”, esta técnica apresenta certa desvantagem em relação à técnica proposta nesta dissertação, no caso onde é usado o strain gage existe interferência eletromagnética o que pode perturbar a medição. O que não acontece quando usamos redes de Bragg a fibra óptica . [42].

4.4. Metodologia

Nas seguintes seções serão apresentados os procedimentos utilizados para a determinação da tensão residual, usando um sensor de deformação a fibra óptica baseado em redes Bragg que mede deformações *in situ* do substrato durante deposição [36] e um outro método que emprega medições “*ex situ*” da curvatura do substrato e se fundamenta na equação de Stoney [43]. O primeiro método, permite a determinação “*in-situ*” de tensões residuais em filmes finos sólidos e se baseia na utilização de um transdutor de deformação, baseado em redes Bragg a fibra óptica, para medir deformação do substrato presente na interface filme-substrato. Alterações que se originam no valor do comprimento de onda da rede de Bragg estão diretamente relacionadas com esta tensão. Esta técnica, desenvolvida pelo nosso grupo foi objeto de um relatório de patente [44,45].

4.4.1. Montagem experimental

A montagem experimental utilizada para a medição de tensão residual durante a deposição do filme é ilustrada na Figura 4.4. O substrato instrumentado com a fibra óptica contendo duas redes de Bragg é colocado dentro da câmara de deposição. A fibra óptica estava posicionada de maneira tal que sua extremidade saía por um orifício da câmara (“*feed-through*”), e estava conectada a um acoplador 2x1 (50/50). Do outro lado do acoplador, estavam conectados uma fonte de luz de banda larga, obtida a partir da emissão espontânea de íons de Érbio em uma fibra dopada com Érbio “*Amplified spontaneous emission*” (ASE) (marca EXFO, modelo FLS-2300B) e um medidor de comprimento de onda (marca Burleigh, modelo Multiline Wavemeter WA-7600). Durante a deposição do filme, as duas redes de Bragg eram iluminadas pela fonte ASE, e o espectro medido pelas redes de Bragg é medido pelo wavemeter e utilizado para monitorar a deformação do substrato. A magnitude das incertezas associadas à medição do comprimento de onda empregando-se este aparato é da ordem de 2 pm.

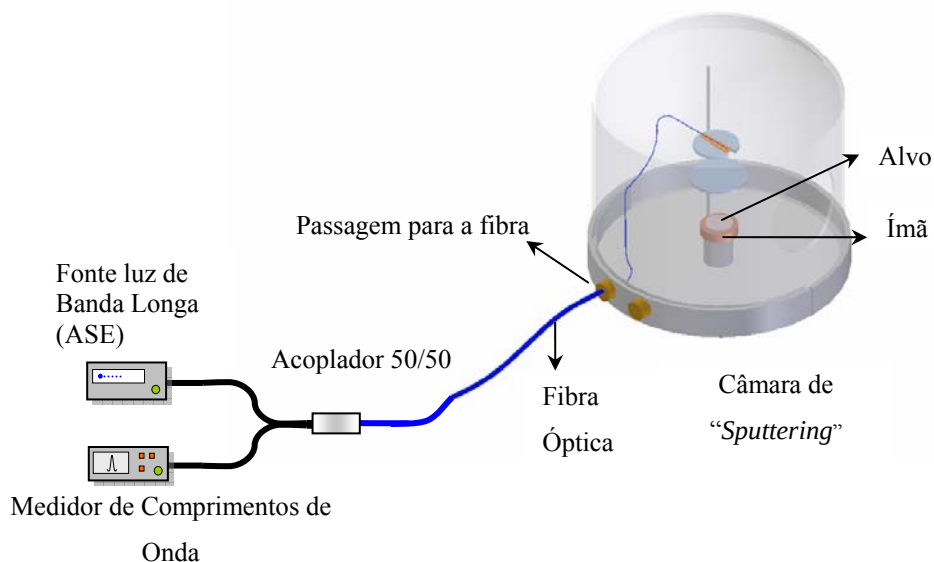


Figura 4.4 – Esquema da experimental para a medição de tensão residual usando redes de Bragg a fibra óptica.

4.4.2.

Técnica empregada para a deposição dos filmes

A técnica de deposição utilizada foi a de pulverização catódica com radio frequência assistida por campo magnético (“*rf magnetron sputtering*”). Esta técnica envolve o transporte de átomos ou moléculas ejetados de uma fonte (alvo) para o substrato. Um sistema de “*sputtering*” consiste em uma câmara evacuada, em um alvo (cátodo) e em um substrato (ânodo). De modo geral, o “*sputtering*” catódico refere-se à erosão de um cátodo por bombardeio de íons que ocorre quando uma descarga elétrica ocorre entre eletrodos em um gás à baixa pressão. No processo de *sputtering* íons de gases inertes com carga positiva são acelerados em direção ao cátodo, a partir da descarga que é gerada entre os eletrodos. A erosão resulta da ejeção de átomos e grupos de átomos da superfície do cátodo como resultado de transferência de momento desde os íons de bombardeio. Parte do material ejetado do cátodo condensa sobre superfícies em torno do cátodo. Um campo magnético confina os elétrons produzidos na descarga nas proximidades da superfície do alvo. Assim, os íons têm uma probabilidade maior de atingir o alvo, o que faz com que a taxa de “*sputtering*”, nestes sistemas seja bem elevada. A Figura 4.5 mostra um esquema deste sistema e do substrato utilizado (no detalhe).

O procedimento de “*sputtering*” é promovido por uma fonte de radio frequência (*rf*) de 13,56 MHz através de um gerador da “*Advanced Energy*” modelo *RFX600* acoplado ao alvo em modo capacitivo. A potência de *rf* pode ser ajustada e, para as nossas deposições, foi variada entre 50 W e 300 W. Os parâmetros de deposição são selecionados conforme investigações prévias dos materiais a serem depositados [48]. O tempo de deposição é escolhido de tal forma que se torne fácil obter uma espessura com alta tensão interna sem problemas de adesão.

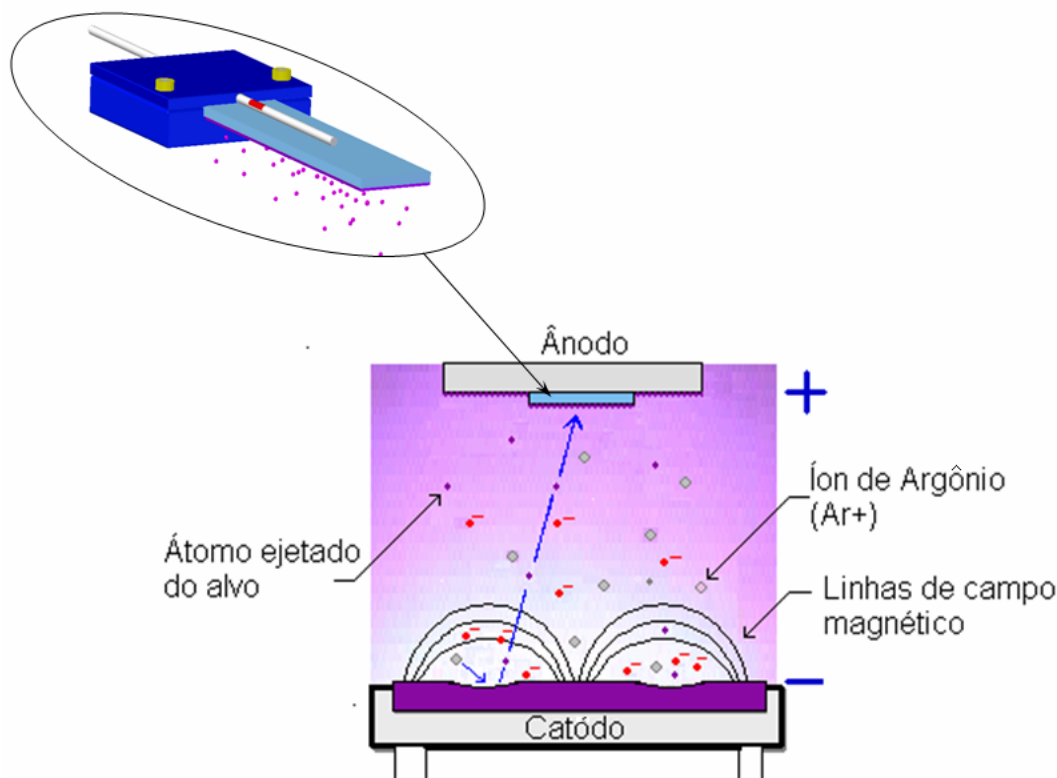


Figura 4.5 - Representação esquemática da pulverização catódica com radio frequência assistida por campo magnético ("rf magnetron sputtering") e do substrato utilizado (no detalhe).

