

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA CATARINA
CENTRO DE ENGENHARIAS DA MOBILIDADE
CURSO DE ENGENHARIA AEROESPACIAL**

HUGO BORGES DE QUADROS

**AVALIAÇÃO DAS CARACTERÍSTICAS RESISTIVAS DE FILMES
FINOS ABSORVEDORES DE RADIAÇÃO ELETROMAGNÉTICA.**

Joinville, 2014

HUGO BORGES DE QUADROS

**AVALIAÇÃO DAS CARACTERÍSTICAS RESISTIVAS DE FILMES
FINOS ABSORVEDORES DE RADIAÇÃO ELETROMAGNÉTICA.**

Trabalho de conclusão de curso submetido ao Programa de Graduação em Engenharia Aeroespacial da Universidade Federal de Santa Catarina para obtenção do Grau de Bacharel em Engenharia Aeroespacial. Orientadora: Prof^ª. Viviane Lilian Soethe, Dra. Co-orientador: Prof. Rafael Gallina Delatorre, Dr.

Joinville, 2014

HUGO BORGES DE QUADROS

**AVALIAÇÃO DAS CARACTERÍSTICAS RESISTIVAS DE FILMES
FINOS ABSORVEDORES DE RADIAÇÃO ELETROMAGNÉTICA.**

Este trabalho de conclusão de curso foi julgado adequado para obtenção do Título de Engenheiro Aeroespacial, e aprovado em sua forma final pelo Curso de Graduação em Engenharia Aeroespacial da Universidade Federal de Santa Catarina.

Joinville, 4 de dezembro de 2014.

Prof. Juan Pablo de Lima Costa Salazar, Dr.
Coordenador do Curso

Banca Examinadora:

Prof.^a Viviane Lilian Soethe, Dra.
Orientadora
Universidade Federal de Santa Catarina

Prof. Rafael Gallina Delatorre, Dr.
Universidade Federal de Santa Catarina

Prof. Kleber Vieira de Paiva, Dr.
Universidade Federal de Santa Catarina

Este trabalho é dedicado aos meus pais.

AGRADECIMENTOS

À Deus pela companhia e inspiração nos momentos difíceis. A Tua presença me engrandeceu e me tornou forte para superar os obstáculos no caminho até aqui.

Aos meus familiares, especialmente aos meus pais, Ozil e Ivete, e à minha irmã, Heloíse, os quais são pessoas indispensáveis na minha jornada. Vocês me ensinaram os mais importantes valores da vida e também são responsáveis por essa conquista!

À minha namorada e melhor amiga, Elisa, cujo companheirismo e cumplicidade foram essenciais nessa caminhada. Obrigado por acreditar em mim e não permitir que eu desanime diante das intempéries da vida.

À minha orientadora e amiga Viviane. Sua dedicação e profissionalismo me inspiram e mudaram o rumo da minha jornada acadêmica. Obrigado por acreditar e confiar em mim, carregarei com muito carinho tudo aquilo que me ensinou ao longo desses anos.

Às demais pessoas que foram imprescindíveis na orientação desse trabalho, especialmente à Mirabel pelo acolhimento no IAE para a realização das atividades de pesquisa. Você é uma grande referência para mim e é bastante responsável pelas minhas conquistas.

Ao meu co-orientador Rafael, um grande amigo e interessado no desenvolvimento deste trabalho. Sua dedicação como professor e orientador é uma grande inspiração.

Aos meus amigos de longa data pela parceria ao longo dos últimos anos, em especial ao Carlos, pelo auxílio no desenvolvimento do presente trabalho. Os momentos de descontração foram tão importantes quanto as noites de estudos. Ressalto, também, o agradecimento aos amigos da turma 2009/2, do PET, da ESATI e do CEM Asas.

Aos amigos da divisão de materiais do IAE, em especial aos técnicos João e Adriano. Pessoas que sempre se mostraram dispostas e motivadas para auxiliarem nas atividades de pesquisa.

À UNITAU, em especial ao Evandro que me recebeu de maneira acolhedora para a obtenção dos materiais de estudo. Obrigado pela dedicação e tempo despendido para realização das atividades.

Ao Departamento de Física da UFSC, em especial ao prof. André pelo auxílio na obtenção do material de estudo nas dependências do Laboratório de Superfícies e Filmes Finos

À UDESC, em especial ao Fontana, Márcio e Júlio. Pessoas que demonstraram interesse e auxiliaram na obtenção, tratamento e análise do material de estudo.

À UNIFESP, em especial ao Daniel pela receptividade e disposição para melhor entendimento do material de estudo e pela caracterização do mesmo.

À divisão de física do ITA, em especial ao prof. Argemiro, pela análise de perfilometria das amostras de silício.

Ao Laboratório de Guerra Eletrônica do Departamento de Engenharia Eletrônica do ITA, em especial ao Milton pela disposição e auxílio nas medidas de absorção, transmissão e reflexão do material de estudo.

Aos professores e servidores da UFSC/CEM. A disposição e dedicação destes profissionais durante o período de graduação foram essenciais no processo de formação de um profissional completo, o qual contempla conhecimento técnico e aspectos de responsabilidade social.

Ao programa de iniciação científica do IAE pela oportunidade de engajamento científico e ao CNPq pelo apoio financeiro.

*“O insucesso é apenas uma oportunidade para recomeçar
de novo com mais inteligência.”*

HENRY FORD

*“Que os vossos esforços desafiem as impossibilidades,
lembrai-vos de que as grandes coisas do homem foram
conquistadas do que parecia impossível.”*

CHARLES CHAPLIN

*“A tarefa não é tanto ver aquilo que ninguém viu, mas
pensar o que ninguém ainda pensou sobre aquilo que todo
mundo vê.”*

ARTHUR SCHOPENHAUER

RESUMO

Filmes finos denotam uma alternativa na solução de problemáticas associadas à blindagem e interferência eletromagnética. Tal fato se deve aos significativos níveis de absorção e a reduzida espessura apresentada por estes materiais quando comparados às opções convencionais estabelecidas pela literatura. Para a investigação dos fenômenos físicos acerca dos processos intrínsecos de dissipação de energia apresentados por tais recobrimentos metálicos, o presente trabalho utiliza de filme finos de titânio de modo a confrontar propriedades elétricas destes com características de atenuação eletromagnética na faixa de micro-ondas. As amostras, obtidas por técnicas de deposição físicas via técnicas de sputtering e feixe de elétrons, foram submetidas à um tratamento superficial desenvolvido para indução de pontos de não condução de modo a alterar a resistividade dos recobrimentos de estudo. A caracterização dos filmes finos de titânio, os quais apresentam espessuras da ordem de dezenas de nanômetros, foi realizada com o uso de microscopia óptica, perfilometria, resistividade pela técnica de 4 pontas e análise de absorção via guia de ondas por meio de análise de redes escalar e vetorial. A partir de tais etapas, avaliou-se a relação entre a espessura, resistividade e atenuação eletromagnética das amostras de estudo. Os resultados evidenciaram, por meio das análises ópticas e de resistividade, que o tratamento proposto induziu defeitos superficiais nos filmes finos de modo a aumentar a resistividade apresentada por estes materiais. O aumento nos níveis de resistividade, por sua vez, foi diretamente proporcional à variação nos níveis de atenuação de modo a aproximarem estes valores a níveis da ordem de 50%; neste contexto, as espessuras de 20 e 30 nm indicaram os maiores valores absolutos de absorção eletromagnética. Os resultados experimentais da atenuação em função da espessura refletem a tendência de análises teóricas propostas para filmes finos monocamadas, e o tratamento superficial, neste contexto, denotou uma melhor aproximação de tal comportamento. O balanço entre as energias refletidas, transmitidas e absorvidas indicou que os filmes finos de titânio submetidos ao tratamento apresentaram um maior percentual de energia refletida, de maneira proporcional ao aumento da espessura, quando comparados aos filmes não tratados. Estes, por sua vez, mostram-se mais transmissivos quando incididos por radiação eletromagnética. Dessa forma, ressalta-se a eficácia no tratamento do ponto de vista de alteração nas propriedades elétricas e o aumento nas características de absorção eletromagnética como consequência.

Palavras-chave: MARE, Filmes Finos Metálicos, Tecnologia Furtiva.

ABSTRACT

Thin films are an alternative solution for electromagnetic shielding and interference problems. This is a result regarding the substantial absorption levels and the reduced thickness presented by these materials when compared to conventional options established by the literature. In order to investigate the physical phenomena about intrinsic processes related to energy dissipation presented by metallic coatings, the present work adopt titanium thin films to compare electrical properties of these materials with electromagnetic attenuation characteristics on the microwave range. The samples, obtained through physical deposition using sputtering and electron beam techniques, were subjected to a surface treatment designed to induce discontinuity points in order to change the coatings resistivity. The titanium thin films characterization, which are evaluated in the range of dozens of nanometers, was realized using optical microscopy, profilometry, resistivity through the 4-probe technique and absorption analysis using a waveguide of scalar and vector nets. From these steps, the relation among thickness, resistivity and electromagnetic attenuation of the samples were evaluated. The results showed, through the optical and resistivity analysis, that the treatment used induced surface defects on the thin films in order to increase the resistivity presented by these materials. The increase in resistivity was directly proportional to the variation of attenuation levels, reaching levels of 50%.; in this context, the thicknesses of 20 and 30 nm indicated the largest absolute values of electromagnetic absorption. The experimental results regarding the attenuation in function of the thickness reflect the tendency of theoretical analysis proposed for monolayer thin films, and the surface treatment, in this context, denoted a better approximation of those values. The balance considering the reflected, transmitted and absorbed energy indicated that the titanium thin films subjected to the treatment presented a higher percentage of reflected energy, which is proportional to the increase in thickness, when compared with films not treated. These, in turn, were more transmissive when subjected to electromagnetic radiation. Thus, the change in electrical properties as a result of the treatment was correlated to the increase in the characteristics of electromagnetic absorption.

Keywords: RAM, Metallic Thin Films, Stealth Technology.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1 – Aeronave F117A.....	24
Figura 2 – Variação da voltagem e densidade de corrente para o regime de descarga luminescente.....	26
Figura 3 – Exemplificação do processo de sputtering.....	27
Figura 4 – Comparação da cinética das partículas no processo de (a) sputtering convencional; e no processo de (b) magnetron sputtering.....	28
Figura 5 – Representação do sistema de Triodo Magnetron Sputtering (TMS).....	29
Figura 6 – (a) Ilustração do processo do processo de evaporação por feixe de elétrons (b) vista de uma fonte de evaporação por feixe de elétrons.....	30
Figura 7 – Avaliação da resistividade para filmes de Cobre.....	34
Figura 8 – Circuito elétrico exemplificando a analogia de sistema capacitivo/resistivo de um filme fino com estrutura de ilhas.....	36
Figura 9 – Imagem ilustrativa do equipamento de ultrassom utilizado para preparação dos substratos.....	39
Figura 10 – Rede de colaboração para obtenção das amostras.....	39
Figura 11 –Reator utilizado nos processos de deposição via magnetron sputtering.....	40
Figura 12 – Levantamento das curvas de deposição (pressão base da câmara de 6mTorr).	41
Figura 13 – Projeto CAD do porta-amostras utilizado para deposição de filmes finos.....	42
Figura 14 – Fluxograma que evidencia a lógica empregada para o funcionamento do porta-amostras.....	43
Figura 15 – Imagem ilustrativa do equipamento utilizado para a deposição de filmes finos pelo processo de feixe de elétrons.....	45
Figura 16 – Aparato experimental utilizado para a geração de uma estrutura descontínua nos recobrimentos metálicos.....	46
Figura 17 – Detalhamento do aparato experimental utilizado para realização da modificação estrutural dos filmes metálicos.....	47
Figura 18 – Análise visual obtida por estereoscópio das malhas M3, M4, M5, respectivamente, com aumento de (a) 40X, (b) 80X e (c) 80X.....	48
Figura 19 – Imagem ilustrativa do equipamento de guia de ondas utilizado para absorção de radiação eletromagnética.....	48
Figura 20 – Equipamento para medição de resistividade (técnica de 4 pontas).....	50

Figura 21 – Protótipo do porta-amostras utilizados para as deposições de filmes finos de forma seriada pela técnica de magnetron sputtering.	53
Figura 22 – Análise de absorção para verificação do tratamento.	54
Figura 23 – Resistividade apresentada pelos filmes finos de Ti em função da distância entre nós das malhas metálicas selecionadas.	55
Figura 24 – Visualização das amostras (a) não tratadas (40x), (b) submetidas ao tratamento pela malha M1 (40x) e (c) M5 (80x).	56
Figura 25 – Relação entre a resistividade e os valores máximos de absorção para as amostras tratadas superficialmente a partir de diferentes malhas.	57
Figura 26 – Atenuação dos filmes de Ti em função da espessura.	59
Figura 27 – Análise de espessura da amostra de filme fino de 20 nm por perfilometria.	60
Figura 28 – Avaliação da Resistência apresentada pelos recobrimentos.	61
Figura 29 – Resistividade dos filmes finos de titânio em função da espessura.	62
Figura 30 – Micrografias das amostras de Ti com espessura de 20 nm com aumento de de 40x da (a) sem tratamento; e (b) com tratamento.	63
Figura 31 – Análise de microscopia confocal da amostra de 30 nm (a) sem tratamento; e (b) após a realização do tratamento superficial.	64
Figura 32 – Amostras de 40 nm com aumentos de (a) 10X; (b) 40X (ampliação da área demarcada).	65
Figura 33 – Absorção intrínseca dos filmes finos de titânio de (a) 40 nm, (b) 30 nm, (c) 20 nm e (d) 10 nm.	66
Figura 34 – Máxima absorção apresentada pelos filmes finos de titânio em função da espessura.	67
Figura 35 – Reflexão intrínseca dos filmes finos de titânio de (a) 40 nm, (b) 30 nm, (c) 20 nm e (d) 10 nm.	68
Figura 36 – Máxima reflexão apresentada pelos filmes finos de titânio em função da espessura.	69
Figura 37 – Transmissão dos filmes finos de titânio de (a) 40 nm, (b) 30 nm, (c) 20 nm e (d) 10 nm.	70
Figura 38 – Máxima transmissão apresentada pelos filmes finos de titânio em função da espessura.	71
Figura 39 – Variação do skin depth em função da frequência para as amostras (a) sem e (b) com tratamento.	72

Figura 40 – Variação do skin depth em função da espessura para a frequência de 10 GHz para as amostras com e sem tratamento.	72
Figura 41 – Comparação teórica e experimental da absorção apresentada para os filmes de Ti com e sem tratamento em função da espessura.	74

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Comparação nos métodos de formação de filmes finos.	31
Tabela 2– Parâmetros de deposição utilizados nas metalizações por magnetron sputtering....	43
Tabela 3 – Parâmetros de deposição utilizados para metalização por TMS.	44
Tabela 4 – Parâmetros de deposição utilizados no processo de feixe de elétrons.....	45
Tabela 5 – Descrição das malhas utilizadas para a geração de descontinuidades.....	47
Tabela 6 – Avaliação da alteração dos valores de máxima atenuação para os filmes com tratamento em relação à amostra não tratada.....	56
Tabela 7 – Absorção em função da espessura das amostras.....	58
Tabela 8 – Comparação entre as espessuras de estudo e a análise de perfilometria.	60
Tabela 9 – Dados referentes as medidas da resistência e resistividade dos filmes finos de Ti com e sem tratamento.....	63
Tabela 10 – Percentual da espessura em relação à espessura característica para 10 GHz.	73

LISTA DE ABREVIATURAS

AMR	Divisão de Materiais
CGEE	Centro de Gestão e Estudos Estratégicos
CEM	Centro de Engenharias da Mobilidade
CVD	<i>Chemical Vapour Deposition</i> (Deposição química a vapor)
FINEP	Financiadora de Estudos e Projetos
IAE	Instituto de Aeronáutica e Espaço
ITA	Instituto Tecnológico de Aeronáutica
LCM	Livre Caminho Médio
MARE	Materiais Absorvedores de Radiação Eletromagnética
MS	<i>Magnetron Sputtering</i>
N	<i>Narrow</i> (banda estreita)
PET	Politereftalato de Etileno
PVD	<i>Physical Vapour Deposition</i> (Deposição física a vapor)
RCS	<i>Radar Cross Section</i> (Assinatura Radar)
Ti	Titânio
TMS	<i>Triodo Magnetron Sputtering</i>
UDESC	Universidade do Estado de Santa Catarina
UFSC	Universidade Federal de Santa Catarina
UNITAU	Universidade de Taubaté
W	<i>Wide</i> (banda larga)

LISTA DE SÍMBOLOS

γ	Densidade do filme	[kg/m ³]
δ	<i>Skin Depth</i> (espessura característica)	[m]
λ	Comprimento de onda	[m]
μ	Permeabilidade Magnética	[N/A ²]
ρ	Resistividade do filme	[Ohm·m]
ρ_0	Resistividade do filme sem tratamento	[Ohm·m]
ρ_{Ti}	Resistividade do Titânio em sua forma volumétrica	[Ohm·m]
σ	Condutividade	[Ohm ⁻¹ · m ⁻¹]
Φ	Taxa de Evaporação	[m/s]
C_g	Capacitância apresentada pelas ilhas	[F]
C_i	Concentração de Impurezas	[-]
d	Espaçamento entre nós das malhas utilizadas no tratamento	[mm]
\dot{d}	Razão de deposição	[cm/s]
e	Espessura dos recobrimentos	[nm]
eV	Elétron volt	[eV]
f	Frequência	[Hz]
I	Corrente	[A]
M_a	Massa molecular do evaporante	[kg/kmol]
M_g	Massa molecular do gás	[kg/kmol]
nm	Nanômetros	[nm]
p	Pressão de vapor do gás residual	[Torr]
p_e	Pressão de vapor	[Pa]
R_b	Resistência apresentada pelo material do filme	[Ohm]
R_g	Resistência pelas ilhas	[Ohm]
R_s	Resistividade de folha	[Ohm]
s	Segundo	[s]
T	Temperatura	[K]
V	Voltagem	[V]
Z_0	Impedância de espaço livre	[Ohm]

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	19
1.1 OBJETIVOS	20
1.1.1 Objetivo Geral	20
1.1.2 Objetivos Específicos	20
2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	22
2.1 MARE: ABORDAGEM GERAL	22
2.1.1 Aplicações Militares	23
2.1.2 Aplicações Civas	24
2.2 FILMES FINOS	25
2.2.1 Processos de Obtenção de Filmes Finos	25
2.2.1.1 Processos a Plasma	26
2.2.1.2 Processos de Evaporação	29
2.2.2 Parâmetros de Influência nas Propriedades Superficiais de Filmes	30
2.2.2.1 Influência da Técnica de Deposição	31
2.2.2.2 Uniformidade e Pureza de Filmes Finos.....	32
2.2.3 Propriedades Elétricas de Filmes Finos	33
2.2.3.1 Correntes Superficiais e Profundidade de Penetração	34
2.2.3.2 Discussão teórica da absorção micro-ondas apresentada por filmes finos.....	36
3 MATERIAIS E MÉTODOS	38
3.1 PREPARAÇÃO E SELEÇÃO DOS SUBSTRATOS	38
3.2 OBTENÇÃO DAS AMOSTRAS.....	39
3.2.1 Técnica de Magnetron Sputtering	40
3.2.2 Triodo Magnetron Sputtering	43

3.2.3 Técnica de deposição por Feixe de Elétrons (Eléctron Beam)	44
3.3 TRATAMENTO SUPERFICIAL	45
3.4 CARACTERIZAÇÃO DE FILMES FINOS	48
3.4.1 Atenuação Eletromagnética	48
3.4.2 Resistividade	49
3.4.3 Microscopia	50
3.4.4 Perfilometria	51
4 RESULTADOS	52
4.1 FILMES FINOS DE TITÂNIO OBTIDOS VIA SPUTTERING	52
4.1.1 Porta-Amostras Desenvolvido	52
4.1.2 Validação do Tratamento	53
4.1.2.1 Avaliação das Malhas	54
4.1.2.2 Microscopias Ópticas	55
4.1.2.3 Avaliação da atenuação da radiação eletromagnética pelos filmes finos	56
4.1.3 Avaliação das espessuras de interesse	58
4.2 FILMES FINOS DE TITÂNIO OBTIDOS VIA FEIXE DE ELÉTRONS	59
4.2.1 Análise de Perfilometria	60
4.2.2 Tratamento Superficial	61
4.2.2.1 Avaliação da Resistividade	61
4.2.2.2 Análise de Microscopia Óptica	63
4.2.3 Caracterização Eletromagnética	65
4.2.3.1 Análise de Absorção	65
4.2.3.2 Análise de Reflexão	67
4.2.3.3 Análise de Transmissão	69
4.2.3.4 Espessura Característica (<i>Skin Depth</i>)	71
4.2.3.5 Aproximação Teórica	73
5 CONCLUSÃO	75

6 PRODUÇÃO TÉCNICO-CIENTÍFICA GERADA DURANTE O TRABALHO.....	77
REFERÊNCIAS	80

1 INTRODUÇÃO

Os Materiais Absorvedores de Radiação Eletromagnética (MARE) são assim denominados devido ao fato de apresentarem características específicas – absorção de energia diante da incidência de ondas eletromagnéticas. Entretanto, MARE tradicionais usualmente apresentam alta densidade, difícil modelagem e elevado custo de produção (SOETHE, 2009). Neste contexto, filmes finos metálicos, com espessuras da ordem de nanômetros, apresentam-se eficazes como materiais absorvedores de radiação eletromagnética na faixa de frequência de micro-ondas.