Para o trabalho nesta dissertação foram feitas aproximadamente 15 deposições de filmes usando diferentes materiais: carbeto de silício (SiC), óxido de silício (SiO_2) e óxido de titânio-índio (ITO). O estudo foi focalizado no carbeto de silício (SiC), em razão de sua grande dureza.

4.4.3. Preparação dos substratos

Antes da deposição do filmes no substrato viga (sensor), é necessário realizar um procedimento rigoroso de limpeza do mesmo. O substrato deve estar com a superfície onde será depositado o filme suficientemente limpa para não haver falhas de adesão entre o substrato e o material que virá a ser depositado. Para assegurar uma limpeza efetiva, foi utilizado o seguinte procedimento:

- 1- Utilização de luvas para evitar a contaminação do substrato de substâncias tais como gorduras nas mãos.

- 2- Os substratos são colocados em um béquer contendo água destilada e detergente neutro. O béquer é aquecido até a temperatura de ebulição da solução. Em seguida, a solução de água destilada e detergente é substituída por água destilada pura que é novamente aquecida. Este procedimento de troca da água destilada se repete até que não haja mais a formação de espuma, ou seja, até que não haja mais detergente na água. Feito isso, a água é aquecida novamente até a ebulição e deixada esfriar.
- 3- Posteriormente retira-se a água destilada, sendo substituída por álcool isopropílico, e leva-se ao agitador ultra-sônico por 5 minutos, visando eliminar quaisquer partículas que ainda estejam sobre o substrato. Após este procedimento, os substratos estão prontos para serem utilizados.

4.4.4.

Montagem do sensor de deformação com redes de Bragg.

Os elementos do sensor são:

1. Uma viga de aço usada como substrato, com comprimento de 65 mm, largura de 7,3 mm e espessura 90 μm .
2. Uma fibra óptica monomodo, contendo duas redes de Bragg com uma separação entre elas de 15 mm.
3. Um porta-substrato de aço inox em formato de disco, com uma fenda retangular de 10 mm de largura. Para o posicionamento do substrato foi feito um rebaixo na superfície do disco. Neste porta-substrato podem ser fixados outro substrato para a deposição de filmes finos juntamente com o sensor

Após a limpeza do substrato viga (sensor), a fibra óptica contendo as redes de Bragg foi colada na face oposta à superfície sobre a qual será depositado o filme, usando adesivo de acrilato comercial “*super bonder 460*”. A fibra óptica fixada sobre o substrato tinha duas redes de Bragg, sendo uma rede para o sensoramento somente da variação de temperatura, posicionada no ponto de fixação mecânica do substrato. A outra rede, usada no sensoramento simultâneo

da variação de temperatura e da deformação, estava afastada por 15 mm da primeira rede de Bragg, e ficava posicionada justo depois do engaste.

O substrato já instrumentado com a fibra óptica foi acoplado ao porta-substrato, sendo posicionado sobre o rebaixo e fixado firmemente ao porta-substrato por uma extremidade utilizando duas presilhas metálicas e parafusos (Figura 4.6)

Como a rugosidade da lâmina de aço empregada como substrato viga (sensor) era muito grande, dificultando a medição da espessura do filme depositado, foi fixado ao seu lado um substrato de silício que possui uma superfície bastante lisa, com geometria retangular 25 mm de comprimento por 10 mm de largura, e espessura de 450 μm , permitindo facilmente determinar a espessura do filme durante a medição com o perfilômetro.

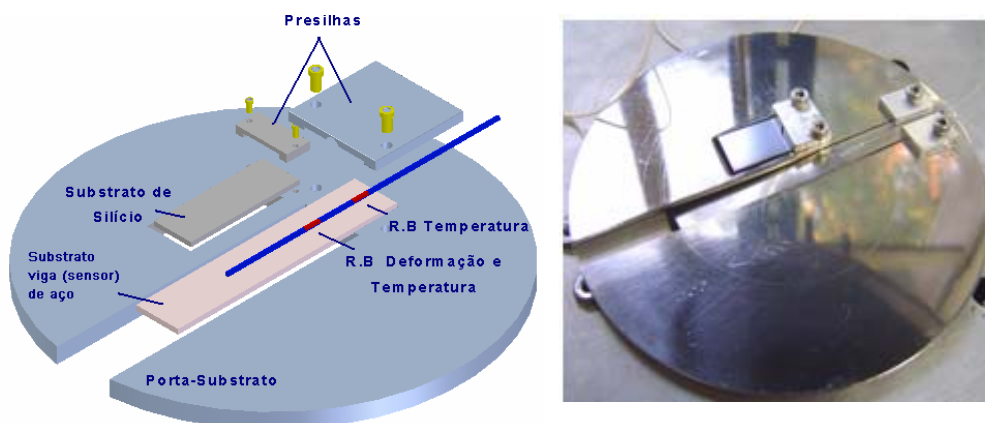


Figura 4.6 - Representação esquemática do porta-substrato e fotografia do sistema empregado no sensoriamento da deformação durante a deposição do filme.

4.4.5. Sensibilidade à temperatura

Como durante o processo da deposição o substrato viga (sensor) é aquecido devido à colisão das partículas contra o substrato, foi necessário realizar uma calibração de temperatura deste último, que permitisse determinar a resposta do substrato instrumentado, quando submetido somente a variações de temperatura.

A calibração consistiu em aquecer e resfriar o substrato a diferentes temperaturas: 0°C, 27°C e 47°C, usando um banho térmico, onde a temperatura era mantida constante por alguns minutos, e medindo as variações de onda das duas redes decorrentes desta variação de temperatura. A partir destes resultados foram obtidas as retas que melhor representam os pontos experimentais. A Figura 4.7 apresenta os gráficos correspondentes aos comprimentos de onda das duas redes em função da temperatura, juntamente com as curvas de ajuste. A partir da inclinação das retas foi possível obter a sensibilidade das redes a variação da temperatura, que é de 21 pm/°C para ambas.

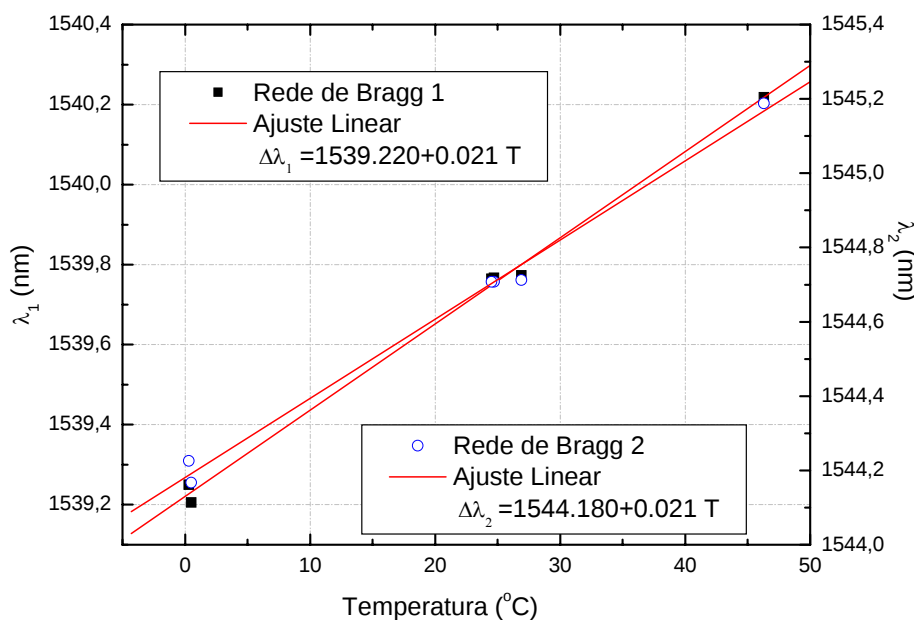


Figura 4.7 - Curva de calibração de temperatura das redes de Bragg coladas ao substrato viga (sensor) de aço.

4.4.6. Sensibilidade ao deslocamento

Analisando resultados preliminares, observou-se que, algumas vezes, a rede de Bragg para a medição de temperatura não estava funcionando de forma adequada. Constatou-se que isto ocorria quando esta rede não estava posicionada no local correto, ou seja, quando estava fora do engaste. Nestes casos, esta rede, que deveria ser imune a deformações, estava sendo afetada pelas mesmas.

Para verificar que a rede de Bragg para a medição da temperatura estava posicionada dentro do engaste e que fosse insensível à deformação, o substrato foi defletido aos poucos, usando um parafuso micrométrico, enquanto os comprimentos de onda das redes eram monitorados. A figura mostra um resultado obtido quando a rede para a medição de temperatura estava corretamente isolada de esforços mecânicos. Verificou-se que enquanto a rede colocada após o engaste sofre uma variação no comprimento de onda de 0,72 nm quando a extremidade livre é defletida por 0,65 mm. A rede posicionada no engaste apresenta uma variação de apenas 0,01 nm, que pode ser devido à variação de temperatura de até 1°C durante a realização do experimento. Esta rede não possui sensibilidade à deformação (figura 4.8), conforme o esperado.

Mesmo que este resultado mostrou que a rede posicionada dentro do engaste não apresentava variações significativas quando o substrato foi defletido. Deve-se verificar sempre se a rede de Bragg realmente está bem posicionada garantindo então sua imunidade à deformação.

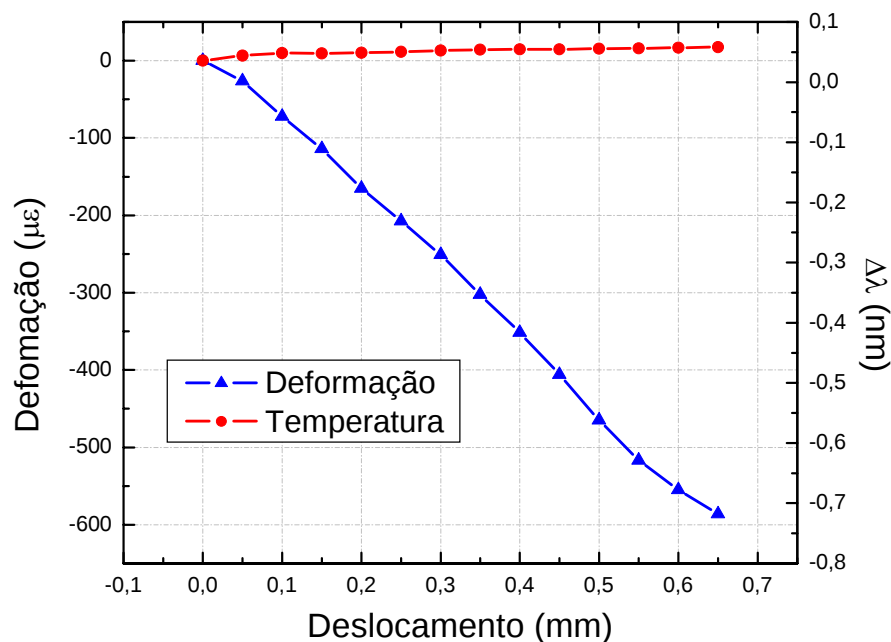


Figura 4.8 – Variação de comprimento de onda das redes de Bragg e seu correspondente valor de deformação em função do deslocamento quando o substrato é submetido a deflexão.

4.5.

Resultados e discussão

A metodologia experimental empregada foi descrita na seção anterior (4.4). As deposições foram realizadas no laboratório de filmes finos do Laboratório de Optoeletrônica Molecular, LOEM do Departamento de Física da PUC-Rio, e também no Laboratório de Caracterização de Superfícies da COPPE-UFRJ.

Será apresentado a seguir um exemplo típico dos resultados obtidos, mostrando as curvas de variação do comprimento de onda refletido pelas redes de Bragg em função do tempo de deposição. A partir destes dados são obtidas as variações de temperatura e deformação do substrato, de onde pode-se obter a tensão induzida no filme durante a deposição.

4.5.1.

Determinação de tensão residual usando redes de Bragg a fibra óptica

Os resultados que serão apresentados correspondem a uma deposição de Carbetto de Silício (SiC); os parâmetro de deposição utilizados foram:

Pressão de trabalho: $P_w = 5,5 \times 10^{-2}$ Pa

Potência de *rf*: 280 W.

Um resultado típico da resposta da variação do comprimento das redes de Bragg ($\Delta\lambda$) em função do tempo intervalo de deposição é apresentado na figura 4.9. Nesta figura são mostradas as duas curvas relativas às duas redes de Bragg.

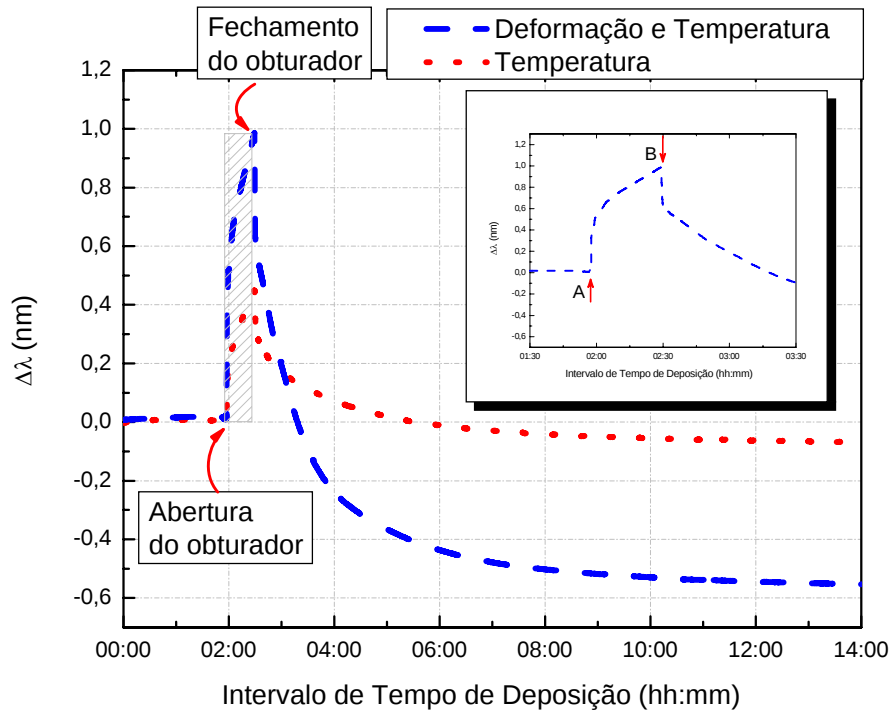


Figura 4.9 - Variação do comprimento de onda das redes em função do tempo de deposição para uma deposição de SiC com potência de rf igual a 280 W e pressão de trabalho igual a $4,1 \times 10^{-2}$ Torr

A região sombreada corresponde ao tempo durante o qual foi realizada a deposição. Nesta região podem ser observadas duas variações abruptas no comprimento de onda das redes, que correspondem ao início e ao final da deposição. Indicadas na figura com a letra A e B respectivamente.