Os mecanismos de absorção em filmes finos metálicos estão associados aos processos quânticos de perda (KIM; LEE; KIM, 2007). Tais processos baseiam-se na dissipação da radiação incidente por meio de efeitos térmicos, ou seja, a energia absorvida é liberada na forma de calor (LIN et al., 2007). Dentre as variáveis pertinentes ao processo, destaca-se a impedância dos recobrimentos metálicos, a qual é avaliada em função da resistividade do mesmo. A investigação da correlação entre tais propriedades revela-se incipiente na comunidade científica e, desta forma, justifica o presente trabalho.

A relevância do desenvolvimento deste tipo de estudo é evidenciada em um documento oficial emitido pelo Departamento de Defesa dos Estados Unidos da América em 2004, o qual estabelece uma diretriz para investimentos prioritários. Neste documento, a produção de filmes finos é destacada como tecnologia militar crítica de desenvolvimento para controle de assinatura radar de equipamentos (SOETHE, 2009)

No Brasil, de maneira semelhante, o Ministério da Ciência e Tecnologia e o Centro de Gestão e Estudos Estratégicos (CGEE) estabeleceram prioridades tecnológicas de modo a definir um plano de desenvolvimento para o país entre 2010 e 2022. Um dos itens destacados neste documento refere-se a utilização de materiais avançados aplicados à blindagem eletromagnética. Tal tópico é ressaltado por crescentes exigências em legislações governamentais em relação ao controle de níveis de radiação eletromagnéticas (BRASÍLIA, 2010).

Com o intuito de equiparar o Brasil com nações em que tais materiais são desenvolvidos, estudos relacionados ao desenvolvimento de técnicas de produção de MARE são conduzidos pela Divisão de Materiais (AMR) do Instituto de Aeronáutica e Espaço (IAE) desde 2005 com a aprovação de um projeto FINEP-MARE (SOETHE, 2009).

Considerando a importância no domínio tecnológico dos processos de absorção apresentados por MARE, o presente trabalho consiste na obtenção de filmes finos de titânio sobre substratos poliméricos de Politereftalato de Etileno (PET) por meio de processos físicos de deposição em fase vapor. A obtenção dos filmes finos abrange diferentes parâmetros de deposição de modo a proporcionar a elaboração de amostras com diferentes espessuras e propriedades físicas. Além disso, para correlação de algumas características específicas, tais como valores de impedância e resistividade do material, utiliza-se de um tratamento superficial com o intuito de alterar a uniformidade e verificar como tais parâmetros interferem nos processos de atenuação eletromagnética.

Os resultados das análises visam relacionar a influência dos diferentes parâmetros de deposição na atenuação da radiação eletromagnética apresentada por filmes finos de titânio com e sem tratamento. Desta forma, busca-se correlacionar parâmetros como resistividade, espessura e absorção destes materiais. O estudo proposto é dado de maneira sequencial de modo a validar as teorias propostas e executadas a partir de diferentes métodos de deposição.

1.1 OBJETIVOS

1.1.1 Objetivo Geral

Investigar a relação entre as características resistivas de filmes finos de titânio e a influência de tratamentos superficiais nos processos de atenuação eletromagnética na faixa de frequência de micro-ondas (8-12 GHz).

1.1.2 Objetivos Específicos

- Investigar métodos de obtenção de filmes finos e os parâmetros de influência nos processos de atenuação;
- Obter filmes finos de titânio sobre substratos poliméricos baseados em métodos de deposição física em fase vapor;
- Desenvolver dispositivos que promovam alterações superficiais com consequente variação na resistividade dos filmes finos;
- Caracterizar as amostras com o intuito de investigar propriedades físicas e superficiais;

- Comparar os níveis de absorção obtidos com a espessura e resistividade dos filmes finos de titânio;
- Identificar o comportamento de absorção de acordo com as características dos recobrimentos metálicos;
- Avaliar a efetividade do método utilizado para alteração de propriedades resistivas dos filmes finos;
- Incentivar e contribuir para pesquisas e relações interinstitucionais entre o Grupo de Física Aplicada à Mobilidade/UFSC e a AMR/IAE, os quais contém atividades de pesquisa associadas à MARE.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 MARE: ABORDAGEM GERAL

Essencialmente, a excitação molecular devido à incidência de radiação eletromagnética é um processo característico apresentado por materiais absorvedores de radiação eletromagnética. A absorção é evidenciada a partir de interações entre os campos magnéticos e elétricos que definem a natureza dos mecanismos de atenuação. Neste contexto, MARE tradicionais podem ser caracterizados em função de centros de absorvedores de radiação, os quais são definidos a partir de perdas magnéticas, dielétricas ou da associação de ambos (DIAS et al., 2000).

Baseados na constante dielétrica de materiais, de modo a considerar valores de permissividade real, absorvedores que apresentam perdas dielétricas são usualmente constituídos partículas de materiais carbonosos, polímeros condutores ou plásticos reforçados – tais como laminados de compósitos poliméricos e negro de fumo. Absorvedores magnéticos, por sua vez, são geralmente constituídos por polímeros; como elastômeros à base de poliisopreno, neopreno, nitrilas, silicones e/ou polímeros poliuretânicos, fenólicos ou epoxídicos; os quais são aditados com materiais com características magnéticas, tais como ferritas e ferrocarbonila (DIAS et al., 2000; GAMA; REZENDE; DANTAS, 2011). Estes materiais promovem uma interação do campo magnético da onda eletromagnética de modo a associar perdas dielétricas devido ao campo elétrico da radiação incidente com os dipolos presentes na estrutura do MARE. Por meio do controle de características magnéticas, tais materiais são projetados para alcançarem elevados níveis de permeabilidade e, desta forma, apresentarem estruturas de espessura reduzida quando comparados com absorvedores dielétricos para características de absorção equivalentes (LEE, 1991; BISCARO, REZENDE, FAEZ, 2007; FOLGUERAS, ALVES, REZENDE, 2010).

O comportamento da atenuação produzida por um material absorvedor é usualmente classificado em função da abrangência na qual é evidenciada para uma dada faixa de frequência. Dessa forma, MARE são classificados por apresentarem banda estreita, tipo N (*Narrow*), ou banda larga, tipo W (*Wide*). Absorvedores do tipo N apresentam caráter ressonante devido aos processos de interferência entre as ondas incidentes e refletidas e são utilizados para atenuação

de estreitas faixas de frequência. Por outro lado, absorvedores do tipo W apresentam características de atenuação em banda larga de frequências (SOETHE et al., 2008)

2.1.1 Aplicações Militares

O início da produção em escala laboratorial de materiais absorvedores remete-se ao período que antecede a segunda guerra mundial e, desde então, existem diversos relatos de obtenção e desenvolvimento destes materiais. A motivação do desenvolvimento deu-se pelo advento do radar, em 1930, o qual motivou o desenvolvimento de tecnologias furtivas (SAVILLE; HUBER; MAKEIFF, 2005). A primeira patente referenciando o estudo de tais materiais é datada de 1936, e revela a utilização de materiais compostos de negro de fumo e dióxido de titânio baseados na teoria de $1/4$ do comprimento de onda (λ). Esta teoria define a espessura característica de materiais absorvedores de tal modo que o cancelamento de fase promovido pela reflexão da radiação incidente promove características ressonantes e, por consequência, atenuação da radiação incidente (NORNIKMAN, 2010).

Materiais absorvedores são aplicados de modo a promover a redução da assinatura radar (*Radar Cross Section – RCS*) de veículos aéreos, uma vez que a radiação emitida não retorna à antena receptora e impede a detecção da aeronave (SOETHE, 2009). A avaliação da assinatura radar é definida pela densidade de fluxo de energia do campo espalhado pelo objeto na direção do radar, a qual é dada na faixa de micro-ondas do espectro eletromagnético definida entre 8 – 12 GHz (HALLIDAY; RESNICK; WALKER, 2011).

O F117A (Figura 1) é um exemplo de aeronave furtiva desenvolvida pela empresa *Lockheed*, cujo primeiro voo foi realizado em 1981. Tal aeronave foi amplamente utilizada em diversos conflitos envolvendo os Estados Unidos até o final de suas operações em 2008. O F117A revela um marco no início do desenvolvimento e validação de aeronaves furtivas, uma vez que diversas aeronaves foram desenvolvidas baseadas na mesma tecnologia (ZIKIDIS; SKONDRAS; TOKAS, 2014).

Figura 1 – Aeronave F117A.



Fonte: Rejas (2014)

A geometria do F117A auxilia na redução da assinatura radar, uma vez que esta induz a dispersão da radiação eletromagnética incidente. Tal geometria era necessária uma vez que a tecnologia de MARE utilizada era insuficiente para a redução significativa do RCS. Entretanto, em detrimento de características furtivas, a geometria da aeronave diminui a estabilidade da aeronave de modo a prejudicar seu desempenho em combate (REJAS, 2014). Dessa forma, destaca-se a necessidade no desenvolvimento de MARE mais eficientes para tais aplicações.

2.1.2 Aplicações Civas

A utilização bem sucedida de materiais absorvedores de radiação eletromagnética é evidenciada na blindagem eletromagnética de instrumentos (STONIER, 1991; LEE, 1991), na fabricação de artefatos utilizados na área de telecomunicações, na indústria de eletroeletrônicos e na área médica (DIAS et al., 2000). A ampla utilização desses materiais é relacionada com a solução de problemas de incompatibilidade e interferência eletromagnéticas. Nesse contexto, todo componente eletrônico que apresente comportamento anômalo quando incidido por radiação eletromagnética justifica a utilização de MARE para sua devida proteção e garantia dos padrões operacionais.

2.2 FILMES FINOS

MARE clássicos apresentam alta densidade e espessura, inviabilizando sua aplicação em alguns casos. A grande vantagem do uso de filmes finos como material absorvedor revela-se nos processos quânticos e intrínsecos de interação entre a onda eletromagnética incidente com a estrutura eletrônica do material presente no filme. Por consequência, enquanto os materiais dielétricos convencionais – como negro de fumo – necessitam de espessuras da ordem de centímetros para atenuações de aproximadamente 50% e os absorvedores com perdas magnéticas de poucos milímetros; filmes finos metálicos apresentam semelhantes níveis de atenuação a partir de recobrimentos com espessuras da ordem de nanômetros (nm) (SOETHE, 2009).

2.2.1 Processos de Obtenção de Filmes Finos

Tradicionalmente, existem dois processos de obtenção de filmes finos: PVD (*Physical Vapour Deposition*) e CVD (*Chemical Vapour Deposition*) (SMITH, 1995). Os processos se diferenciam pelo princípio básico que rege a formação do recobrimento. Enquanto que em um processo PVD as espécies são arrancadas fisicamente de uma fonte – por meio de evaporação (elevação da temperatura) ou pelo impacto de íons (sputtering) – os processos CVD formam o filme a partir de reações químicas na superfície do próprio substrato (GEORGE, 1992; OHRING, 1992).

A diferença entre os métodos também se relaciona com aspectos técnicos e custo de aquisição e manutenção dos equipamentos. Apesar do princípio de formação da camada e o controle dos parâmetros de tratamento apresentarem-se de forma mais complexa, quando comparados aos processos PVD, os processos CVD usualmente requerem a utilização de equipamentos mais simples e econômicos (SOETHE, 2009).

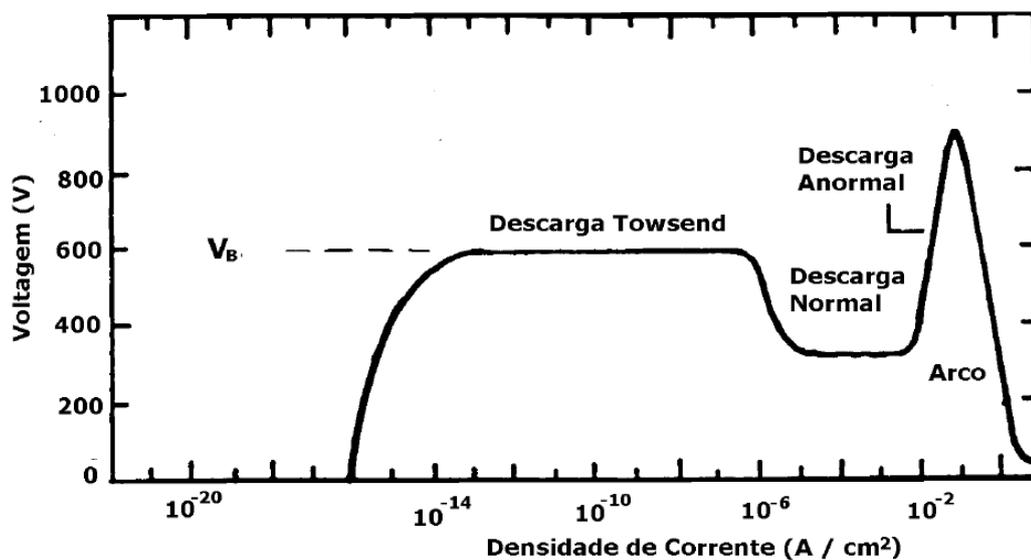
A utilização do processo PVD viabiliza a obtenção de espécies vaporizadas via evaporação térmica, que são conhecidas como processos de evaporação a vácuo, ou por meio do bombardeamento de um substrato por partículas energéticas. A formação do filme se dá, dessa forma, pela condensação de unidades atômicas ou moleculares sobre a superfície do substrato (GEORGE, 1992; SMITH, 1995). Os processos de metalização PVD utilizados no presente trabalho são detalhados na sequência.

2.2.1.1 Processos a Plasma

O plasma consiste em um gás ionizado imerso em um meio eletricamente neutro (CHAPMAN, 1980; BOGAERTS et al., 2002). A geração de plasma pode ser dada por meio de diferentes tipos de descarga, tais como: acoplamento indutivo, micro-ondas induzido e descarga luminescente (BOGAERTS et al., 2002).

A descarga luminescente é geralmente associada aos processos de obtenção de filmes finos. Neste, o plasma é gerado pela aplicação de uma tensão contínua entre dois eletrodos imersos em um gás inerte a baixa pressão no qual cada regime de descarga possui características específicas de corrente e voltagem (SPALVINS, 1986). A Figura 2 ilustra os diferentes comportamentos de voltagem em função da densidade de corrente em uma descarga luminescente

Figura 2 – Variação da voltagem e densidade de corrente para o regime de descarga luminescente.



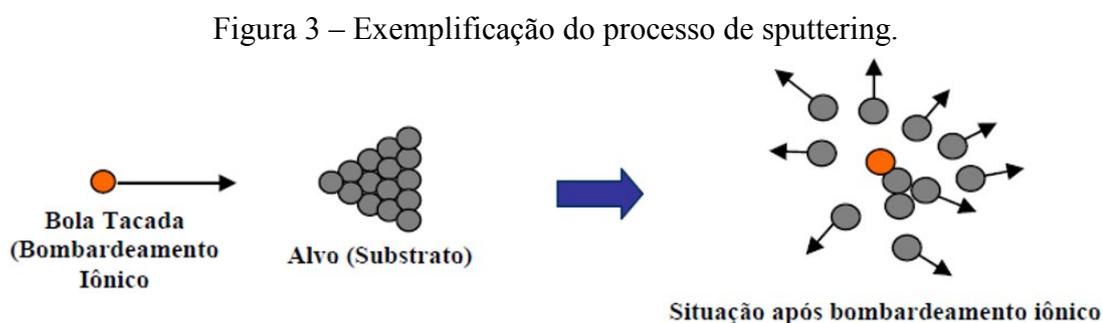
Fonte: Spalvins (1986)

A obtenção de filme finos é associada ao regime de descarga luminescente anormal (região indicada na Figura 2 pelo crescimento abrupto de voltagem). Tal descarga é originada pela aceleração das partículas dada quando uma diferença de potencial suficientemente grande (da ordem de centenas de volts) é aplicada entre dois eletrodos imersos em um gás a baixa pressão. As partículas carregadas e aceleradas pelo campo elétrico entre os eletrodos induzem a colisão com as partículas de gás na descarga. Tais colisões resultam em importantes

fenômenos, como, por exemplo, colisões inelásticas que geram ionização e excitação – que, seguidas de relaxação, ocasionam a emissão de radiação luminosa de modo a caracterizar o processo (BOGAERTS et al., 2002).

O processo de sputtering, neste contexto, consiste em um método PVD assistido a plasma. Tal fenômeno foi primeiramente observado no século XIX e a sua utilização para obtenção de filmes é datada de 1877 (SOETHE, 2004). Neste processo, o alvo funciona como cátodo e o substrato como ânodo, os quais são confinados em uma câmara que contém um gás inerte. A aplicação de tensão no sistema promove a aceleração de elétrons por meio da indução de uma corrente elétrica. Tal corrente ocasiona a ionização do gás inerte a partir da colisão de átomos. Assim, ocorre a geração de corrente elétrica pela polarização do sistema em torno do substrato e alvo (SPALVINS, 1986).

Ao atingir o cátodo, os átomos do alvo são arrancados e espalhados por toda a câmara – uma vez que não apresentam direção preferencial. Assim, eventualmente ocorre a condensação destas partículas sobre o substrato para a formação do filme (CHAPMAN, 1980). A Figura 3 ilustra um processo análogo que exemplifica o princípio básico de sputtering.



Fonte: Chapman (1980)

A pressão do gás inerte utilizado é usualmente alta quando comparada a outros processos – tal como a evaporação resistiva. Assim, modela-se o livre caminho médio (LCM¹) de modo que sucessivos choques com os átomos do gás de trabalho ocorram e reduzam a energia das partículas arrancadas do alvo. Por consequência, a ativação da difusão superficial dos átomos adsorvidos no processo de sputtering é pequena, prejudicando a aderência do filme ao substrato (SOETHE, 2004).

Elétrons secundários gerados pela própria descarga também são direcionados em direção ao substrato pela ação de um campo elétrico. Este bombardeamento, a partir de elétrons

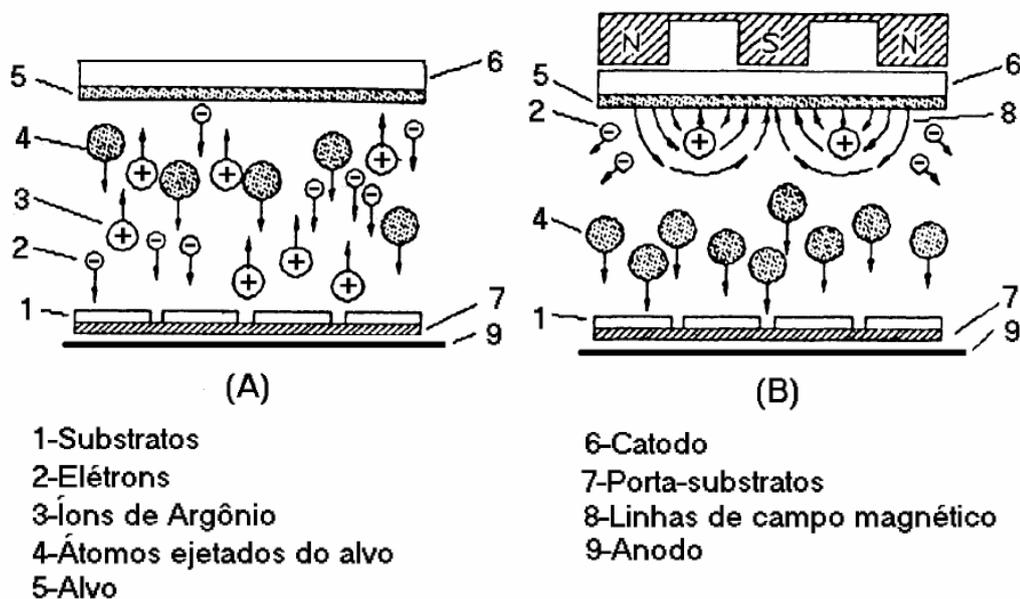
¹ O livre caminho médio é definido pelo percurso livre médio percorrido entre duas colisões sucessivas de moléculas imersas em um gás (HALLIDAY; RESNICK; WALKER, 2011).

altamente energéticos, ocasiona aquecimento substancial do substrato, restringindo as classes de materiais possíveis de serem metalizados (substratos) por meio desta técnica. Para maior estabilidade térmica do sistema, utiliza-se de uma variação do processo convencional, denominado magnetron sputtering (OHRING, 1992).

O processo de magnetron sputtering consiste na inserção de um sistema composto por ímãs posicionados na região do alvo (cátodo). Esta configuração induz o aprisionamento de elétrons secundários em torno das linhas de campo próximas ao cátodo de modo a induzir um aumento significativo na taxa de ionização do plasma. Tal aumento resulta em um maior bombardeamento do alvo e, portanto, um aumento do número átomos ejetados.

O confinamento dos elétrons energéticos impede que estes se desloquem da região do alvo e, assim, não ocorre o aumento excessivo da temperatura do substrato – garantindo a compatibilidade de substratos de baixa estabilidade térmica (OHRING, 1992). A Figura 4 ilustra as principais características dos dois processos descritos.

Figura 4 – Comparação da cinética das partículas no processo de (a) sputtering convencional; e no processo de (b) magnetron sputtering.

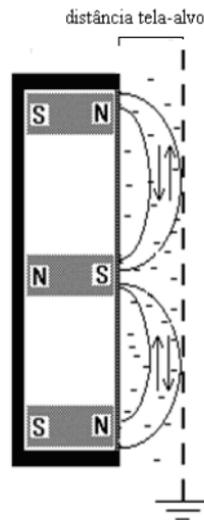


Fonte: Spalvins (1986)

O triodo magnetron sputtering (TMS) é uma adequação da técnica de magnetron sputtering e consiste na inserção de uma tela de aço austenítico em frente ao alvo (cátodo) (FONTANA, 1997). A justificativa do uso da tela é dada pelo recolhimento de elétrons de baixa energia cinética (elétrons frios) presentes no campo magnético, os quais não contribuem significativamente para o processo de ionização. Como resultado, o plasma torna-se mais

homogêneo e concentrado na região de interesse de modo a aumentar a eficiência da deposição e da estabilidade do sistema. Esta configuração também denota a diminuição da tensão de ignição necessária para o início da descarga luminescente e permite a utilização de menores pressões base no sistema (FONTANA; MUZART, 1998). A Figura 5 apresenta o esquema do triodo magnetron sputtering de modo a destacar a presença do terceiro eletrodo no processo de descarga.

Figura 5 – Representação do sistema de Triodo Magnetron Sputtering (TMS).



Fonte: Sagás et al. (2007)

2.2.1.2 Processos de Evaporação

Os processos de evaporação são baseados no aquecimento do material a ser depositado sobre o substrato em um ambiente à baixa de pressão. A taxa de evaporação do material (Φ) por unidade de área e tempo pode ser estimada em função da massa molecular do material evaporado (M_a), pela Temperatura (T) e pela pressão de vapor (p_e) do mesmo. A Equação 1 apresenta essa relação (GEORGE, 1992).

$$\Phi = 5,83 \cdot 10^{-4} \sqrt{\frac{M_a}{T} \cdot p_e} \quad (1)$$

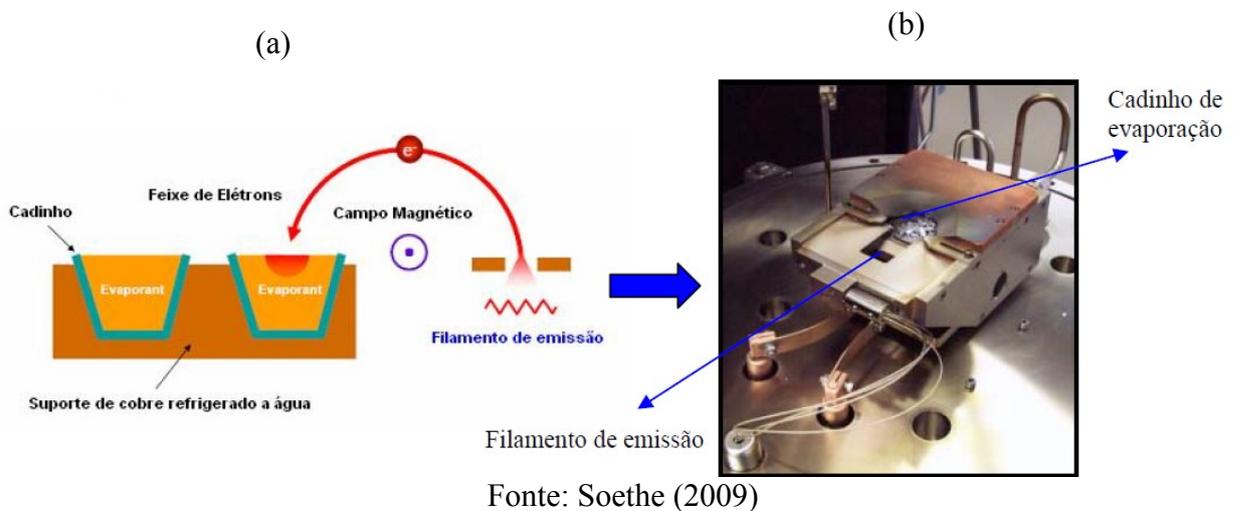
Devido à baixa energia das espécies incidentes, os processos de evaporação são caracterizados de modo a permitir altas taxas de deposição sem causar danos à superfície do substrato. Tal fato é evidenciado devido à baixa pressão e reduzido aquecimento do substrato,

características que denotam a redução da contaminação do filme pelo gás residual (SOETHE, 2009).

Dentre os principais métodos de evaporação, destaca-se o processo de via feixe de elétrons, ou *Electron Beam*, o qual é caracterizado pelo aquecimento do material por meio de um feixe de elétrons de alta energia (5 – 30 keV). O feixe é direcionado, por meio de um campo magnético, ao alvo a ser evaporado. Em comparação a processos de evaporação convencionais, a utilização do feixe de elétrons reduz a possibilidade de contaminação do metal a ser evaporado com o cadinho, uma vez que o material em contato com o suporte permanece sólido durante todo o processo de deposição. Neste caso, mecanismos de resfriamento constante garantem com que filmes finos mais puros possam ser obtidos.

A Figura 6 apresenta esquematicamente o processo de aquecimento de uma amostra em um equipamento de feixe de elétrons.

Figura 6 – (a) Ilustração do processo do processo de evaporação por feixe de elétrons (b) vista de uma fonte de evaporação por feixe de elétrons.



A energia das partículas que chega ao substrato é da ordem de poucos elétron-volt, o que torna a aderência do filme ao substrato inferior se comparados aos recobrimentos obtidos pelos processos de sputtering (OHRING, 1992).

2.2.2 Parâmetros de Influência nas Propriedades Superficiais de Filmes

Um dos parâmetros que mais refletem a formação da microestrutura de filmes finos é a energia dos átomos ejetados da superfície do alvo que se depositam no substrato. Tal energia pode ocasionar a indução de defeitos cristalinos, aumento da densidade do filme e aumento do

nível de tensões residuais. Estas características influenciam diretamente em diversas propriedades do filme, tais como aderência, refletividade e condutividade (SOETHE, 2009).

O aquecimento das amostras também afeta significativamente as propriedades do filme por meio da alteração na morfologia e microestrutura do conjunto obtido. Parâmetros da descarga, tais como corrente e voltagem, podem influenciar substancialmente o aquecimento e, conseqüentemente, na topografia superficial dos revestimentos depositados (FONTANA; MUZART; WEINGAERTNER, 1995).

Desse modo, verifica-se que na técnica de deposição, uniformidade e pureza atuam como parâmetros de grande influência nas propriedades superficiais dos recobrimentos.

2.2.2.1 Influência da Técnica de Deposição

Os processos de obtenção de filmes finos induzem características específicas nas propriedades dos recobrimentos. Nível de energia das partículas aos chegarem ao substrato, pressão do gás de trabalho, concentração de gás residual na câmara e presença de contaminantes na amostra são alguns exemplos de fatores associados às variáveis que definem as propriedades dos filmes. A Tabela 1 apresenta uma análise comparativa entre os métodos de deposição discutidos em função da produção de espécies na fase vapor, transporte na fase gasosa, bem como na condensação na superfície do substrato.

Tabela 1 – Comparação nos métodos de formação de filmes finos.

Evaporação	Sputtering
Produção da fase vapor	
Mecanismos de evaporação térmica	Bombardeio iônico e transferência de momento
Baixa energia cinética dos átomos evaporados	Alta energia cinética dos átomos ejetados
Grande taxa de evaporação	Pequena taxa de sputtering
Possibilidade de evaporar material com alta pureza	Pureza é função do material do alvo
Fase Gasosa	
Menores pressões	Maiores pressões
Alta velocidade térmica do evaporante	Baixa velocidade dos átomos neutros
Livre caminho médio é maior que a distância entre o substrato e o evaporante.	Livre caminho médio é menor que a distância entre o alvo e o substrato.
Filme condensado	
Átomos que se condensam têm baixa energia	Átomos condensados têm alta energia
Baixa incorporação de gás	Alguma incorporação de gás
Tamanho de grão geralmente maior que no caso de sputtering	Boa adesão ao substrato
Pouca orientação dos grãos	Grãos altamente ordenados

Fonte: Ohring (1992).

2.2.2.2 Uniformidade e Pureza de Filmes Finos

O grau de pureza de filmes finos representa uma variável que infere alterações em diversas propriedades. A resistividade e condutividade, por exemplo, são substancialmente alteradas pela presença de impurezas – uma vez que estas representam pontos de espalhamentos de elétrons. A presença de oxigênio ou nitrogênio em filmes, devido à sua reatividade, também promove um efeito pronunciado nestas características (OHRING, 1992).

Por meio de análises dimensionais, é possível avaliar a concentração de impurezas (C_i) nos processos de evaporação devido à presença de gás residual (Equação 2).

$$C_i = \frac{5,28 \cdot 10^{-2} p M_a}{(M_g T)^{1/2} \gamma \dot{d}} \quad (2)$$

Onde \dot{d} é a razão de deposição em cm/s , p é a pressão de vapor do gás residual em $Torr$, M_a e M_g são os pesos moleculares do evaporante e do gás, respectivamente, e γ é a densidade do filme (OHRING, 1992).

De acordo com a equação apresentada, verifica-se que a redução das impurezas provenientes de gases residuais pode ser obtida por meio da utilização de baixas pressões base da câmara e altas taxas de deposição. Como referência, tais variáveis podem alcançar valores de taxa de deposição e pressões base da ordem de, respectivamente, 100 nm/s e 10^{-8} Torr (SOETHE, 2009).

A uniformidade da espessura do recobrimento sobre o substrato é outro fator relevante. Devido às propriedades de adesão e deposição, algumas características elétricas e ópticas de filmes finos podem ser afetadas em função da espessura do recobrimento. No caso de filmes finos obtidos por processos de evaporação, por exemplo, a relação entre a geometria da fonte evaporadora e do substrato influencia significativamente a uniformidade do recobrimento (OHRING, 1992).

Filmes finos obtidos pelo processo de magnetron sputtering, por sua vez, apresentam maior uniformidade de espessura quando comparados àqueles obtidos por evaporação. Além disso, pelo fato de o processo não apresentar uma fonte pontual de geração de vapor, tais filmes apresentam melhores recobrimentos de degraus e superfícies irregulares. Tais características são de particular interesse para aplicações em processamento de circuitos integrados, no qual o

substrato pode apresentar geometria complexa e diferentes níveis de metalização (OHRING, 1992).

O aumento da uniformidade da espessura também pode ser obtido, ainda no caso da técnica de magnetron sputtering, por meio do uso de uma fonte de íons externa direcionada sobre o filme. Tal fonte aumenta a mobilidade dos átomos que chegam à superfície do substrato, favorecendo o crescimento homogêneo do filme – uma vez que podem produzir mudanças nas características de nucleação, morfologia, composição, cristalinidade e nas tensões residuais dos produtos (BOGAERTS et al., 2002). A mudança no arranjo dos ímãs dentro da cavidade do cátodo e o posicionamento da entrada de gás de trabalho na câmara também podem influenciar na espessura de uniformidade dos filmes (HONG et al., 1997). Da mesma forma, a geração de arcos, presença de gás residual da câmara e reações com as paredes do reator e substrato podem denotar fontes de contaminação do sistema.

2.2.3 Propriedades Elétricas de Filmes Finos

Os parâmetros de influência nas propriedades superficiais que afetam as características elétricas dos filmes são de particular importância, uma vez que estão relacionadas diretamente aos processos de atenuação eletromagnética e são tema do presente trabalho. Conforme apresentado anteriormente, a presença de impurezas, o nível de vácuo, a razão de deposição e a morfologia da superfície do recobrimento representam alguns fatores de influência direta nas propriedades elétricas. Por exemplo, filmes finos constituídos preferencialmente de grãos colunares são característicos pela tendência de apresentarem resistividade elétrica elevada (SMITH, 1995).

A resistividade representa uma importante propriedade elétrica dos materiais. Em geral, metais apresentam elevados valores de condutividade elétrica, da ordem de $10^{17} \text{ Ohm}^{-1}\text{m}^{-1}$, devido, principalmente, ao elevado número de elétrons livres em sua constituição. A quantidade de defeitos e impurezas na rede cristalina de um material, entretanto, atuam como pontos de espalhamento para os elétrons livres. Assim, a quantidade de impurezas altera as características resistivas do material de modo a diminuir a condutividade elétrica do mesmo (SMITH, 1995).

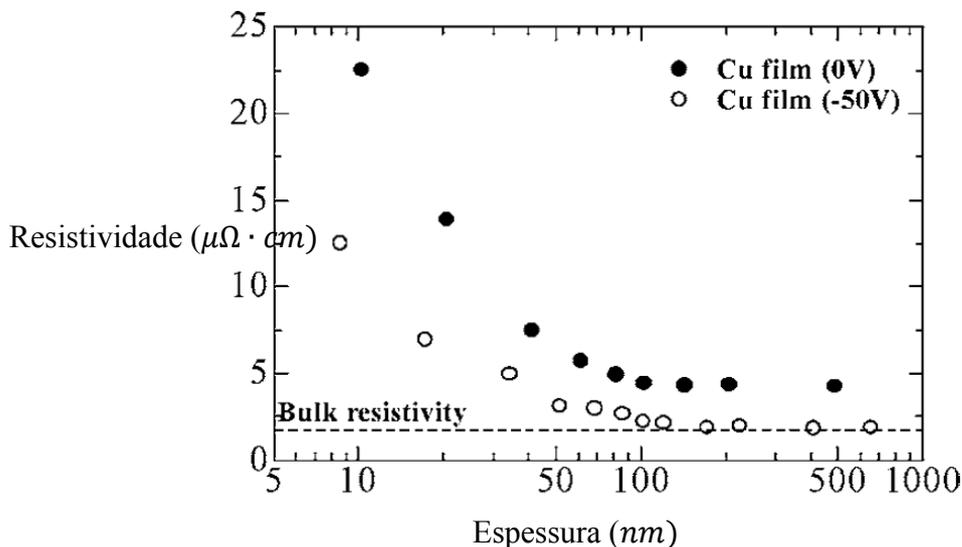
No caso de filmes finos, a resistividade é função da estrutura e dimensões do recobrimento. Usualmente, filmes finos metálicos, com espessura menor do que $1 \mu\text{m}$, apresentam resistividade superior àquela apresentada pelo material em sua forma volumétrica (SOETHE, 2009).

Caso a distância característica dos defeitos na rede cristalina seja da ordem, ou menor, do que o livre caminho médio dos elétrons, um significativo aumento da resistividade é verificado devido ao alto índice de espalhamento de elétrons livres. Tal aumento ocorre devido aos defeitos pontuais, defeitos de empilhamento, contornos de grão e átomos de impurezas não solúveis (SOETHE, 2009).

Nesse contexto, recentes estudos têm mostrado que a resistividade de filmes finos é inversamente proporcional à sua espessura e ao tamanho de grão do mesmo – uma vez que os contornos de grão também denotam pontos de espalhamento dos elétrons livres que estão presentes no material (SMITH, 1995).