Um aumento positivo dos comprimentos de onda refletidos pelas redes de Bragg pode ser dividido em duas partes: um salto inicial abrupto seguido por um comportamento de aumento suave. No caso da rede de Bragg que mede somente temperatura, o salto inicial é bem menor que no caso da rede de Bragg que mede tanto deformação quanto temperatura. O aumento suave, depois de alguns minutos, é observado para as duas redes de Bragg. O aumento do comprimento de onda ocorre durante o período em que o obturador está aberto e o substrato é exposto ao fluxo do material que está sendo depositado.

Quando o obturador é fechado e a rf desligada, se observa uma variação negativa do comprimento de onda refletido, sendo que, inicialmente também apresenta um comportamento abrupto.

Realizando uma compensação de temperatura entre a rede de Bragg que mede tanto deformação quanto temperatura e a rede que mede só a temperatura,

foi obtida uma curva de compensação, que se refere à variação do comprimento de onda correspondente somente aos efeitos de deformação intrínseca.

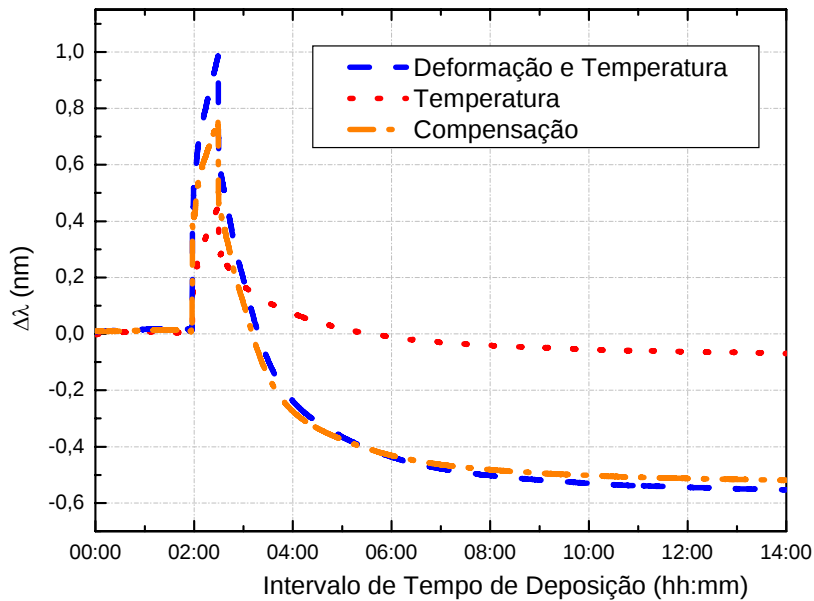


Figura 4.10 - Compensação de temperatura na variação do comprimento de onda em função do tempo de deposição.

A figura 4.11 mostra a foto do substrato após a deposição, na qual pode ser observada sua curvatura final devida à presença de tensões residuais.

Como o deslocamento δ observado é muito pequeno, não foi possível obter uma medição de seu valor.



Figura 4.11 - Foto do substrato que mostra a curvatura do substrato após a deposição de SiC.

Usando a equação 2.3 do capítulo 2 é possível transformar a variação de comprimento de onda em sua deformação equivalente. A partir desta deformação é determinada a tensão, usando a equação de Hooke, $\sigma = E\varepsilon$, onde E é o módulo de elasticidade do material que está sendo depositado e ε é a deformação, já calculada para cada instante, através da curva de compensação.

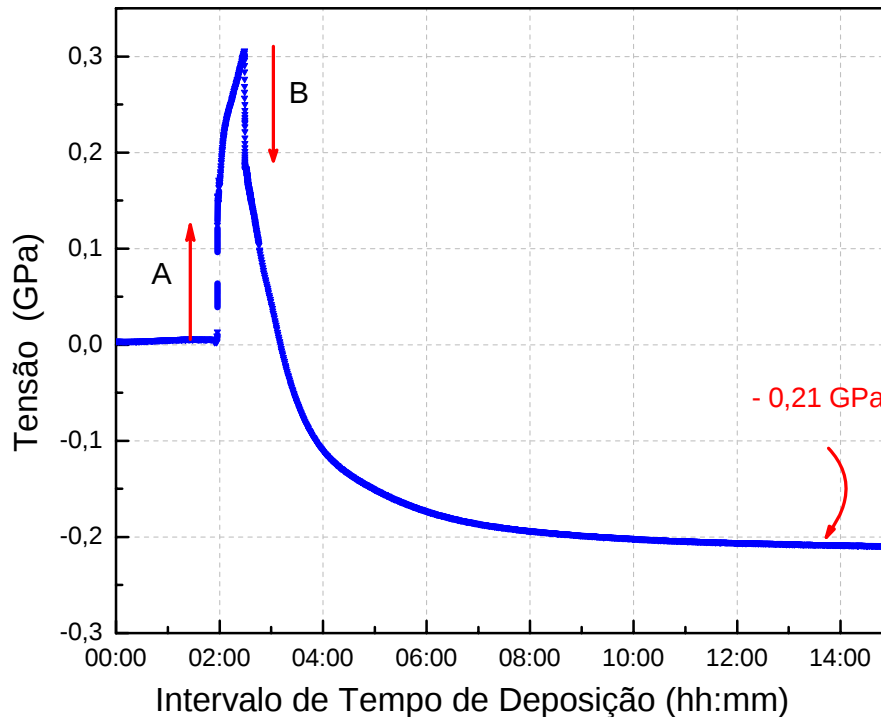


Figura 4.12- Variação da tensão em função do intervalo de tempo de deposição.

Observe que, mesmo depois de se subtrair o efeito da temperatura, a curva de tensão continua apresentando um salto inicial abrupto (A) seguido por um comportamento de aumento suave. Da mesma forma, permanece a variação negativa inicialmente abrupta (B).

Foram propostas duas possíveis explicações para estas variações abruptas da tensão. A primeira explicação alegava que, como o substrato era metálico, poderia estar sendo atraído pelo ímã presente no sistema perto do alvo, o que explicaria a variação positiva na tensão no início e negativa no final da deposição. Esta possibilidade é investigada na sequência.

A segunda explicação está relacionada à inércia térmica do engaste onde estava localizada a rede de Bragg para a medição de temperatura e também é investigada no item 4.5.1.1 desta dissertação.

Um outro resulta obtido é a variação da temperatura durante o tempo de deposição. Esta curva foi obtida a partir da rede de Bragg que monitorou somente a variação de temperatura e que era insensível a efeitos de deformação e sua calibração de temperatura (figura 4.7), usando a equação 2.5 do capítulo 2 foi obtida a curva da temperatura em função do tempo de deposição (figura 4.13).

A máxima variação de temperatura alcançada foi de aproximadamente de 22,5°C, que corresponderia a uma temperatura máxima de 50°C considerando que no início da deposição estava a temperatura ambiente (aproximamente 27°C).