Lim e Isshiki (2006) realizaram um estudo acerca de propriedades resistivas de filmes finos de cobre obtidos por processo de feixe elétrons. Avaliando diferentes parâmetros de obtenção, os quais baseiam na tensão de polarização do substrato, suas observações resultaram na análise de que a resistividade de filmes finos aumenta substancialmente quando espessuras da ordem de poucas dezenas de nanômetros são avaliadas. A Figura 7 ilustra os resultados de variação de resistividade de acordo com a espessura.

Figura 7 – Avaliação da resistividade para filmes de Cobre.



Fonte: Lim e Isshiki (2006)

2.2.3.1 Correntes Superficiais e Profundidade de Penetração

As propriedades elétricas e, mais especificamente, resistivas de filmes finos sugerem a explicação dos mecanismos de atenuação por meio da transformação da energia incidente em calor por efeito Joule. Tal fenômeno é decorrente devido a indução de correntes superficiais,

uma vez que estas são geradas, devido à terceira lei de Maxwell, pela taxa de variação do fluxo magnético incidente através de um material condutor (CHENG, 1992). Tal fenômeno elétrico é identificado, para o caso em análise, como indução de correntes de *Eddy* – descobertas pelo físico francês Leon Foucault em 1851 (NUSSENZVEIGH, 1997).

As correntes de *Eddy* atenuam os campos elétrico e magnético e ocasionam perdas ôhmicas que acarretam a dissipação de energia onde são induzidas (CHENG, 1992). A profundidade na qual estas correntes penetram na superfície de um condutor é denominada camada pelicular (δ), ou *skin depth*. Tal propriedade pode ser avaliada conforme apresentado na Equação 3, sendo definida em função da frequência (f), condutividade (σ) e permeabilidade do material (μ) (SOETHE, 2009).

$$\delta = \frac{1}{\sqrt{\pi f \mu \sigma}} \quad (3)$$

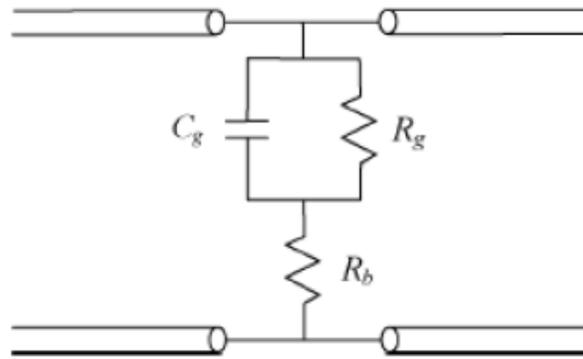
O processo de atenuação de radiação ocorre quando o recobrimento apresenta espessuras inferiores à esta camada característica, uma vez que a onda eletromagnética incidente consegue penetrar no material de modo a promover a formação de correntes de *Eddy* (SOETHE, 2009). Materiais metálicos, em geral, refletem a radiação eletromagnética incidente (TOKYO ELECTRON LIMITED, 2004; NANOMAGNETICS LIMITED, 2006), mas, reduções de espessura possibilitam a penetração da onda no material a dadas frequências e a indução de correntes superficiais.

Uma estrutura que promove um aumento na resistência à passagem da corrente elétrica no material é necessária para que a atenuação de energia ocorra de forma a transformar a energia cinética atômica em energia térmica. Assim, conforme descrito, a presença de defeitos ou impurezas no recobrimento contribui para tal efeito de espalhamento e, conseqüentemente, para a obtenção de maiores níveis de atenuação (SOETHE, 2009).

O caso de filmes descontínuos, com espessuras da ordem de dezenas de nanômetros, pode ser representado em analogia a um circuito capacitivo/resistivo. Neste sistema, avalia-se a capacitância do filme em função dos padrões que estabelecem a presença de vazios – os quais definem pontos de não condução devido a presença de impurezas, por exemplo (BOSMAN; LAU; GILGENBACH, 2004). A Figura 8 ilustra o sistema capacitivo/resistivo sugerido para um filme fino com estrutura de ilhas no qual R_g representa a resistência, C_g indica a capacitância apresentada pelas ilhas e R_b denota a resistência oferecida pelo material do filmes. Dessa forma, filmes com estruturas de ilhas tendem a apresentar maior atenuação da energia da onda

eletromagnética em virtude da maior capacitância apresentada pelo recobrimento (SOETHE, 2009).

Figura 8 – Circuito elétrico exemplificando a analogia de sistema capacitivo/resistivo de um filme fino com estrutura de ilhas.



Fonte: Bosman, Lau e Gilgenbach (2004)

2.2.3.2 Discussão teórica da absorção micro-ondas apresentada por filmes finos

Bosman, Lau e Gilbenbach (2004) apresentam uma discussão teórica sobre os mecanismos de atenuação, a partir de propriedades elétricas, de filmes finos monocamadas. Tal relação é dada a partir do balanço dos coeficientes de reflexão e transmissão e analisada em função da espessura característica do filme.

Por meio de uma analogia a uma linha de transmissão de tensão, a qual representa o campo elétrico tangencial, o cálculo da fração de potência de radiofrequência que é absorvido por um filme fino (A) pode ser escrita conforme exposto nas Equações 4 e 5.

$$A = \frac{2\xi}{(1 + \xi)^2} \quad (4)$$

Onde:

$$\xi = \frac{\sigma Z_0}{2e} \quad (5)$$

Nas equações apresentadas, σ representa a condutividade do filme, e significa a espessura e Z_0 é a impedância de espaço livre (BOSMAN; LAU; GILBENBACH, 2004). Deste modo, torna-se possível a avaliação nos níveis de absorção a partir de propriedades do filme,

tais como espessura e condutividade. Ressalta-se que a Equação 4 apresenta comportamento de natureza parabólica e a inflexão dessa curva, dessa forma, indica a máxima atenuação possível apresentada por filmes finos. De acordo com o exposto, filmes finos monocamadas apresentam um nível de absorção máxima de 50% em função da radiação incidente.

3 MATERIAIS E MÉTODOS

A obtenção e preparo das amostras consiste em uma importante etapa para a caracterização e análise das amostras. Neste contexto, os tópicos a seguir discutem a seleção dos substratos, os parâmetros que envolvem as técnicas de metalização, o procedimento utilizado para a alteração das propriedades superficiais dos recobrimentos e, por fim, os equipamentos e técnicas adotadas para caracterização dos filmes finos obtidos.

3.1 PREPARAÇÃO E SELEÇÃO DOS SUBSTRATOS

Devido as propriedades de estabilidade térmica, optou-se pela utilização de um substrato à base de polímero de engenharia denominado Politereftalato de Etileno (PET). Tal material, produzido pela empresa norte americana Dupont, é conhecido comercialmente como Mylar1000A® ou Melinex® – dependendo da ordem de espessura apresentada. Para o presente estudo, os substratos poliméricos apresentam espessuras da ordem de $0,36 \mu\text{m}$, ponto de fusão superior a 200°C e temperatura de transição vítrea de 50°C . Uma vez que durante o processo de recobrimento temperaturas dessa ordem são atingidas, considera-se necessário que o material utilizado como substrato mantenha suas propriedades durante a obtenção dos filmes finos (SOETHE, 2009).

Além da estabilidade térmica, a utilização de PET é favorecida por características de adesão a diversas superfícies (SOETHE, 2009). Esta propriedade denota-se importante do ponto de vista de aplicação da estrutura filme/substrato para atenuação de radiação micro-ondas em diversos componentes.

Para minimizar a presença de impurezas na superfície do substrato, realizou-se, antes das deposições, um processo de lavagem ultrassônica dos polímeros, utilizando álcool etílico, por meio do equipamento USC-2500 da empresa UNIQUE. Neste, uma temperatura de 33°C foi mantida durante 30 minutos. A Figura 9 ilustra o equipamento utilizado nas dependências do laboratório de física e química da UFSC/CEM.

Figura 9 – Imagem ilustrativa do equipamento de ultrassom utilizado para preparação dos substratos.

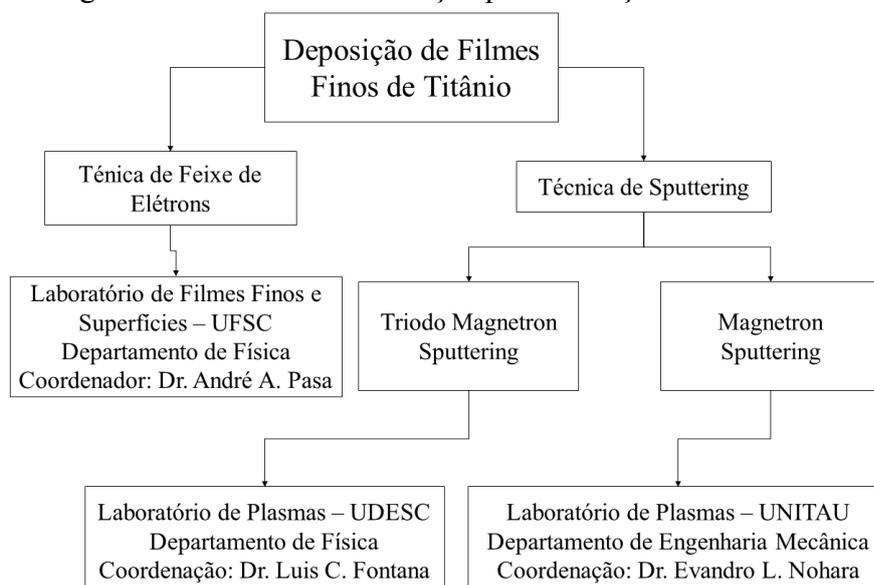


Fonte: Autor

3.2 OBTENÇÃO DAS AMOSTRAS

A não disponibilidade de uma câmara de deposição própria para a obtenção dos filmes finos de titânio tornou necessária a utilização de equipamentos de demais parceiros. Dessa forma, estabeleceu-se uma rede de colaboração para possibilitar a realização do estudo proposto. Esta rede abrangeu o Centro de Ciências Tecnológicas (CCT) da Universidade do Estado de Santa Catarina (UDESC), o Departamento de Física da Universidade Federal de Santa Catarina (UFSC) e o Departamento de Engenharia Mecânica da Universidade de Taubaté (UNITAU). A Figura 10 apresenta um fluxograma no qual é possível observar as instituições envolvidas na obtenção das amostras deste trabalho, bem como as respectivas técnicas de obtenção utilizadas.

Figura 10 – Rede de colaboração para obtenção das amostras.



Fonte: Autor

3.2.1 Técnica de Magnetron Sputtering

A deposição dos filmes finos de titânio via magnetron sputtering foi realizada em um reator a plasma disponibilizado pelo Departamento de Engenharia Mecânica da UNITAU. Este equipamento de deposição é composto de três bombas de vácuo – cada uma abrangendo uma faixa específica de controle de pressão – e diversos sensores de pressão, vazão, espessura e taxa de deposição do filme metálico. Na Figura 11 é apresentada uma imagem da câmara de deposição.

Figura 11 –Reator utilizado nos processos de deposição via magnetron sputtering.

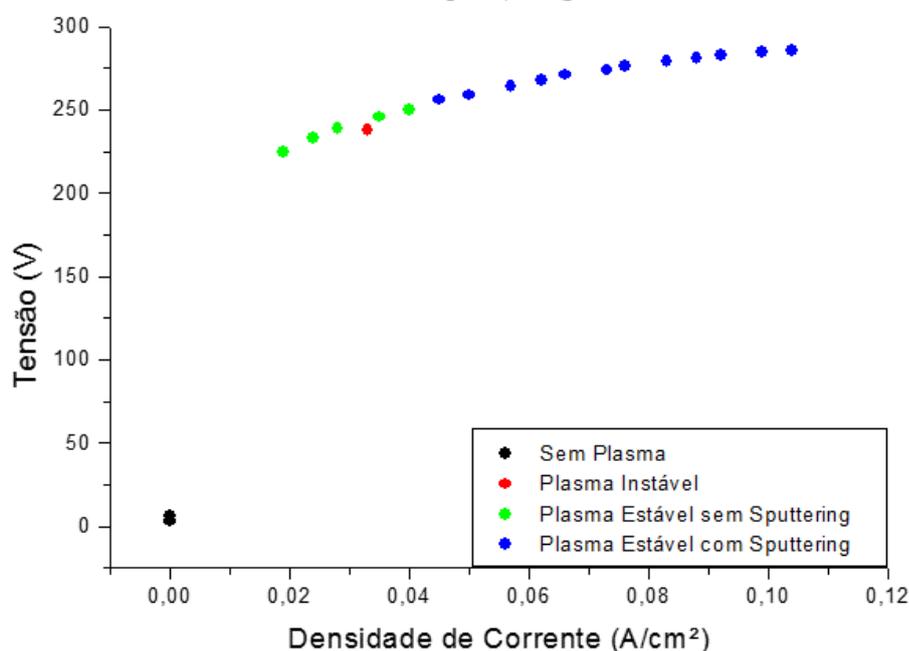


Fonte: Autor.

O equipamento de deposição da UNITAU trata-se uma instalação recente e o entendimento sobre as características específicas do processo de sputtering não são completamente estabelecidas. Desse modo, como parte do estudo proposto, apresenta-se a análise das curvas de deposição e a sugestão de um mecanismo para o aumento da produção de amostras.

Anteriormente à obtenção das amostras, avaliaram-se as condições de deposição para cada uma das pressões de interesse com o intuito de estabelecer e compreender as regiões de sputtering para alvos de titânio. Tal análise denota-se relevante uma vez que cada equipamento apresenta propriedades específicas na caracterização de parâmetros de deposição para garantir a estabilidade do processo. Dessa forma, o processo de metalização foi parametrizado de acordo com a tensão nominal fornecida e as características do regime de descarga para pressões entre 2 mTorr a 10 mTorr – pressões base utilizadas para a deposição. O gráfico apresentado na Figura 12 exemplifica a análise e indica a resposta da densidade de corrente – dado relativo à área de *sputtering* do alvo de titânio – em função da tensão utilizada para uma pressão característica de modo a caracterizar as condições de sputtering.

Figura 12 – Levantamento das curvas de deposição (pressão base da câmara de 6mTorr).

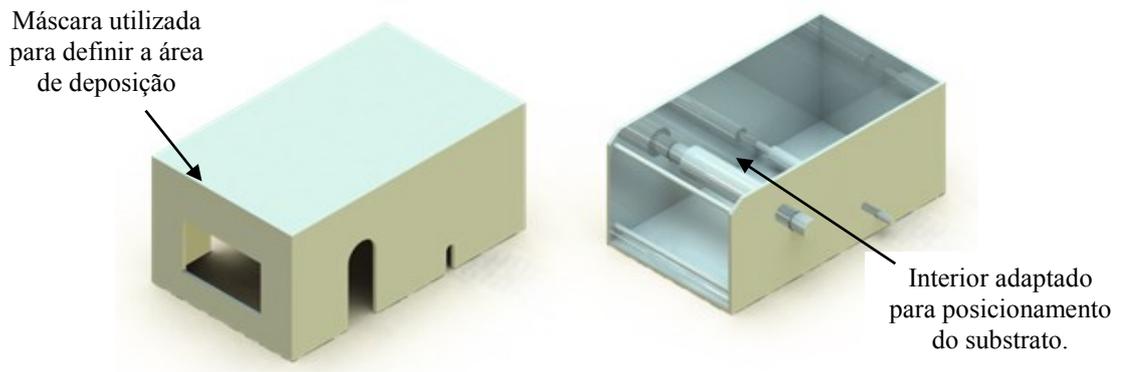


Fonte: Autor.

A Figura 12 fornece uma análise qualitativa que representa as condições adequadas para a deposição de filmes finos de titânio a partir de dada pressão base da câmara. Assim, a partir do estabelecimento das condições de deposição, os valores de tensão de entrada para o processo de sputtering são devidamente correlacionados.

Com o intuito de aumentar a produtividade de produção dos recobrimentos, parte dos estudos consistiu no projeto de um porta-amostras que viabilizasse a produção em série de filmes. Por consequência, aumenta-se a taxa de produção dos filmes uma vez que a pressão base da câmara é atingida. Este aparato também visa ampliar a uniformidade de parâmetros de deposição na obtenção de amostras de diferentes espessuras. Tal projeto foi especificado de acordo com a geometria do reator de trabalho e avalia a maneabilidade, fabricação e operação de modo a apresentar uma solução de simples incorporação e utilização. A Figura 13 ilustra o modelo virtual, elaborado pelo software *SolidWorks*®, do protótipo desenvolvido para aplicação no reator disponibilizado pelo Laboratório de Plasmas da Universidade de Taubaté.

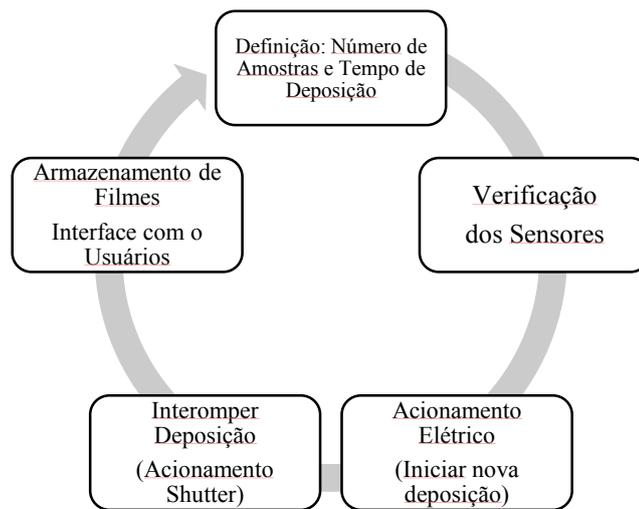
Figura 13 – Projeto CAD do porta-amostras utilizado para deposição de filmes finos.



Fonte: Autor.

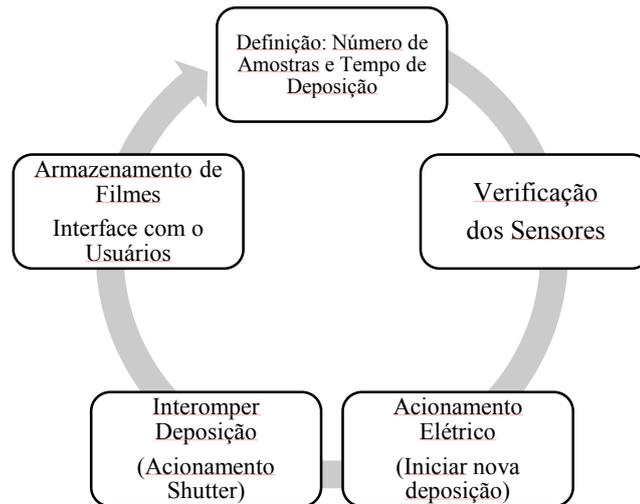
Visando automatizar o processo de metalização, um projeto elétrico também foi elaborado afim de facilitar a manipulação do equipamento pelo usuário de acordo com os requerimentos estabelecidos. Por meio desse sistema, a deposição de diferentes amostras com diferentes espessuras é realizada de forma automática e controlada pelo usuário. Este projeto, exemplificado

na



, também facilita o acompanhamento da leitura dos dados referentes ao processo e garante maior autonomia para produção de amostras.