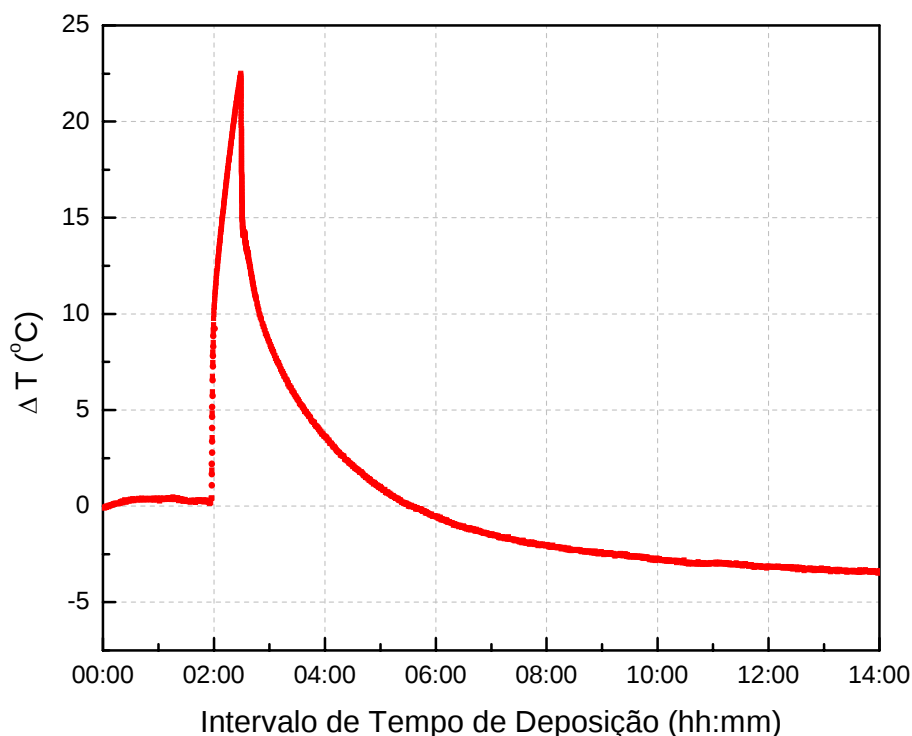


Figura 4.13 - Variação de temperatura em função do intervalo de tempo de deposição

A Tabela 4.2 resume os resultados de tensão residual para os diferentes materiais depositados. Pode-se ver, pelos resultados na tabela, que o sensor de deformação a fibra óptica baseado em redes Bragg tem uma larga faixa de operação, pois opera tanto em valores de tensão na ordem de dezenas de MPa, quanto na ordem de GPa. Os valores de tensão residual encontrados são coerentes com os valores esperados [47]. Por exemplo, para o filme de SiC, um material

duro, as tensões residuais medidas foram altas. Já para o SiO₂ e o ITO, materiais menos duros, as tensões residuais encontradas foram mais baixas. Estes resultados indicam que o sensor tem uma boa resposta.

Tabela 4.1 - Resultados de tensão empregando sensor de deformação usando redes de Bragg.

Tipo de Substrato viga (sensor)	Modulo de Elasticidade (GPa)	Material Depositado	Potencia (W)	Pressão de Trabalho (Torr)	Tempo da Deposição (min)	Tensão Residual
Aço	480	SiC	280	$4,1 \times 10^{-2}$	30	0,21 GPa
Aço	480	SiC	300	$1,5 \times 10^{-2}$	30	0,46 GPa
Aço	480	SiC	109	$2,4 \times 10^{-3}$	10	57,8 MPa
Aço	480	SiC	300	$1,5 \times 10^{-2}$	60	0,63 GPa
Aço	100	ITO	100	$1,5 \times 10^{-4}$	30	7,3 MPa
Aço	72	SiO ₂	50	$6,5 \times 10^{-3}$	60	11 MPa

A seguir, discutem-se as duas possíveis explicações para as variações abruptas da tensão durante a deposição dos filmes.

4.5.1.1.

Investigação da variação abrupta da tensão no substrato

Conforme mencionado acima, a curva da tensão durante a deposição do filme fino apresenta um salto inicial abrupto seguido por um comportamento de aumento suave, e uma variação negativa inicialmente abrupta. Foram propostas duas possíveis explicações para estas variações abruptas da tensão. A primeira explicação alegava que, como o substrato era metálico, poderia estar sendo atraído pelo imã presente no sistema perto do alvo, o que explicaria a variação positiva na tensão no início e negativa no final da deposição.

Para verificar esta possibilidade, foi proposto um teste que consistia em preparar todo o sistema utilizando o procedimento seguido para uma deposição. Uma vez alcançada a pressão de deposição, sem ligar o sistema, o obturador foi aberto e fechado para tentar verificar se era produzida alguma deformação devida à atração que experimentaria o substrato pelo imã. O resultado obtido é apresentado na figura 4.14, que mostra a variação de comprimento de onda para as duas redes a que mede variação de temperatura e a que mede tanto deformação

quanto temperatura. A máxima variação de comprimento de onda observada foi de 6,5 pm, um valor muito inferior aos valores observados quando da abertura e do fechamento do obturador durante as deposições (500 a 1000 pm). Pode-se concluir que a influência do ímã não explica este resultado.

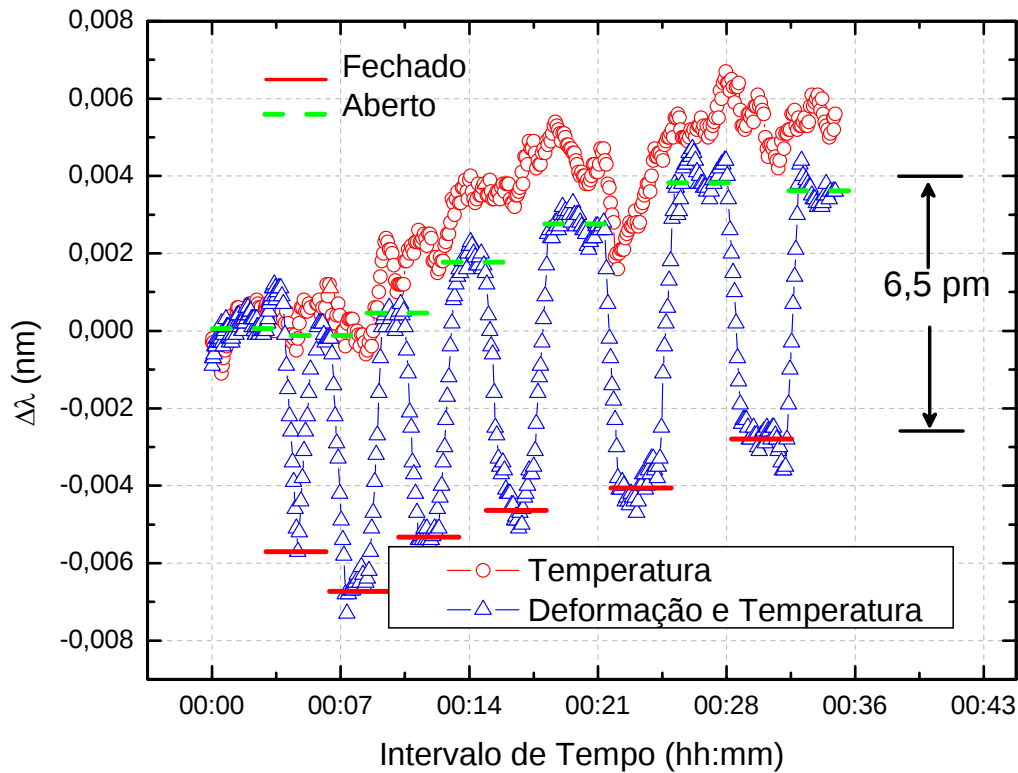


Figura 4.14 - Influência do campo magnético sobre o deslocamento do substrato de aço, ao se abrir e fechar o obturador, medida empregando redes de Bragg.

A segunda possibilidade aventada foi relacionar as variações dos comprimentos de onda nos instantes de abertura e fechamento do obturador a variações de temperatura do sistema sensor. Uma vez que durante o processo da deposição, o substrato é aquecido devido à colisão das partículas. Questionou-se, então, se a rede localizada fora do engaste estaria dissipando calor mais lentamente que a rede dentro do engaste, devido ao fato de que a inércia térmica do local em contato com a rede fora do engaste é menor que a inércia térmica do local em contato com a rede dentro do engaste.

Para testar esta possibilidade, foi realizado um teste, que consistiu em fazer uma deposição de carbono a uma pressão de trabalho $P_w = 5,5 \times 10^{-2}$ Torr, com potência de rf igual a 150 W, durante 40 minutos. Empregando-se 3 substratos de

aço. Um dos substratos, denominado de A, foi instrumentado com 3 redes: uma para a medição somente de temperatura (AT), e que estava fixada dentro do engaste; e outras duas redes separadas por 20 mm, para medir a deformação e a temperatura (A1 e A2). Este substrato foi instalado sobre o porta-substrato de maneira similar à empregada nos testes para a medição da tensão, com uma de suas extremidades engastada e a outra livre para deslocar. O outro substrato, denominado M, cujo comprimento é um terço do substrato A, foi instrumentado com duas redes de Bragg (M1 e M2) coladas no meio do substrato e separadas por 5 mm. Contrariamente ao substrato A, o substrato M tem as duas extremidades engastadas. Sobre o substrato M foi colocado um corpo de aço com dimensões 50 mm x 30mm x 3 mm que serve como um trocador de calor assim as redes M1 e M2 estavam sujeitas somente a apenas variações de temperatura, pois o contato com um corpo de aço, impedia a deformação deste como consequência da curvatura. O contato entre o substrato e o trocador de calor foi realizado através do uso de uma pasta térmica (*“implastec”*).

Com esta experiência, procura-se verificar se a variação do comprimento de onda para as diferentes redes de Bragg, no início e final da deposição, é causada por alterações drásticas na temperatura. Para as redes (M1 e M2) coladas no substrato M em contato com o corpo de aço, espera-se que a variação de comprimento de onda seja menor e mais lenta, devido à transferência de calor entre o substrato e o corpo de aço cuja massa é muito maior em comparação com a massa do substrato. No caso do substrato A espera-se que a variação de comprimento de onda imediatamente após a abertura (e fechamento) do obturador seja maior, pois o substrato não teria como dissipar o calor absorvido pelas colisões das partículas tão rapidamente quanto no caso do substrato M, que está em contato direto com o corpo absorvedor de calor.

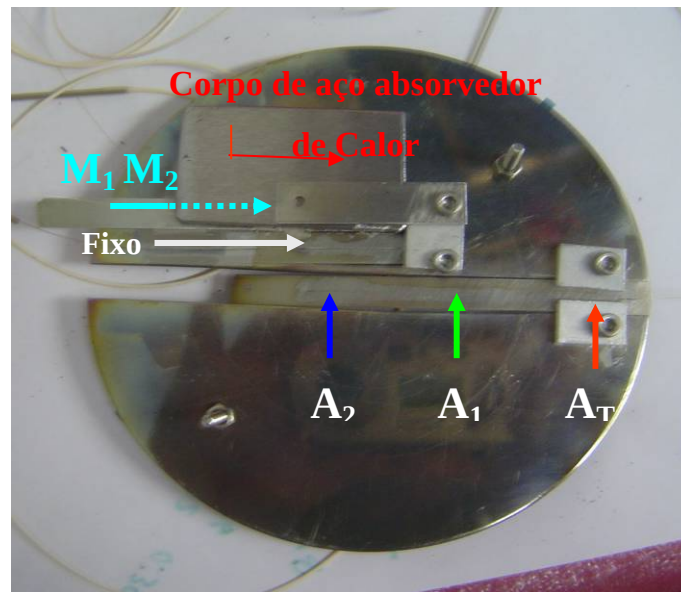


Figura 4.15 – Foto do porta-substrato usado para verificar a inércia térmica de cada rede de Bragg.

Os resultados estão mostrados na figura 4.16 as variações de comprimento de onda para cada rede em função do tempo de deposição. Estes resultados ratificam a idéia proposta. Como se pode ver, as curvas correspondentes às redes M1 e M2, apresentam um comportamento parecido com a curva correspondente à rede AT, ou seja, não apresentam uma variação de comprimento de onda abrupta e rápida. Já as curvas correspondentes às redes A1 e A2, apresentam uma variação de comprimento de onda abrupta e rápida. Conclui-se destes resultados que a ausência de variações abruptas para a rede dentro do engaste é, realmente, devido à alta inércia térmica onde se localiza a rede de Bragg denominada AT. Este resultado demonstra que a rede que mede somente a variação de temperatura e que é insensível a efeitos de deformação não está localizada num local adequado, pois não está exposta às mesmas variações de temperatura que a rede que mede tanto deformação quanto temperatura.

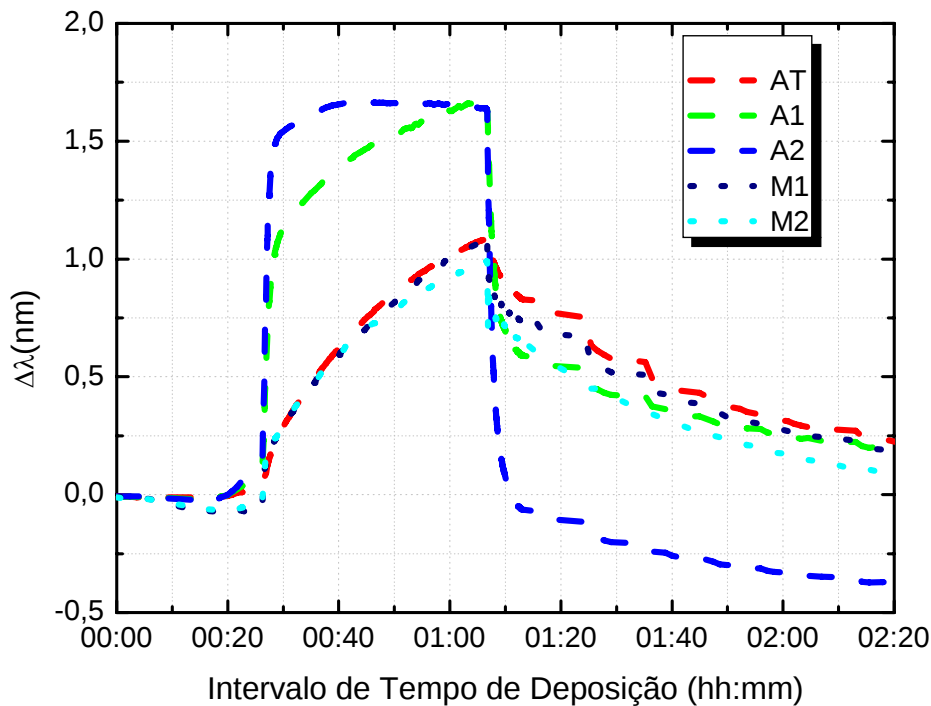


Figura 4.16 - Variações dos comprimentos de onda refletidos das redes usadas para análise da inércia térmica das diferentes redes de Bragg.

Procurou-se então uma localização melhor para a rede de Bragg que mede somente a variação de temperatura e que é insensível a efeitos de deformação. Instrumentou-se o substrato denominada Fixa, cujo comprimento era um terço do comprimento do substrato denominado A, e estava posicionado do lado da rede A2 (figura 4.15). Esta rede de Bragg denominada Fixa somente era sensível a variação de temperatura, pois suas duas extremidades estavam engastadas. A Figura 4.17 mostra a curva obtida para esta rede. Comparando-se as respostas entre as redes de Bragg AT e Fixa, pode-se observar, que esta última acompanha a variação abrupta de temperatura, concluindo-se portanto que esta rede está posicionada em um local mais adequado para a medição de temperatura.