Figura 14 – Fluxograma que evidencia a lógica empregada para o funcionamento do porta-amostras.



Fonte: Autor.

Para as metalizações foi utilizado um alvo de titânio de alta pureza, com raio de 6 polegadas. Como gás de trabalho optou-se pelo argônio, devido a sua característica inerte de modo a atuar apenas como mecanismo para o processo de arracamento de átomos do alvo e não incorporar-se ao filme. Na Tabela 2 são apresentados os demais parâmetros utilizados na deposição dos filmes finos de titânio pelo processo descrito.

Tabela 2– Parâmetros de deposição utilizados nas metalizações por magnetron sputtering.

Parâmetro	Valor adotado
Taxa de deposição	3 nm/s
Corrente Nominal	3,4 – 3,6 A
Pressão	6 – 7 mbar
Tensão Nominal	308 – 411 V
Fluxo de gás de trabalho	0,73 – 0,83 sccm

Fonte: Autor

Baseados em estudos anteriores realizados por Soethe (2009), avalia-se que os processos de atenuação são evidenciados para filmes de espessuras reduzidas, na ordem das dezenas de nanômetros. No presente estudo, a espessura dos recobrimentos metálicos foi obtida por meio da determinação da taxa de deposição e, conseqüentemente, do controle do tempo de sputtering.

3.2.2 Triodo Magnetron Sputtering

O sistema de TMS também foi utilizado para a deposição dos filmes finos. Tal equipamento, consiste em uma câmara de aço inoxidável com quatro janelas de observação a qual é evacuada por meio de duas bombas de vácuo em série. A alimentação catódica neste sistema é realizada por meio de uma fonte de tensão, um controlador de voltagem; um transformador e uma ponte de diodos retificadora de onda completa. Este sistema conta com uma tela posicionada em frente ao alvo a qual apresenta função de promover o controle da energia das partículas que se depositam, permitindo variar a tensão de 0 a 1000 V e a corrente de 0 a 10 A. Tal tela é caracterizada por apresentar uma distância de 2,0 cm do alvo, com malhas de dimensões da ordem de 4,2 mm e fios de 0,80 mm de diâmetro (SOETHE, 2009).

Alguns trabalhos anteriores realizados com o uso deste equipamento permitiram a utilização de parâmetros previamente estabelecidos. De maneira semelhante ao descrito anteriormente, utilizou-se do alvo de titânio de alta pureza e argônio como gás de trabalho. A Tabela 3 apresenta os parâmetros utilizados para a obtenção dos filmes finos por TMS.

Tabela 3 – Parâmetros de deposição utilizados para metalização por TMS.

Parâmetro	Valor adotado
Taxa de deposição	3 nm/s
Corrente Nominal	1,1 – 1,3 A
Pressão	3,3 – 3,7 mbar
Tensão Nominal	440 – 475 V

Fonte: Autor.

Ressalta-se que a utilização de dois processos de sputtering justifica-se pela disponibilidade do uso dos equipamentos para produção das amostras.

3.2.3 Técnica de deposição por Feixe de Elétrons (Electron Beam)

A obtenção de filmes finos de titânio por esta técnica foi realizada por meio de um equipamento da *Thermionics Vacuum Products 150-0040*, com titânio de alta pureza alocado em um cadinho. Neste processo, não há necessidade de utilização de um gás de trabalho e, dessa forma, pressões base de menor magnitude são atingidas para o processo de evaporação. A Figura 15 apresenta uma imagem ilustrativa do equipamento disponibilizado pelo Laboratório de Filmes Finos e Superfícies da UFSC utilizado para a metalização dos substratos poliméricos.

Figura 15 – Imagem ilustrativa do equipamento utilizado para a deposição de filmes finos pelo processo de feixe de elétrons.



Fonte: Autor.

Uma vez atingida a pressão base da câmara ($9 \cdot 10^{-5} \text{ mTorr}$), o feixe de elétrons é gerado a partir do fornecimento de energia ao sistema. Os parâmetros de avaliação para obtenção dos filmes estão são apresentados na Tabela 4.

Tabela 4 – Parâmetros de deposição utilizados no processo de feixe de elétrons.

Parâmetros	Valor Adotado
Taxa de Deposição	$0,8 - 1,3 \text{ \AA/s}$
Corrente	$0,15 - 0,20 \text{ A}$
Pressão	$4,8 \cdot 10^{-4} - 7,2 \cdot 10^{-4} \text{ mTorr}$
Tensão	$2,5 - 3,5 \text{ kV}$

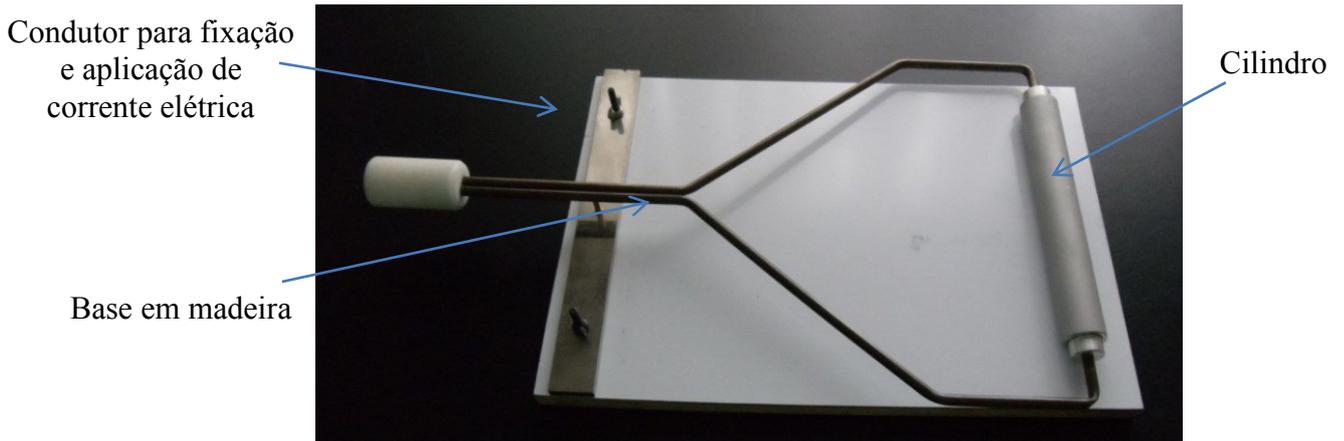
Fonte: Autor.

3.3 TRATAMENTO SUPERFICIAL

A eficiência de um material absorvedor à base de filmes finos está intimamente relacionada com a formação de uma estrutura descontínua, sob a forma de pequenas “ilhas” no material. No presente trabalho, elaborou-se um estudo de modo a induzir a geração dessas ilhas, sendo que a técnica empregada fez uso de um aparato experimental desenvolvido com tal objetivo. Uma imagem ilustrativa de tal dispositivo é apresentada na Figura 16. Neste aparato, uma base isolante, confeccionada em madeira, é utilizada para a alocação das amostras de

filmes metalizadas. Tais amostras são presas em uma das extremidades por meio de uma barra condutora que é alimentada eletricamente por uma fonte de potência variável. Além disso, o aparato conta com um cilindro metálico, sustentado por duas hastes com um terminal em teflon para isolação elétrica.

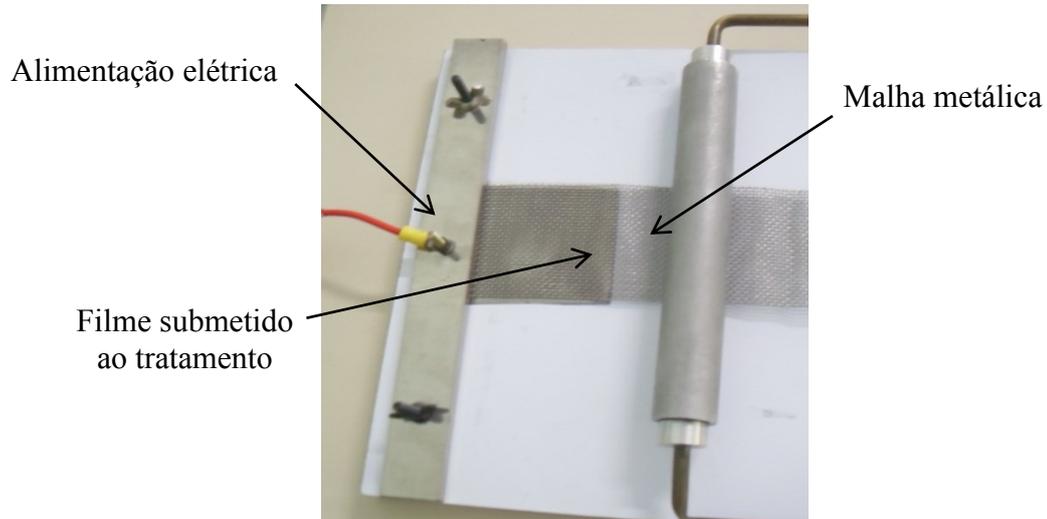
Figura 16 – Aparato experimental utilizado para a geração de uma estrutura descontínua nos recobrimentos metálicos.



Fonte: Autor.

O filme submetido ao tratamento é fixado na barra condutora e, sobre este, posiciona-se uma malha metálica com o objetivo de garantir a passagem de uma corrente elétrica através de uma diferença de potencial que envolve as superfícies condutoras. Assim, avalia-se que a polarização da malha metálica induz a geração de pequenas descargas elétricas sobre a superfície do recobrimento de modo a arrancar o material do filme e promover a geração de pontos de não condução. Com esta técnica, verificam-se que as discontinuidades são geradas a partir de interações de natureza elétrica, mecânica e térmica. A Figura 17 evidencia o sistema utilizado apresentando a amostra, a tela metálica e o rolo polarizado que induz a diferença de potencial elétrico no sistema.

Figura 17 – Detalhamento do aparato experimental utilizado para realização da modificação estrutural dos filmes metálicos.



Fonte: Autor.

A fim de alterar a estrutura do recobrimento metálico, fez-se uma varredura de alguns parâmetros, como por exemplo: tensão e o padrão de malha utilizada. A variação das tensões aplicadas, por exemplo, foi estabelecida no intervalo de 20 a 50 V. O padrão de malha utilizado foi caracterizado por dimensões características que definem o espaçamento de nós entre os fios das mesmas. Nesse contexto, cinco malhas de aço inox distintas foram escolhidas para geração das discontinuidades. A Tabela 5 apresenta as características geométricas das malhas utilizadas no tratamento superficial.

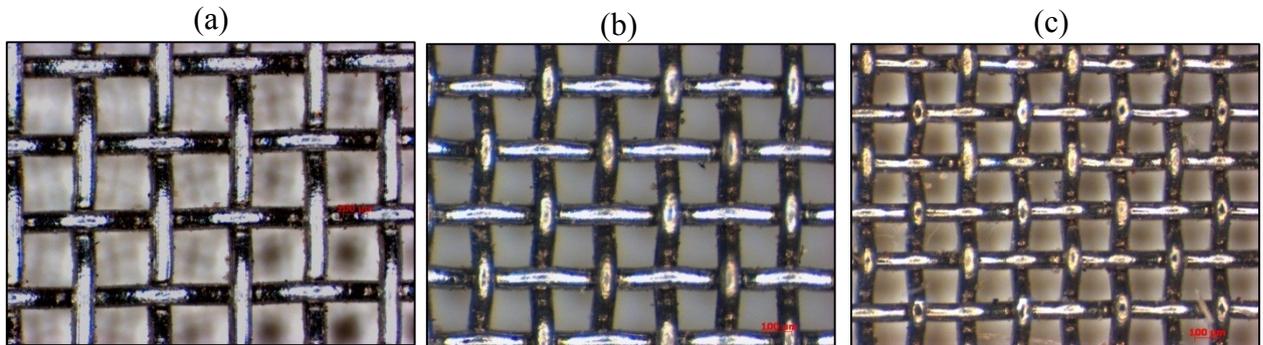
Tabela 5 – Descrição das malhas utilizadas para a geração de discontinuidades.

Identificação da malha	Distanciamento entre nós
M1	1,00 mm
M2	0,80 mm
M3	0,65 mm
M4	0,24 mm
M5	0,19 mm

Fonte: Autor.

As dimensões características foram obtidas com o uso de um estereoscópio da marca Zeiss® modelo *Discovery V8*, disponibilizado pela Divisão de Materiais/IAE. Esta técnica possibilitou medir as distâncias entre dois nós consecutivos – uma vez que este se revela um parâmetro importante para caracterizar a malha e a os efeitos gerados pelo tratamento. A Figura 18 apresenta uma imagem de três das telas utilizadas (classificadas como M3, M4 e M5). A geração das discontinuidades, por fim, é realizada por meio do deslizamento do rolo sobre a malha com uma pressão constante, utilizando-se de 10 repetições como padrão de tratamento.

Figura 18 – Análise visual obtida por estereoscópio das malhas M3, M4, M5, respectivamente, com aumento de (a) 40X, (b) 80X e (c) 80X.



Fonte: Autor.

3.4 CARACTERIZAÇÃO DE FILMES FINOS

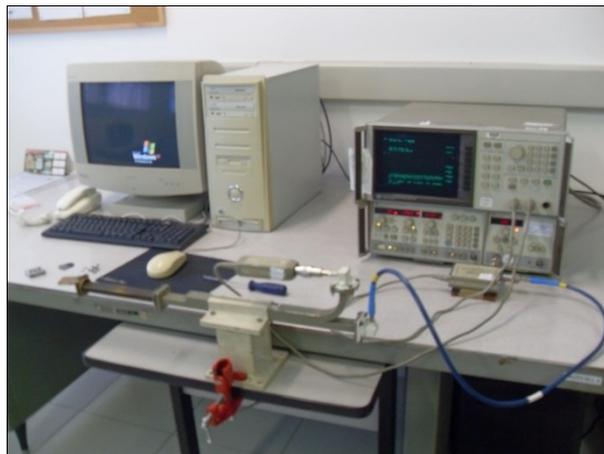
3.4.1 Atenuação Eletromagnética

Os filmes finos de titânio obtidos foram avaliados quanto à atenuação da radiação eletromagnética na faixa de frequência de micro-ondas (8-12GHz). A análise consiste na verificação dos princípios da conservação da energia em função das energias incidente (E_i), refletida (E_r), atenuada ou transmitida (E_{at}) e absorvida (E_a). O balanço é verificado de acordo com a Equação 6 (SOETHE, 2009):

$$E_i = E_r + E_{at} + E_a \quad (6)$$

O equipamento utilizado para avaliar a absorção dos materiais consiste em um analisador de redes escalar da *Hewlett Packard*, modelo 8757. Este equipamento, por meio da medição da refletividade, permite determinar a radiação eletromagnética incidente absorvida. A Figura 19 indica o equipamento utilizado para medição de absorção nas dependências do laboratório de caracterização eletromagnética do AMR/IAE.

Figura 19 – Imagem ilustrativa do equipamento de guia de ondas utilizado para absorção de radiação eletromagnética.



Fonte: Autor.

Além disso, a caracterização dos filmes finos foi realizada por meio de um analisador de redes vetorial, utilizado nas dependências do departamento de Guerra Eletrônica do Instituto Tecnológico de Aeronáutica (ITA), modelo N5230C da *Agilent Technologies*. A vantagem da utilização deste equipamento, quando comparado ao analisador de redes escalar, é justificada na possibilidade de determinação de todos os parâmetros S, os quais definem as energias intrínsecas de absorção, transmissão e reflexão, bem como possibilita a observação do comportamento de fase dos sinais. Para realização desta análise é realizado, inicialmente, o preparo da amostra e calibração do equipamento a fim de avaliar as características de absorção intrínsecas dos filmes finos obtidos.

3.4.2 Resistividade

De forma a traçar um paralelo entre as características de absorção dos filmes finos e suas propriedades intrínsecas, medidas de resistividade por meio de um medidor de resistividade elétrica de quatro pontas foram realizadas. Estas análises foram conduzidas no Laboratório de Caracterização Eletromagnética da Divisão de Materiais do IAE e no Laboratório de Superfícies e Nanotecnologia da UFSC – campus Joinville – de modo a comparar os resultados obtidos. A Figura 20 apresenta uma imagem ilustrativa do equipamento utilizado nas dependências do IAE.

Figura 20 – Equipamento para medição de resistividade (técnica de 4 pontas).



Fonte: Autor.

As análises de resistividade em quatro pontas permitiram avaliar o comportamento da resistividade dos filmes finos (ρ_f) em função da espessura dos recobrimentos (e) e da razão entre a tensão (V) e corrente (I) dada a partir de medições das amostras. Tais dados são coletados por meio da aplicação de uma corrente nominal e posterior leitura da tensão para um dado intervalo cíclico analisado. A amostragem de vários pontos de tensão e corrente minimiza o erro, uma vez que o resultado de interesse é dado pela inclinação da reta tangente ao ajuste de curva estabelecido pelos dados experimentais do diagrama de tensão e corrente. A resistividade do filme, por fim, pode ser obtida por meio da Equação 7 (SMITH, 1995).

$$\rho_f = 4,53 \cdot \left(\frac{V}{I}\right) \cdot e \quad (7)$$

3.4.3 Microscopia

Análises de microscopia óptica foram realizadas sobre os filmes finos obtidos no presente estudo com o intuito de avaliar a efetividade do tratamento realizado por meio da visualização da distribuição de descontinuidades nos filmes. A utilização de microscopia óptica confocal, por meio de um equipamento Leica DCM3D, também foi incluída para uma melhor visualização da superfície dos recobrimentos metálicas. Estas análises foram realizadas no Laboratório de Metalografia e Caracterização Microscópica do Departamento de Engenharia Mecânica da Universidade do Estado de Santa Catarina e no Laboratório de Microscopia da AMR/IAE.

3.4.4 Perfilometria

Com o intuito de avaliar se a espessura dos filmes finos obtida a partir da taxa de deposição estabelecida pelas técnicas de deposição condiz com a espessura real das amostras, medições utilizando a técnica de perfilometria foram realizadas no departamento de Física do ITA. Tais medições foram realizadas com a utilização de um equipamento KLA Tencor modelo P-7.

A medição foi realizada a partir de substratos de silícios, devido às suas características de rugosidade superficial, que foram inseridas no processo de deposição dos filmes para as amostras de estudo. Sobre parte das amostras de silício utiliza-se de uma máscara, composta por filmes poliméricos de poliamida e silicone, com o intuito de promover um degrau que representa a espessura do filme fino de titânio obtido. Para tal análise, três regiões da interface entre o filme fino e o substrato de silício foram medidas de modo a avaliar a espessura média dos recobrimentos.

A fim de avaliar a homogeneidade das deposições, em uma das amostras mais de um substrato de silício foi posicionada ao longo da amostra. A existência da diferença entre a espessura medida destas amostras indica um gradiente nesta propriedade dada entre as posições escolhidas.