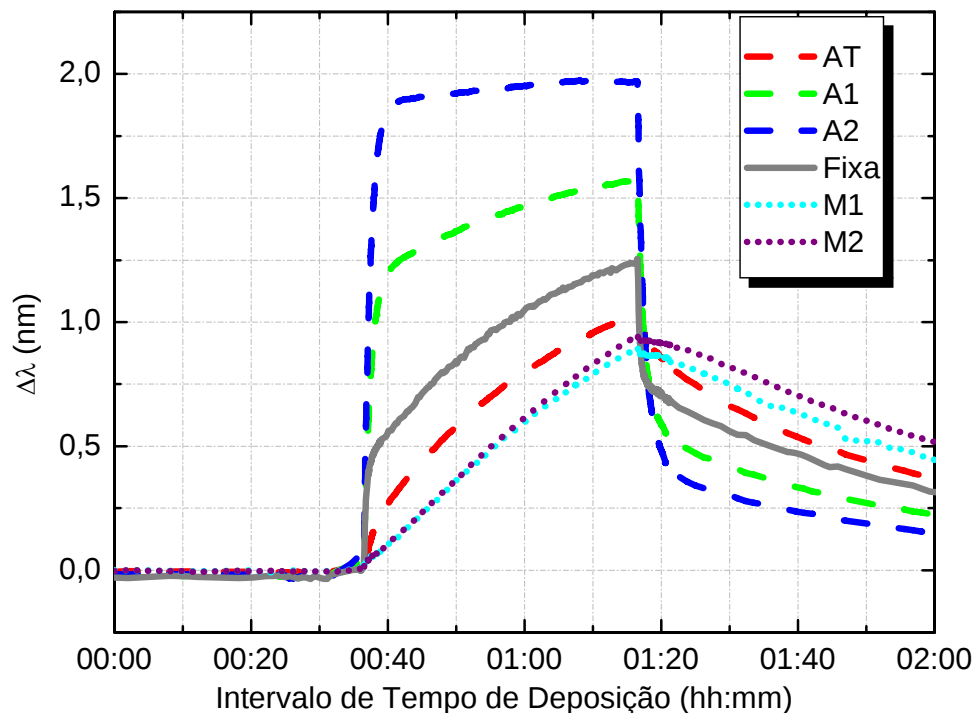


Figura 4.17-Variações dos comprimentos de onda refletidos das redes usadas para análise da inércia térmica das diferentes redes de Bragg.

Alem disso, um outro resultado importante foi a medição direta da temperatura na região de deposição. A rede denominada Fixa nos permite realizar uma estimativa mais próxima da temperatura da área onde está sendo realizada a deposição, tendo como resultado um valor mais elevado do que é normalmente assumido. Na Figura 4.18 é apresentado a variação da temperatura com tempo de deposição para a rede de Bragg denominada Fixa, que esta localizada do lado da rede A2, e a rede AT localizada dentro do engaste. Foi encontrada uma variação máxima de temperatura de até 70°C.

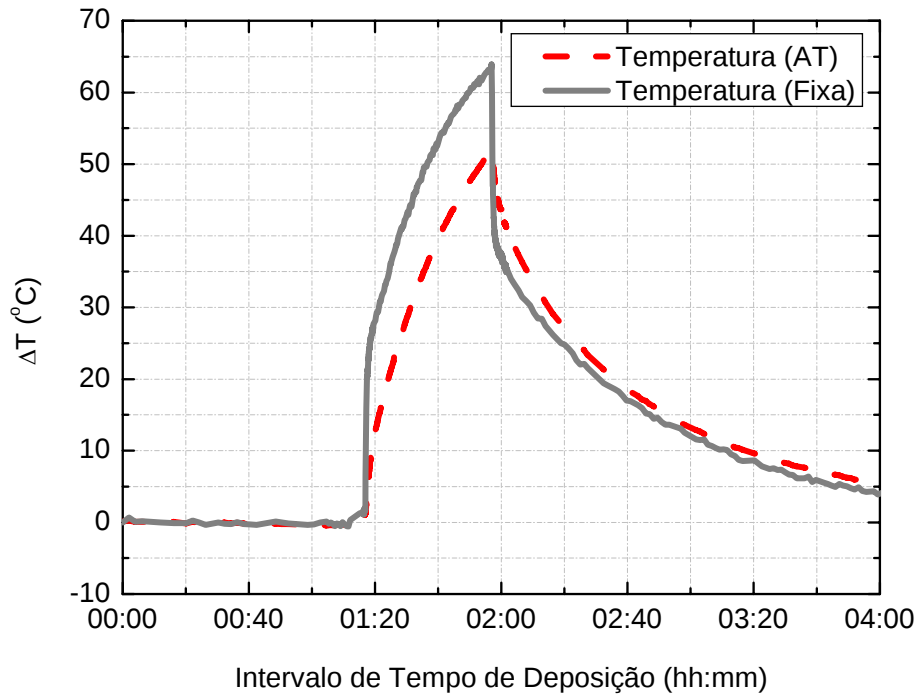


Figura 4.18 - Variação de temperatura em função do tempo de deposição para a rede de Bragg AT (curva pontilhada) e para a rede de Bragg fixa (curva sólida).

4.5.1.2.

Modelo para a variação abrupta da tensão no substrato

Para tentar modelar a variação abrupta no comprimento de onda da rede localizada fora do engaste, usada no sensoriamento simultâneo da variação de temperatura e da deformação, propomos o seguinte modelo matemático.

Seja o substrato uma lamina de aço com uma espessura muito fina quando comparada com a espessura do porta-substrato. Quando inicia-se a deposição, a colisão das partículas aquece o sistema porta-substrato/substrato, sendo que este aquecimento é mais rapidamente sentido pelo substrato, pois sua massa comparada com a massa do porta-substrato é muito menor (figura 4.19), sendo portanto necessário um intervalo de tempo mensurável para que a rede localizada no engaste acompanhe este gradiente de temperatura com a mesma taxa.

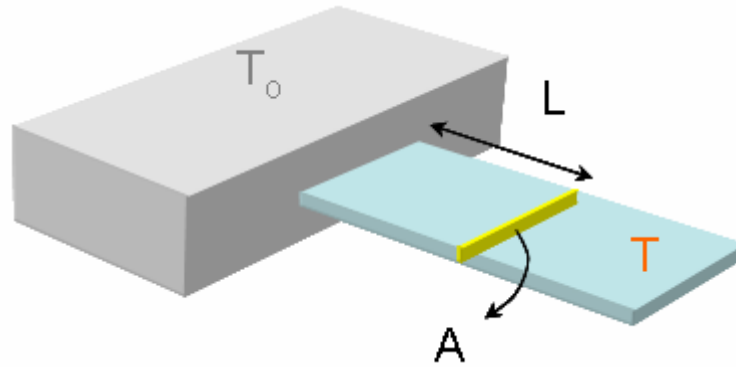


Figura 4.19-Representação esquemática do porta-subtrato e o substrato para o modelo matemático.

O comportamento da temperatura (T) da rede em função do tempo (t) pode ser escrito a través da seguinte equação,

$$\frac{dT}{dt} = \frac{P_i - P_o}{C_T} \quad (4.16)$$

onde,

P_i é a potência de entrada

P_o é a potência de saída

$C_T = mc$ é a capacidade térmica, sendo m a massa e c o calor específico.

O calor inicialmente sentido pelo substrato vá sendo transferido ao porta-subtrato que por sua vez esta sendo aquecido pela mesma causa, mas que esta a uma temperatura menor que a temperatura do substrato, de onde a potencia de saída pode ser representada por:

$$P_o = \left(\frac{T - T_o}{R_T} \right) \quad (4.17)$$

onde,

$$R_T = \frac{L}{AC}, \quad L \text{ é a metade do comprimento do substrato, } A \text{ é a área da}$$

secção transversal do substrato, e C é a condutividade térmica do substrato (aço).