4 RESULTADOS

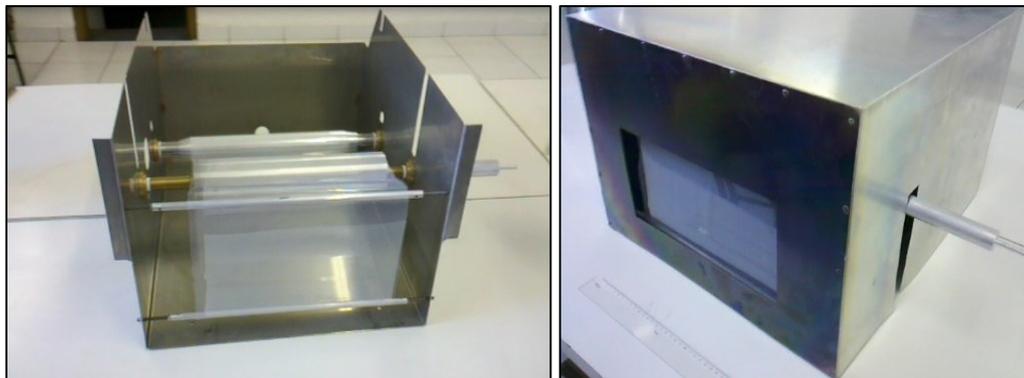
Para melhor avaliar e apresentar os resultados obtidos, apresenta, na sequência, uma análise das características resistivas de filmes finos de titânio obtidos via sputtering e feixe de elétrons. Inicialmente, o estudo é realizado com o intuito de validar a efetividade do tratamento superficial proposto a partir de diversas telas metálicas, verificar a variação de propriedades resistivas e de atenuação eletromagnética para filmes de mesma espessura e, por fim, investigar a variação dos picos de absorção apresentados por filmes finos de diversas espessuras. Como resultado, valida-se e parametriza-se as condições mais pronunciadas nas alterações de propriedades elétricas induzidas pelo tratamento proposto e é estabelecido as espessuras de interesse (as quais apresentam os maiores valores de atenuação). Tais resultados são incluídos e desenvolvidos mais profundamente de modo a discutir as propriedades intrínsecas que envolvem o processo de atenuação eletromagnética.

4.1 FILMES FINOS DE TITÂNIO OBTIDOS VIA SPUTTERING

4.1.1 Porta-Amostras Desenvolvido

O tempo total de obtenção das amostras é dependente, de maneira bastante significativa, do período relativo à evacuação da câmara de deposição até a pressão base de interesse. Nesse contexto, o aumento da taxa de produção pode ser obtido por meio da inserção de um dispositivo no sistema que permita a produção de amostras sem a necessidade de evacuação da câmara para a deposição de cada uma destas. Assim, para auxiliar na obtenção dos filmes finos de titânio pela técnica de magnetron sputtering, um protótipo mecânico do porta-amostras projetado foi construído para uso nas dependências do Laboratório de Plasmas da UNITAU (Figura 21).

Figura 21 – Protótipo do porta-amstras utilizados para as deposições de filmes finos de forma seriada pela técnica de magnetron sputtering.



Fonte: Autor.

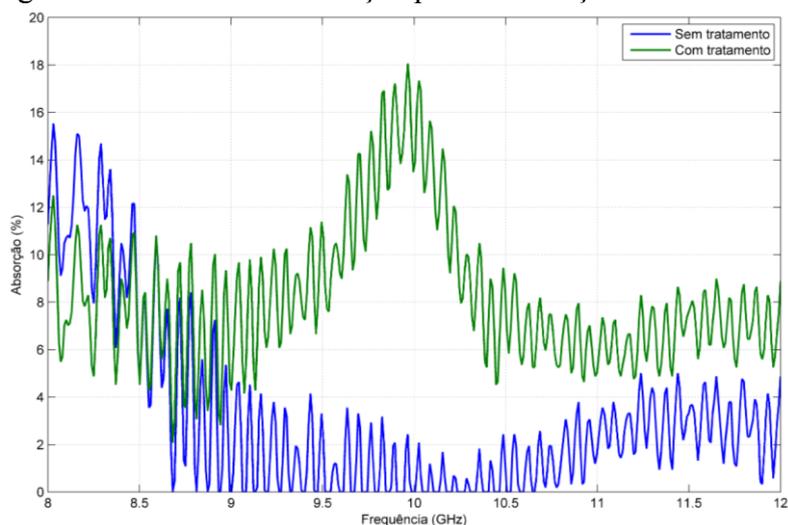
A utilização deste equipamento aumentou substancialmente a produção das amostras sem que as características do substrato fossem alteradas. A incorporação do sistema elétrico proposto sugere a automatização do protótipo de modo a auxiliar o usuário no processo de obtenção de amostras.

4.1.2 Validação do Tratamento

Para verificar a correlação entre a resistividade e o aumento na absorção de filmes finos de titânio, realizou-se a análise em duas amostras, obtidas sob as mesmas condições pela técnica de magnetron sputtering, de 210 nm de espessura. Em uma destas, realizou-se um tratamento com o intuito de induzir a geração de descontinuidades no recobrimento metálico e, por consequência, alterar as propriedades elétricas das mesmas, conforme o procedimento descrito anteriormente. Ressaltando que as amostras apresentam as mesmas dimensões (25 x 10 mm), é possível fazer uma estimativa da resistência apresentada pelos filmes e avaliá-los quanto à absorção da radiação eletromagnético para as condições com e sem tratamento superficial.

A avaliação dos recobrimentos indicou que a amostra submetida ao tratamento apresentou um aumento de cerca de 12% na resistência superficial quando compara à amostra não tratada. Apesar da análise quantitativa dos dados indicar a existência de uma série de erros, uma vez que a medida foi realizada com um multímetro digital, o estudo é válido do ponto de vista comparativo. A análise de absorção, realizada por meio do analisador de redes escalar para estes dois recobrimentos estudados, é ilustrada na Figura 22.

Figura 22 – Análise de absorção para verificação do tratamento



Fonte: Autor.

Conforme é possível verificar na Figura 22, o filme fino submetida ao tratamento proposto – o qual apresentou uma maior resistência– evidenciou um maior pico de atenuação para uma frequência da ordem de 10 GHz. Avaliando os valores máximos de atenuação – do tipo banda estreita – verifica-se que as amostras com e sem tratamento apresentam, respectivamente, atenuação máxima de 18% e 15,7%.

Esta análise representa uma resposta preliminar dos filmes finos de titânio a partir do tratamento proposto e motivou a continuidade dos estudos. Nos tópicos seguintes inclui-se a análise da influência das malhas no tratamento e da espessura das amostras de modo a confrontar as propriedades elétricas e de absorção eletromagnética dos recobrimentos.

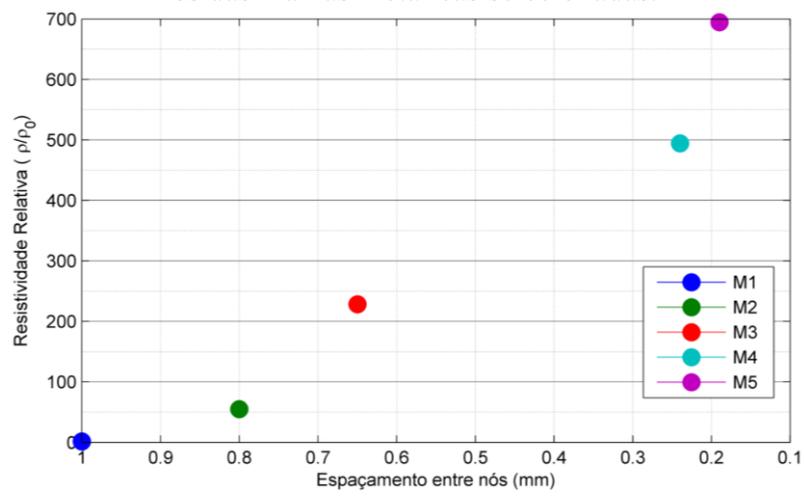
4.1.2.1 Avaliação das Malhas

Uma vez que é verificada que há alteração das propriedades superficiais do recobrimento por meio do tratamento proposto, observa-se que a utilização de distintas formas de geração das discontinuidades, utilizando malhas metálicas, é eficaz para a alteração das características físicas dos filmes finos. Neste estudo, utilizou-se de amostras menos espessas, da ordem de 48 nanômetros – de acordo com o processo de deposição – obtidas sob as mesmas condições por meio do processo de magnetron sputtering para a realização do tratamento.

Desta forma, uma vez obtidos, os filmes finos de titânio foram submetidos ao tratamento superficial proposto com todas as malhas metálicas selecionadas para a análise. A avaliação dos resultados foi realizada a partir de medidas de resistividade elétrica em quatro pontas, nas dependências do laboratório de caracterização eletromagnética do AMR/IAE, para

amostras do mesmo tamanho (15 x 15 mm). Para facilitar a análise, avaliou-se a resistividade relativa dos recobrimentos, a qual é dada em função da resistividade apresentada pela amostra sem tratamento (ρ_0) – assim verifica-se o aumento desta propriedade em relação à amostra não tratada. A Figura 23 revela a variação da resistividade para os filmes finos em função das distâncias entre nós das malhas metálicas utilizadas no tratamento.

Figura 23 – Resistividade apresentada pelos filmes finos de Ti em função da distância entre nós das malhas metálicas selecionadas.



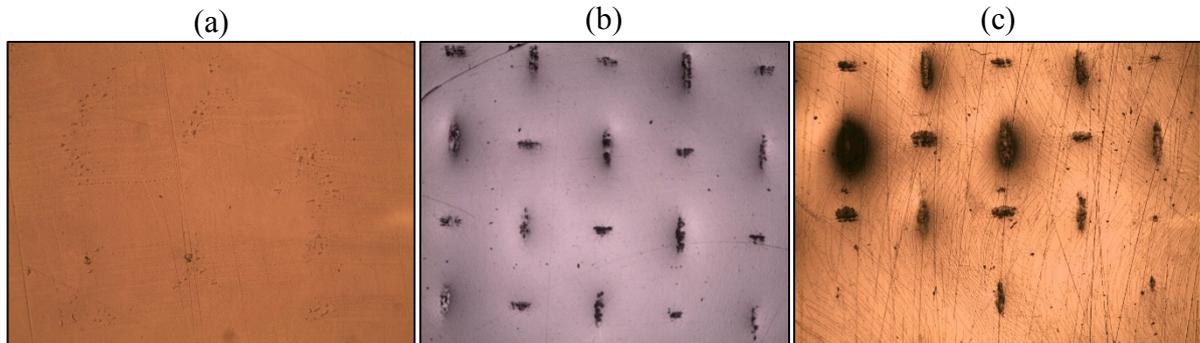
Fonte: Autor.

Conforme apresentado na Figura 23, verifica-se um aumento substancial na resistividade dos substratos conforme diminui-se o espaçamento entre nós das malhas metálicas selecionadas. Este comportamento pode ser relacionado ao fato de que quanto maior o espaçamento entre os nós da malha, maior é a área isenta de discontinuidades de modo a tornar o material mais condutor. Por outro lado, menores espaçamentos inferem em mais pontos de discontinuidades, os quais atuam como pontos de espalhamento para a radiação eletromagnética incidente e conseqüentemente aumentam o valor da resistividade apresentada pelo material.

4.1.2.2 Microscopias Ópticas

Para verificar se o espaçamento entre as malhas selecionadas promove, de fato, padrões de pontos de não condução de acordo com a geometria destas, as amostras foram avaliadas por meio de microscopia óptica com aumentos de 40 e 80X. A Figura 24 ilustra as micrografias obtidas de modo a evidenciar a superfície das amostras sem tratamento e submetidas ao tratamento pelas malhas M1 e M5.

Figura 24 – Visualização das amostras (a) não tratadas (40x), (b) submetidas ao tratamento pela malha M1 (40x) e (c) M5 (80x).



Fonte: Autor.

Avaliando-se as micrografias apresentadas na Figura 24 verifica-se que as malhas apresentam influência direta nas imperfeições geradas pelo tratamento e, por consequência, nas propriedades resistivas. Apesar da distribuição dos pontos de não condução não se dar de maneira homogênea ao longo do material, verifica-se modificações características que condizem com os padrões de malha utilizados no tratamento (incluindo o distanciamento de nós).

4.1.2.3 Avaliação da atenuação da radiação eletromagnética pelos filmes finos

Uma vez verificada que a alteração superficial dos recobrimentos é dada a partir dos padrões de malha utilizados, avalia-se a absorção eletromagnética das amostras de acordo com cada tratamento proposto para a frequência de 8 a 12 GHz. A Tabela 6 apresenta os resultados de absorção dos filmes finos de titânio de espessuras da ordem de 48 nanômetros que foram submetidas aos tratamentos superficiais por meio de malhas metálicas de diversos padrões de espaçamento.

Tabela 6 – Avaliação da alteração dos valores de máxima atenuação para os filmes com tratamento em relação à amostra não tratada.

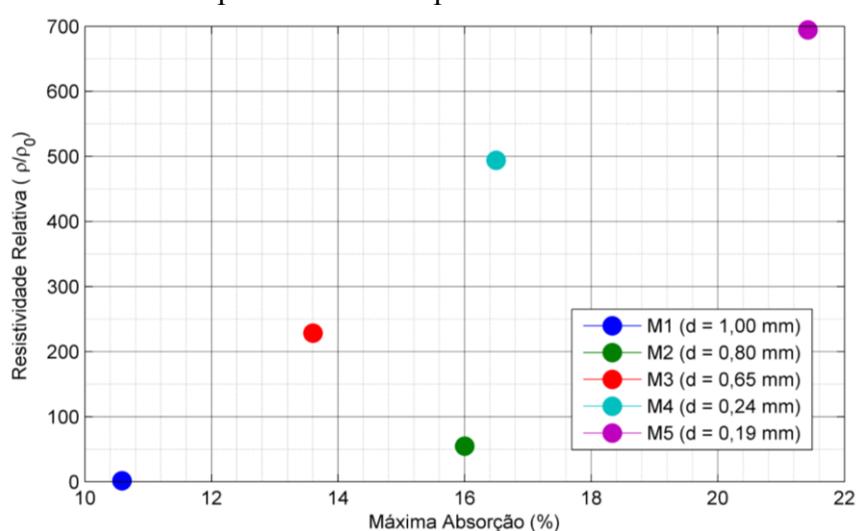
Malha Utilizada	Máxima Atenuação	Aumento Percentual
Sem Tratamento	7,50%	
M1	10,60%	41,30%
M2	16,30%	117,30%
M3	13,60%	81,30%
M4	16,50%	120%
M5	21,45%	186%

Fonte: Autor.

De acordo com a Tabela 6 verifica-se que todas as amostras submetidas ao tratamento apresentaram maiores valores máximos de atenuação em relação à amostra sem tratamento (tal expressiva condição é dada em função do aumento percentual indicado). Observa-se, também, o aumento do valor de absorção máxima conforme o espaçamento entre os nós das malhas utilizadas no tratamento (d) é reduzido – a qual apresenta tendência similar àquela apresentada pela resistividade dos recobrimentos metálicos em função de diferentes malhas.

A Figura 25 correlaciona os dados de resistividade e os valores máximo de absorção para as amostras obtidas.

Figura 25 – Relação entre a resistividade e os valores máximos de absorção para as amostras tratadas superficialmente a partir de diferentes malhas.



Fonte: Autor.

Conforme é possível observar na Figura 25, há uma tendência no aumento do valor máximo de absorção conforme a resistividade relativa do recobrimento aumenta. Destaca-se que a indução de defeitos no material é dada de maneira não homogênea, apesar do método proposto ser função da geometria da malha metálica que estabelece o contato. Tal não uniformidade se deve ao fato de que o método utilizado para a indução de defeitos no material é dado por meio de fenômenos mecânicos, térmico e elétricos, os quais são de difícil controle durante o tratamento. Por outro lado, conforme evidenciado, o aumento na resistividade é verificado em todas as amostras, de modo a validar o método utilizado no presente estudo. Desta forma, pode-se afirmar que uma maior concentração de defeitos na superfície do recobrimento atuará de forma mais efetiva, contribuindo para os mecanismos perda, ou seja, o material se comportará de forma mais resistiva à passagem das correntes de *Eddy* formadas em sua superfície.

4.1.3 Avaliação das espessuras de interesse

Uma vez validado o tratamento superficial para as amostras em análise, necessita-se compreender a resposta dos filmes finos para espessuras mais sensíveis ao processo de atenuação. Nesse contexto, nove amostras de filmes de titânio foram obtidas a partir do método de Triodo Magnetron Sputtering. Foram depositadas amostras de 10 a 70 nm obtidas a partir de tempos de deposição entre 83 e 350 segundos. Os resultados de absorção para estas amostras, avaliados na faixa de frequência de micro-ondas (8 – 12 GHz), podem ser observados na Tabela 7.

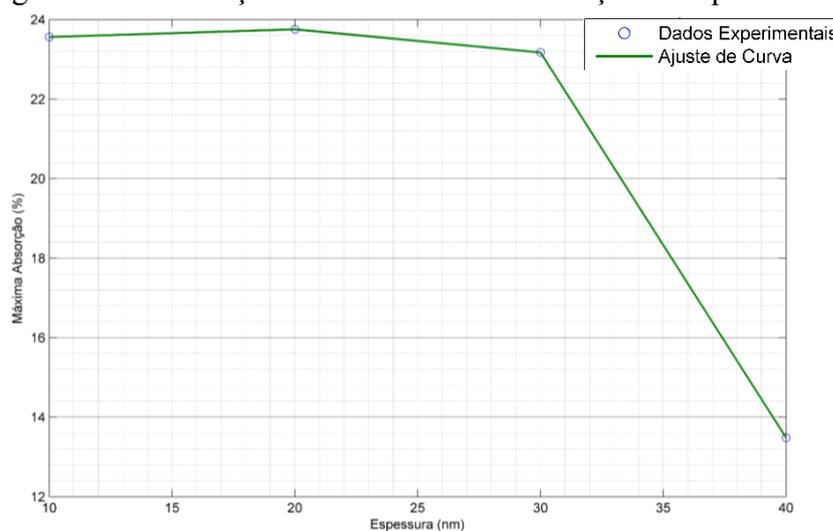
Tabela 7 – Absorção em função da espessura das amostras.

Espessura	Máxima Atenuação (%)
10 nm	23,57%
15 nm	21,00%
20 nm	23,76%
25 nm	25,30%
30 nm	23,20%
40 nm	13,50%
50 nm	17,00%
60 nm	19,00%
70 nm	17,22%

Fonte: Autor.

Conforme é possível verificar na Tabela 7, os maiores níveis de atenuação são apresentados por filmes da ordem de poucas dezenas de nanômetros, sendo que espessuras maiores, em geral, desfavorecem a atenuação – uma vez que o recobrimento se torna mais condutor. A Figura 26 revela essa relação por meio da avaliação dos valores de máxima absorção em função da espessura para filmes de 10 a 40 nm, com intervalos de 10 nm.

Figura 26 – Atenuação dos filmes de Ti em função da espessura.



Fonte: Autor.

A partir dos resultados da análise preliminar, avalia-se que o tratamento proposto foi eficaz no que tange ao aumento da resistividade dos recobrimentos que, por sua vez, resultou no aumento dos níveis de atenuação da radiação incidente. Por fim, verifica-se que o fenômeno de atenuação, para o caso de filmes de titânio, é mais pronunciado para espessuras de poucas dezenas de nanômetros. Tal análise qualitativa foi essencial para validação experimental do presente estudo e para embasamento no desenvolvimento da análise detalhada apresentada na sequência.

4.2 FILMES FINOS DE TITÂNIO OBTIDOS VIA FEIXE DE ELÉTRONS

A seção de análise detalhada utiliza dos resultados apresentados anteriormente de modo a realizar um estudo mais específico e quantitativo acerca dos mecanismos de atenuação de radiação eletromagnética para amostras de diferentes espessuras submetidas ao tratamento superficial estudado. Desse modo, estima-se compreender melhor a correlação entre as características de absorção e propriedades elétricas apresentadas pelos filmes finos de Ti estudados.

Nos estudos subsequentes, adotou-se a malha metálica M5 para os tratamentos superficiais. Esta escolha se justifica uma vez que tal malha promoveu alterações significativas no aumento de resistividade e, por consequência, proporcionou um aumento na absorção apresentada pelos recobrimentos metálicos.

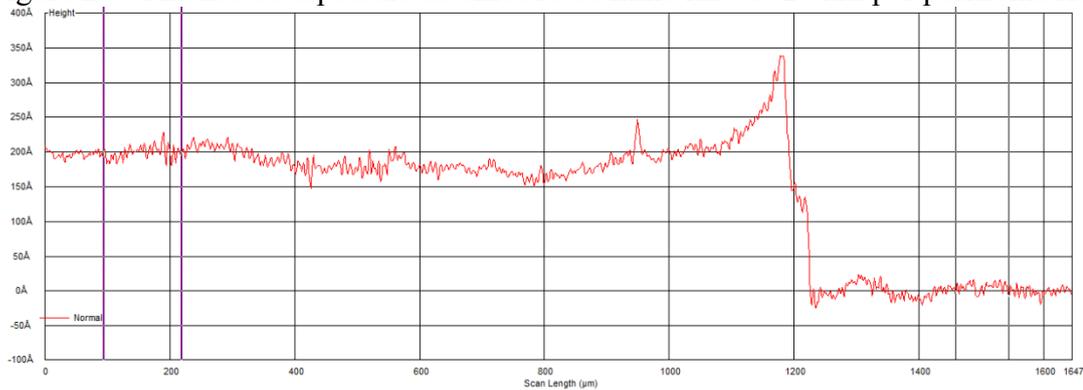
Por meios dos resultados anteriores, devido à maior atenuação apresentada, optou-se pela análise de quatro amostras com espessuras da ordem de 10 a 40 nm com dimensões de 100

x 100 mm. Tais amostras foram obtidas por meio da técnica de feixe de elétrons, o que permitirá uma análise comparativa com os resultados de absorção obtidos com os filmes depositados por sputtering, apresentado na seção 4.1.

4.2.1 Análise de Perfilometria

Uma das técnicas empregadas para a medição de espessura consiste na análise de perfilometria na qual faz-se uma avaliação de um degrau obtido entre a região recoberta e sem recobrimento metálico. Na Figura 27 observa-se um gráfico de análise de perfilometria de um filmes de Ti de 20 nm.

Figura 27 – Análise de espessura da amostra de filme fino de 20 nm por perfilometria.



Fonte: Autor.

O resultado das medições de perfilometria de todas as 4 amostras obtidas é apresentada na Tabela 8, na qual também é indicado a espessura verificada no equipamento de deposição, obtida por meio de um oscilador de cristal de quartzo. A medida de perfilometria foi realizada em três regiões da interface filme-substrato de modo a indicar a espessura média para as amostras. A correlação entre os dados obtidos pela análise de perfilometria e a espessura dada pelo processo de deposição é dada a partir do percentual de diferença entre os valores analisados.

Tabela 8 – Comparação entre as espessuras de estudo e a análise de perfilometria.

Medidor de Espessura (Câmara de Feixe de Elétrons)	Perfilometria	Percentual de Diferença
40 nm	42,50 nm	6,06%
30 nm	29,00 nm	3,68%
20 nm	20,84 nm	4,11%
10 nm	14,30 nm	35,40%

Fonte: Autor.

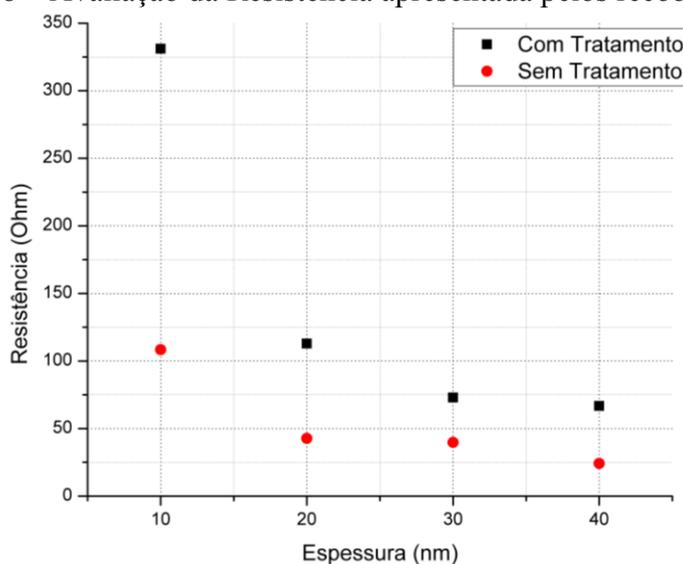
Conforme verificado, a espessura média obtida pela análise dos substratos de silício aproxima-se de maneira significativa dos valores esperados. A maior discrepância está nas amostras de 10 nm, entretanto este valor aproxima-se da resolução do equipamento de medição e, portanto, a sensibilidade do perfilmetro influencia substancialmente na avaliação da espessura.

4.2.2 Tratamento Superficial

4.2.2.1 Avaliação da Resistividade

A medição de resistividade pela técnica de 4 pontas foi realizada no Laboratório de Superfície e Nanotecnologia da UFSC – Joinville – e também nas dependências do Departamento de Física do ITA. Desse modo, valida-se a medição das amostras de maneira comparativa com o intuito de avaliar a tendência da variação da resistividade. Os resultados convergiram de modo a indicar os valores de semelhante grandeza e tendência nas medições de resistência de folhas das amostras. Na Figura 28 é apresentada a resistência apresentada pelos recobrimentos, de dimensões características de 50 x 100 mm, em função da espessura para amostras com e sem tratamento superficial.

Figura 28 – Avaliação da Resistência apresentada pelos recobrimentos.



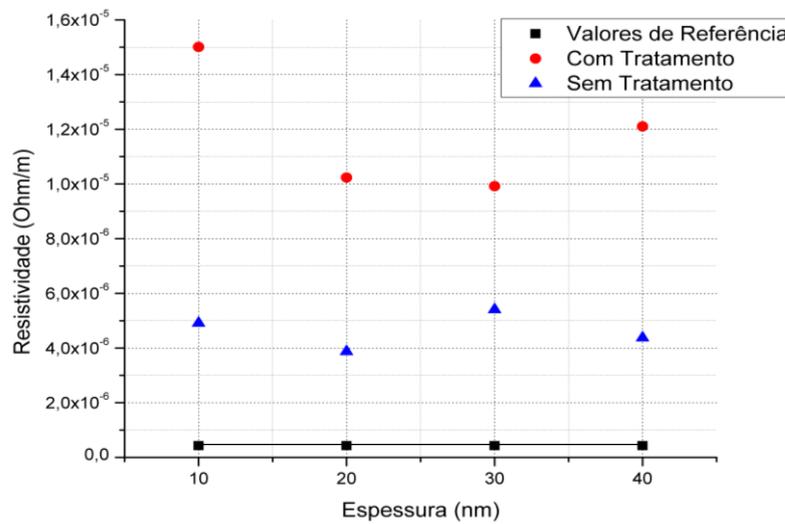
Fonte: Autor.

Por meio da Figura 28 é possível visualizar que a resistência apresentada pelos filmes finos é inversamente proporcional à espessura dos mesmos para ambos os casos. Quando

comparadas em função do tratamento superficial, verifica-se que as amostras submetidas à indução de defeitos apresentam uma maior resistência quando comparadas às amostras não tratadas.

A partir dos dados de resistência, a resistividade dos filmes pode ser obtida por meio da Equação 7. A Figura 29 apresenta os resultados de resistividade para os filmes com e sem tratamento e, também, indica o valor de referência para a resistividade do titânio em sua forma volumétrica ($\rho_{Ti} = 4,27 \cdot 10^{-7} \text{ Ohm} \cdot \text{m}$) (HALLIDAY; RESNICK; WALKER, 2011).

Figura 29 – Resistividade dos filmes finos de titânio em função da espessura.



Fonte: Autor

Conforme esperado, avalia-se que os filmes finos apresentam valores de resistividade bastante elevados em relação ao material em sua forma volumétrica. Tal característica se deve ao fato de que a estrutura dos filmes finos apresenta-se em uma distribuição descontínua, diferente de suas características em condições volumétricas.

Na Tabela 9 é apresentada uma análise comparativa dos valores de resistência e resistividade para cada espessura, para os filmes sem e com tratamento, com intuito de demonstrar a variação de propriedades elétricas dos recobrimentos e o percentual de diferença de resistividade em relação a um valor de resistividade médio em função da espessura. Verifica-se que o valor de resistividade, para os filmes sem tratamento, apresenta uma tendência constante, de modo a indicar um percentual de diferença máximo equivalente a 18%. Para as amostras submetidas ao tratamento, avalia-se que há um crescimento abrupto nos valores de resistividade para a espessura de 10 nm, conforme discutido por Lim e Isshiki (2006). Tal ponto é descrito por um percentual de diferença de 23,8% quando comparado à média dos valores de interesse.

Tabela 9 – Dados referentes as medidas da resistência e resistividade dos filmes finos de Ti com e sem tratamento.

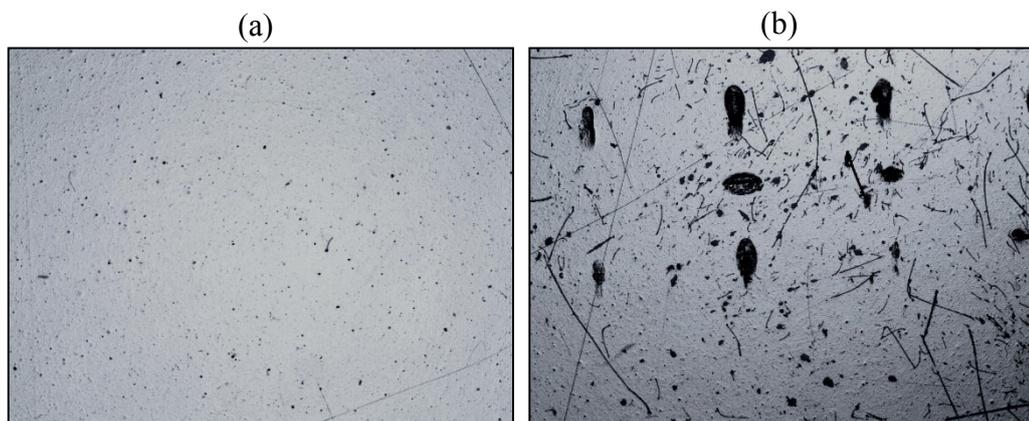
	Espessura	Com Tratamento	Sem Tratamento		
Resistência	10 nm	331,09 Ohm	108.35 Ohm		
	20 nm	112,90 Ohm	42.684 Ohm		
	30 nm	72,94 Ohm	39.74 Ohm	Percentual de Diferença	
	40 nm	66,75 Ohm	24.13 Ohm	Com Tratamento	Sem Tratamento
Resistividade	10 nm	1,50E-05 Ohm.m	4,91E-06 Ohm.m	23,80%	5,68%
	20 nm	1,02E-05 Ohm.m	3,87E-06 Ohm.m	14,30%	18,10%
	30 nm	9,92E-06 Ohm.m	5,40E-06 Ohm.m	17,50%	15,20%
	40 nm	1,21E-05 Ohm.m	4,38E-06 Ohm.m	2,40%	5,86%
Média		1,18E-05 Ohm.m	4,64E-06 Ohm.m		

Fonte: Autor.

4.2.2.2 Análise de Microscopia Óptica

A utilização de microscopia óptica para avaliação da eficácia do método utilizado foi realizada nas dependências do Laboratório de Microscopia da UDESC. Tal estudo visa avaliar se os padrões apresentados pela malha metálica utilizada no tratamento foram, de fato, responsáveis pela indução de descontinuidades no material. A Figura 30 ilustra o resultado da análise, considerando um aumento de 40 vezes, para a amostra de filme fino de titânio de 20nm de modo a evidenciar o tratamento superficial.

Figura 30 – Micrografias das amostras de Ti com espessura de 20 nm com aumento de de 40x da (a) sem tratamento; e (b) com tratamento.

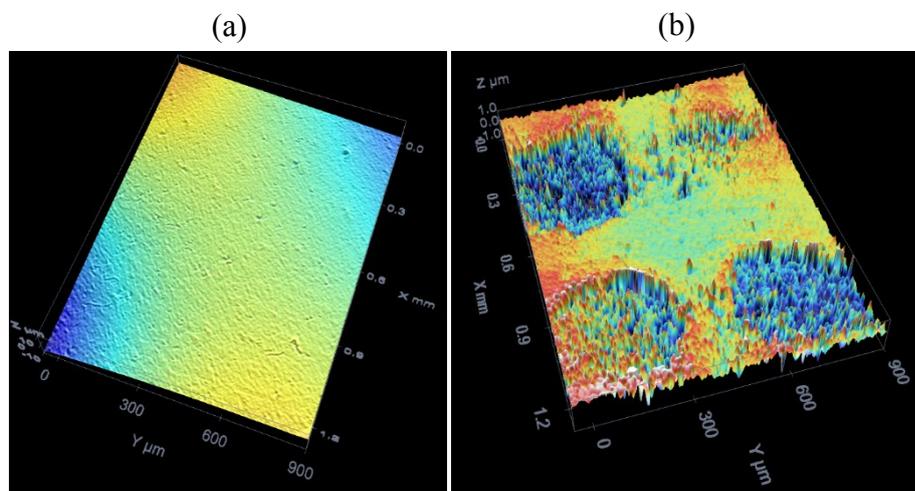


Fonte: Autor.

Conforme esperado, há uma diferença significativa entre a superfície dos filmes não tratados e àqueles submetidos ao tratamento. Verifica-se, também, que os padrões estabelecidos de pontos de não condução são condizentes com os padrões da malha metálica utilizada no tratamento.

De forma a facilitar a visualização da topografia dos recobrimentos obtidos e observar as alterações na superfície dos filmes tratados, realizou-se uma análise por meio da técnica de microscopia confocal disponibilizado pelo Laboratório de Microscopia da UDESC. Na Figura 31 pode-se observar a micrografia obtida para a amostra de 30 nm, com um aumento de 10X, nas condições com e sem tratamento superficial. Na Figura 31(b) pode-se observar uma nítida modificação na uniformidade e rugosidade do recobrimento. Estas irregularidades podem atuar como pontos de espalhamento da radiação eletromagnética incidente, ampliando os processos de absorção apresentados pelos recobrimentos metálicos estudados.

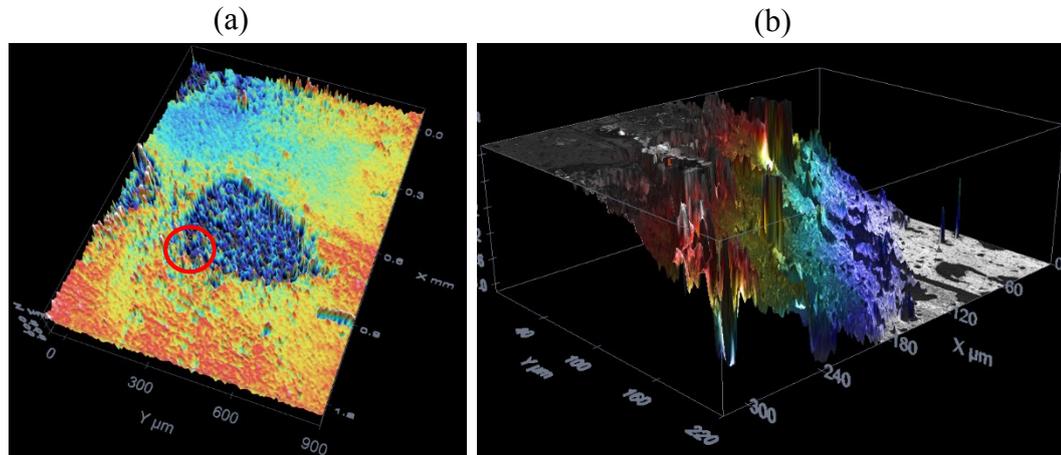
Figura 31 – Análise de microscopia confocal da amostra de 30 nm (a) sem tratamento; e (b) após a realização do tratamento superficial.



Fonte: Autor.

Na Figura 32 é apresentada a microscopia confocal da amostra de 40 nm com aumento de 10 e 40X. Tal aumento na visualização é realizado na área demarcada (círculo azul na Figura 32(a)), de modo a favorecer a visualização da transição entre a região indicada pelo defeito induzido por meio do tratamento e a região uniforme do recobrimento.

Figura 32 – Amostras de 40 nm com aumentos de (a) 10X; (b) 40X (ampliação da área demarcada).



Fonte: Autor.

Por meio das Figuras 31 e 32, é possível verificar de forma clara a alteração superficial promovida no recobrimento pelo tratamento utilizado. Na região destacada, é possível visualizar que a indução de pontos de não condução é representada pela presença de uma depressão a qual representa os defeitos gerados no recobrimento.