Logo,

$$\frac{dT}{dt} = \frac{P_i - P_o}{C_T} = \frac{P_i}{C_T} - \frac{(T - T_o)}{C_T R_T} \quad (4.18)$$

Simplificando a equação, tem-se que,

$$\frac{dT}{dt} = \frac{P_i R_T - T_o}{C_T R_T} - \frac{T}{C_T R_T} \quad (4.19)$$

cuja solução é

$$T = T_o + P_i R_T (1 - e^{\frac{-t}{C_T R_T}}) \quad (4.20)$$

onde o produto $C_T R_T$, que aparece no denominador do expoente, tem dimensões de tempo e recebe o nome de constante de tempo (τ). Observe que esta equação é idêntica à curva de carga e descarga de um capacitor [49]. Cujas equação e solução são:

$$\frac{dQ}{dt} = \frac{\varepsilon}{R} - \frac{1}{RC} Q \quad \text{com solução} \quad Q(t) = C\varepsilon + Q_0 e^{\frac{-t}{RC}} \quad (4.21)$$

Usando as dimensões do substrato e os dados necessários se obtém:

$$R_T = 1114,57 \text{ } (^{\circ}\text{C}/\text{W}) \quad \text{e} \quad C_T = 0,096 \text{ J}/^{\circ}\text{C}$$

Logo, o tempo $t = R_T C_T = 106 \text{ s}$

O resultado acima indica que a rápida variação de comprimento de onda da rede A2 ocorre em um tempo característico de 106 s. Para fins comparativos entre este tempo calculado e o resultado experimental, foi obtida uma curva exponencial utilizando a Eq. 4.20 para a resposta da rede A₂ nos primeiros instantes da deposição, o qual pode ser visto na Figura 4.20. Da curva de ajuste obtem-se um tempo de subida de 60 s, da mesma ordem de grandeza do estimado com o modelo acima descrito.

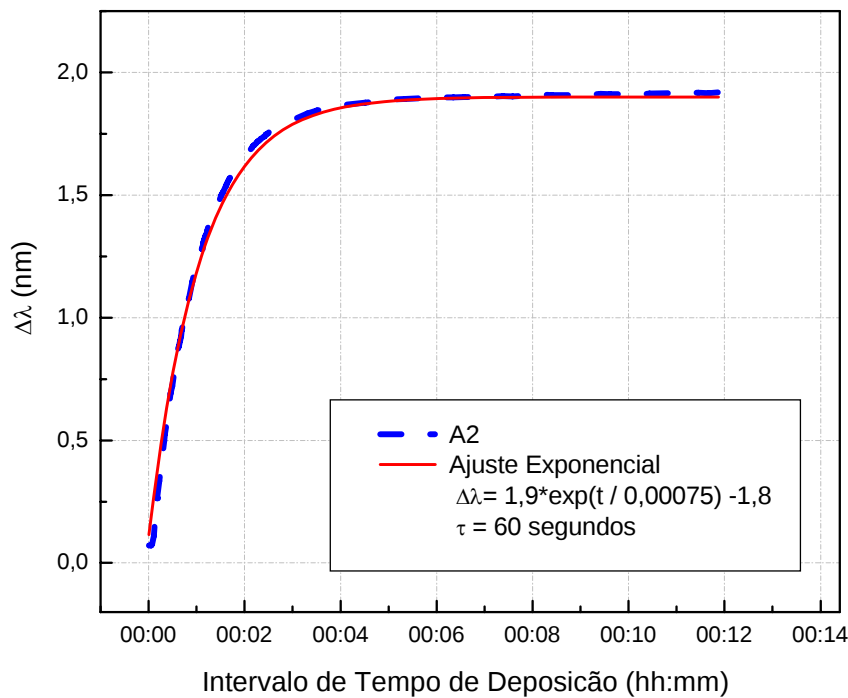


Figura 4.20 - Variação do comprimento de onda refletido pela rede de Bragg denominada A2 para os primeiros minutos da deposição. Linha pontilhada: dados experimentais. Linha sólida: curva exponencial que melhor representa pontos experimentais.

4.5.2.

Determinação da tensão residual através da equação de Stoney

Para fins comparativos, a tensão residual também foi calculada a partir da mudança de curvatura do substrato de silício, utilizando a equação de Stoney [39]:

$$\sigma = \frac{E_s}{6(1-\nu_s)} \cdot \frac{t_s^2}{t_f} \left(\frac{1}{R_f} - \frac{1}{R_i} \right) \quad (4.22)$$

onde E_s é o módulo de Young do substrato, ν_s , o módulo de Poisson do substrato, t_s , a espessura do substrato, t_f , a espessura do filme, R_i , o raio de curvatura do substrato antes da deposição e R_f , o raio de curvatura do conjunto filme-substrato.

A comparação de desempenho do sensor de deformação a fibra óptica baseado em redes Bragg com o método de medição de tensão fundamentado na

equação de Stoney foi feita a partir da deposição de um filme de SiC depositado durante 30 minutos a uma potência de 280 W e uma pressão de trabalho de $4,1 \times 10^{-2}$ torr. As medições empregando fibra óptica foram feitas a partir da deposição sobre uma viga de aço, enquanto que as empregando a equação de Stoney foi realizada sobre um substrato de silício colocado al lado da viga de aço. Medimos a curvatura do substrato antes e após a deposição do filme fino utilizado um perfilômetro (“*Alpha Step 200*”) pertencente ao LabSem do CETUC da PUC-Rio. Um perfilômetro é um equipamento que determina e mede o perfil da superfície mediante o contato e deslizamento de uma ponta de diamante sobre a mesma. Devido às irregularidades na superfície dos filmes, a ponta sobe e desce descrevendo a topografia da superfície sobre a qual se desliza. A posição da ponta é controlada por um cristal piezoelétrico.

A medição da espessura do filme foi realizada medindo o degrau existente entre o substrato e o filme depositado. Este degrau é produzido com a colocação de uma mascara sobre o substrato durante a deposição do filme.

Os valores dos parâmetros utilizados na determinação da tensão usando equação de Stoney e o sensor a fibra óptica encontram-se na tabela 4.3. Assim como os resultados obtidos. Observe que o resultado usando a equação de Stoney é uma ordem de grandeza menor que o resultado obtido com o sensor a fibra.

Este valor inferior na tensão residual pode ser justificado se levássemos em conta o fato da espessura do substrato de silício utilizado é 4 vezes maior, e o módulo de elasticidade ser menor, fazem este substrato menos sensível. Levando em conta a limitação do método de Stoney neste caso, consideramos satisfatórios os resultados encontrados utilizando o sensor com redes de Bragg.

Tabela 4.3 - Resultados de tensão usando a equação de Stoney.

Tipo de Substrato	Material Depositado	Módulo de Elasticidade do substrato	Coefficiente Poisson do substrato	Espessura do substrato (μm)	Espessura do filme (nm)	Curvatura a (m)	Tensão GPa
Si	SiC	150GPa	0,17	450	630	113,6	0,05
Aço	SiC	200GPa	0,3	90	630	—	0,2

4.6. Conclusão

Neste capítulo foi proposta e implementada uma técnica para o monitoramento “*in situ*” e em tempo real de deformações em um filme fino depositado pela técnica de pulverização catódica com radio frequência assistida por campo magnético (“*rf magnetron sputtering*”) foram discutidos a montagem experimental e os resultados. Além disso, comparou-se o desempenho deste sensor com um outro método de medição de deformação fundamentado na equação de Stoney.

Concluiu-se que o sensor de deformação a fibra óptica baseado em redes Bragg tem uma faixa de operação larga, pois opera tanto em valores de tensão na ordem de dezenas de MPa, quanto na ordem de GPa. Os valores de tensão residual obtidos com o sensor são coerentes com os valores esperados.

Um dos resultados mais interessantes obtidos foi a observação de que o substrato está sujeito a variações abruptas de temperatura no início e final da deposição. Estas variações ocorrem porque o substrato é aquecido devido as colisões das partículas, e devem ser cruciais para o desempenho do dispositivo baseado no filme depositado. Variações tão grandes quanto 50 °C podem ocorrer em intervalos de tempo da ordem de um minuto.

Finalmente, comparou-se o desempenho do sensor de deformação a fibra óptica baseado em redes Bragg com o método de medição de deformação fundamentado na equação de Stoney. Considerando-se que a medição da tensão residual usando o segundo método (Stoney), foi realizada sobre um substrato menos sensível, pode-se concluir-se que o desempenho do sensor a fibra óptica é satisfatório.