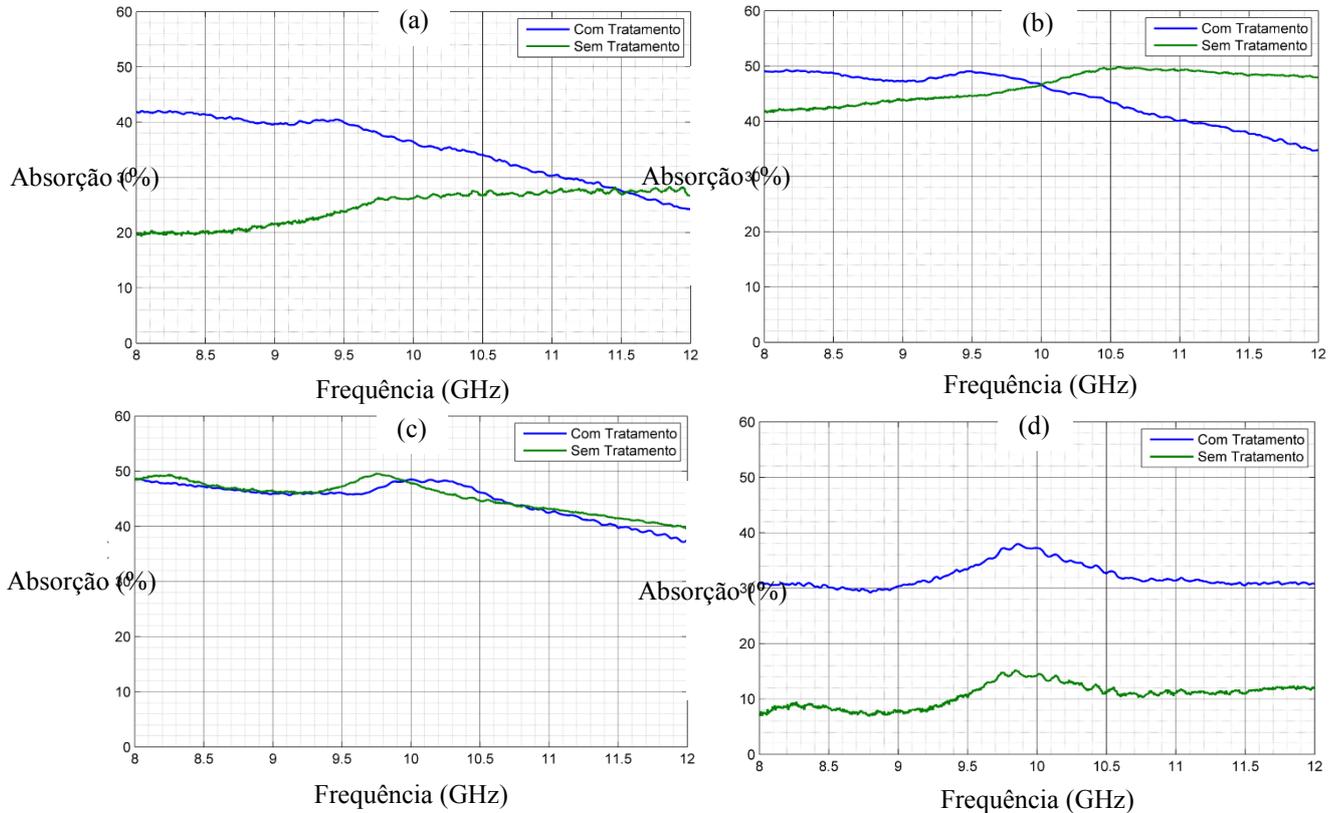
4.2.3 Caracterização Eletromagnética

A caracterização das amostras depositadas utilizando a técnica de feixe de elétrons foi realizada pelo analisador de redes vetorial, de modo a favorecer a obtenção dos componentes de energias transmitida, refletida e, por consequência, a atenuação promovida pelo material analisado.

4.2.3.1 Análise de Absorção

A análise de absorção eletromagnética é obtida a partir do balanço das energias incidente, refletida e atenuada em função da matriz de parâmetros S determinada no processo de medição. A Figura 33 apresenta a absorção em função da frequência para as quatro amostras de estudos, com e sem tratamento.

Figura 33 – Absorção intrínseca dos filmes finos de titânio de (a) 40 nm, (b) 30 nm, (c) 20 nm e (d) 10 nm.

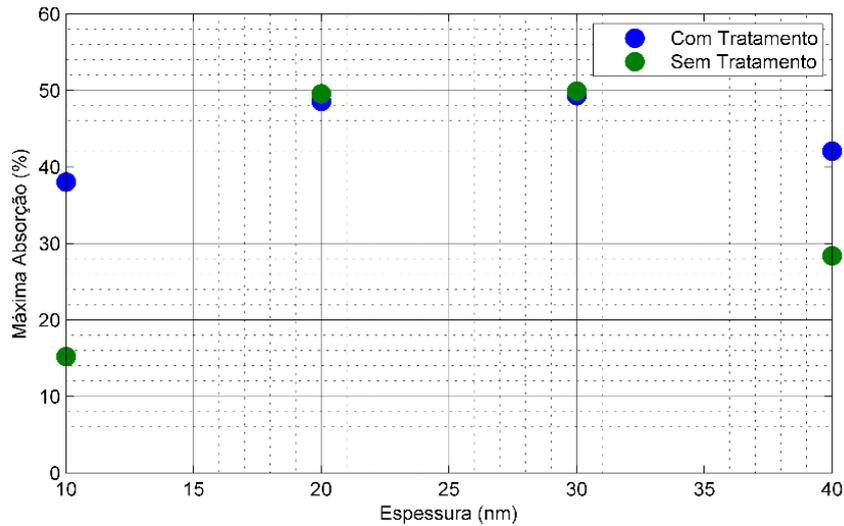


Fonte: Autor.

Verifica-se, por meio da Figura 33, que a característica de absorção dos filmes finos obtidos apresenta, para todas as espessuras de estudo, comportamento do tipo banda larga (tipo W) – uma vez que a absorção é praticamente constante em função da frequência. O tratamento, de maneira geral, foi efetivo para o aumento do nível de absorção para os filmes finos – evidenciado para as espessuras de 10 e 40 nm. Nos casos dos filmes de 20 e 30 nm, o tratamento manteve os valores de atenuação da ordem de 50% – valor denotado como máxima atenuação teórica de filmes finos monocamadas (BOSMAN; LAU; GILGENBACH, 2004).

Na Figura 34 é apresentada a variação da absorção máxima, em função da espessura, para as amostras com e sem tratamento.

Figura 34 – Máxima absorção apresentada pelos filmes finos de titânio em função da espessura.



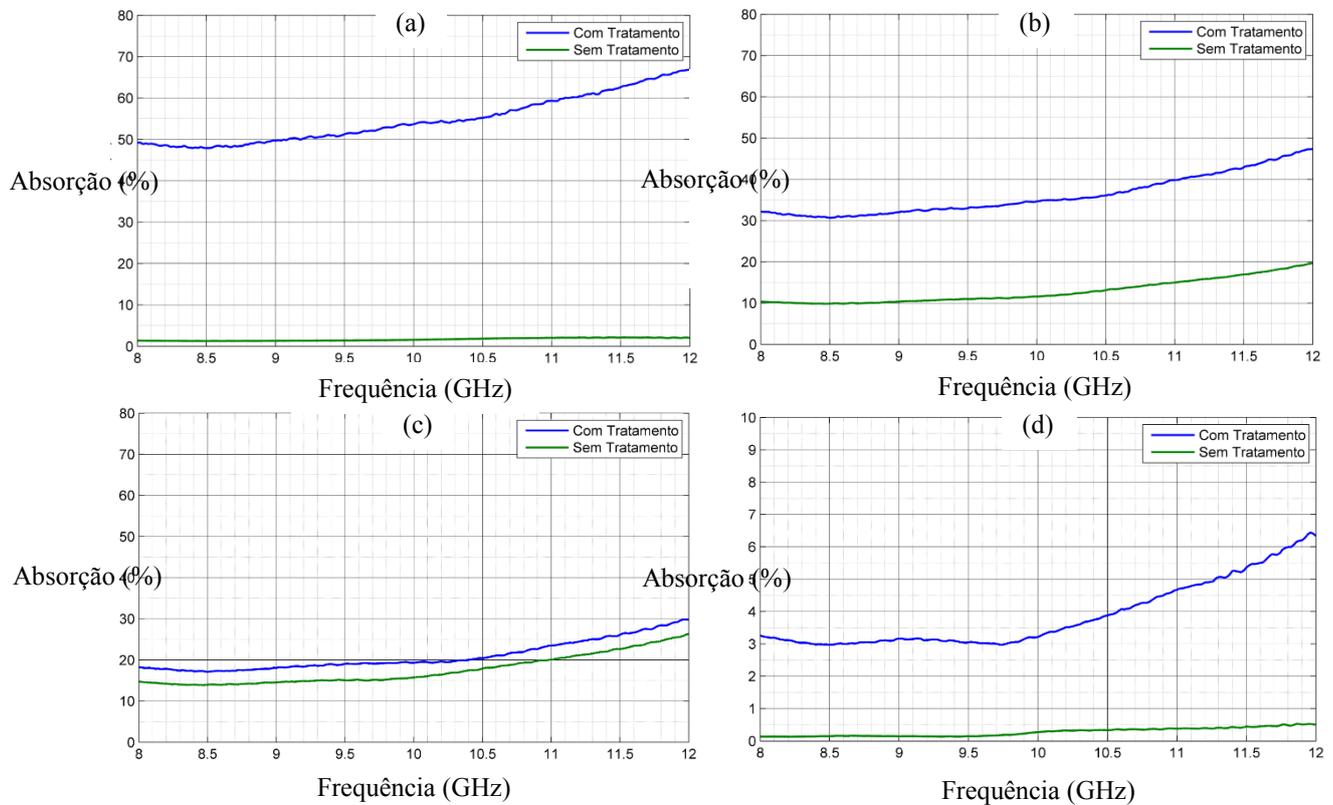
Fonte: Autor.

A Figura 34 evidencia que a presença do tratamento minimizou o gradiente de absorção em função da espessura, ou seja, as máximas absorções apresentadas pelas amostras foram favorecidas para aproximarem o valor teórico de 50% (BOSMAN; LAU; GILGENBACH, 2004). Nesse contexto, é possível verificar que a influência do tratamento foi mais pronunciada nas amostras que apresentaram menores valores de atenuação.

4.2.3.2 Análise de Reflexão

Para melhor compreensão dos mecanismos de atenuação por meio do balanço energético, é apresentado na Figura 35 indica o percentual de energia refletida na faixa de frequências de interesse para as quatro amostras de filme fino de Ti com e sem tratamento.

Figura 35 – Reflexão intrínseca dos filmes finos de titânio de (a) 40 nm, (b) 30 nm, (c) 20 nm e (d) 10 nm.



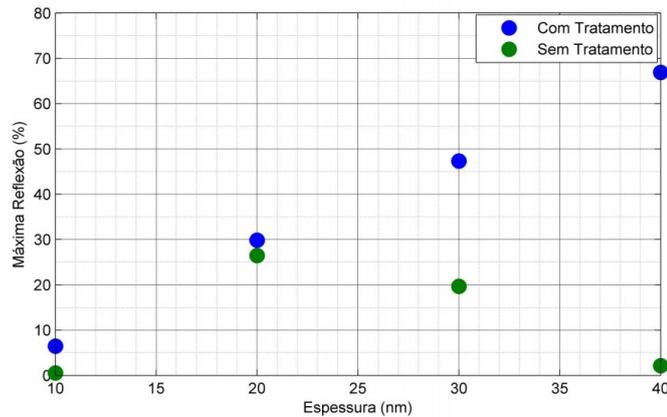
Fonte: Autor.

A reflexão apresentada pelos recobrimentos com tratamento para todas as espessuras de estudo, conforme apresentado na Figura 35 apresentou maiores valores para toda a faixa de frequência. Em outras palavras, a indução de discontinuidades aumentou o nível de reflexão da energia incidente pelos recobrimentos metálicos.

Conforme verificado, o percentual de energia refletida é diretamente proporcional às espessuras das amostras. Em outras palavras, os filmes mais espessos apresentam uma reflexão mais pronunciada, uma vez que estes são caracterizados pelo maior volume de material depositado e, por consequência, apresentam uma maior tendência do comportamento refletor do material em sua forma volumétrica. As amostras mais resistivas, por consequência, mostraram-se as menos refletoras, de modo a indicar uma relação de proporcionalidade inversa entre essas propriedades. O comportamento das amostras com tratamento, de maior resistividade, em relação às amostras não tratadas não é avaliado dessa forma e uma possível justificativa para este comportamento recai na elevação de irregularidades na superfície do filme após o tratamento, a qual pode promover um aumento na reflexão da radiação incidente.

A Figura 36 ilustra os valores de máxima reflexão em função das espessuras dos filmes finos para amostras com e sem tratamento.

Figura 36 – Máxima reflexão apresentada pelos filmes finos de titânio em função da espessura.



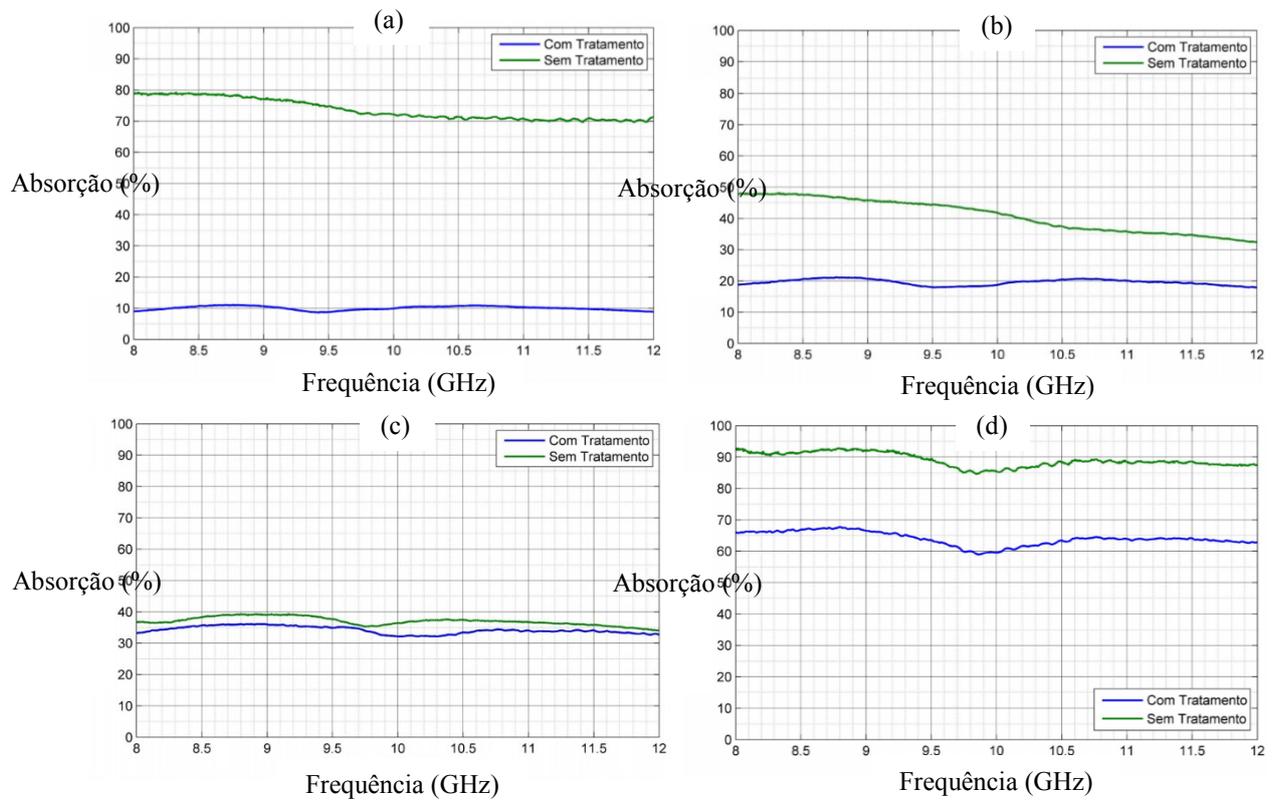
Fonte: Autor.

As amostras submetidas ao tratamento apresentaram um comportamento linear em função do aumento de espessura e energia refletida. Em outras palavras, a Figura 36 evidencia que amostras mais espessas submetidas ao tratamento apresentaram um aumento no percentual de reflexão em relação às amostras menos espessas. A variação do percentual de energia refletida para as amostras não submetidas ao tratamento, por outro lado, apresentou um comportamento parabólico de modo a indicar uma energia de reflexão máxima para amostras com espessuras entre 20 e 30 nm.

4.2.3.3 Análise de Transmissão

A avaliação da energia transmitida, por fim, estabelece o balanço e define a última variável do processo de análise de redes vetorial. Na Figura 37 é apresentado o percentual de energia transmitida, através do filme fino de Ti, para as amostras com e sem tratamento.

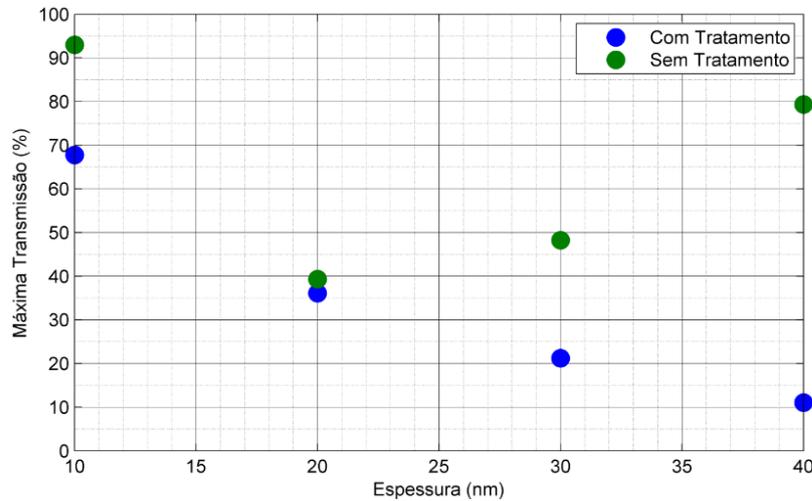
Figura 37 – Transmissão dos filmes finos de titânio de (a) 40 nm, (b) 30 nm, (c) 20 nm e (d) 10 nm.



Fonte: Autor.

Conforme esperado a partir dos resultados anteriores, os filmes não submetidos ao tratamento superficial apresentaram maiores valores de transmissão quando comparados aos filmes tratados. A Figura 38 apresenta o comportamento entre o valor de máxima transmissão em função da espessura para as amostras de estudo.

Figura 38 – Máxima transmissão apresentada pelos filmes finos de titânio em função da espessura.



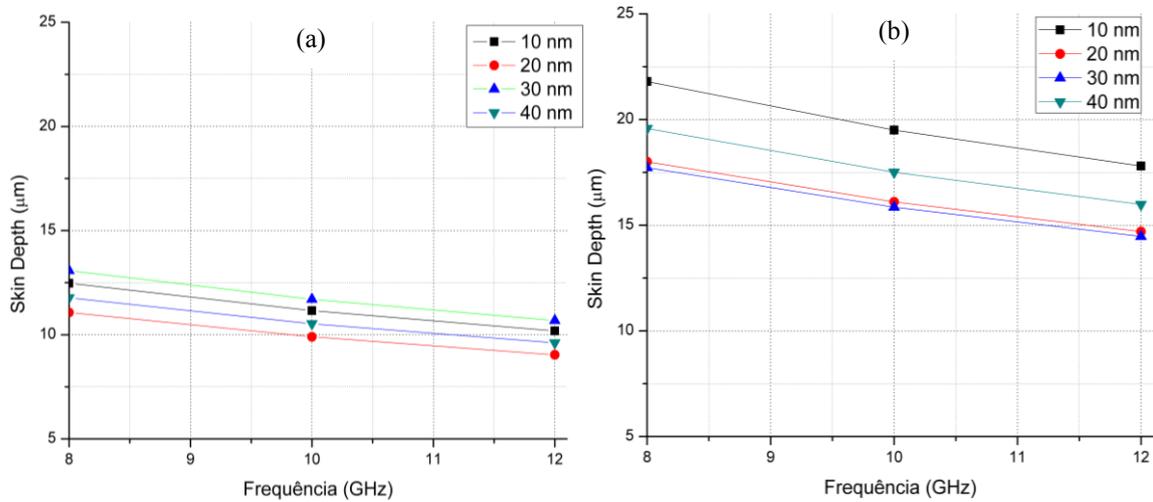
Fonte: Autor.

Conforme verificado, as amostras com tratamento apresentaram uma tendência decrescente nos valores de transmissão conforme a espessura dos filmes aumenta. As amostras não submetidas ao tratamento, por outro lado, apresentaram um comportamento não linear de modo a indicar uma mínima transmissão entre as espessuras de 20 e 30 nm. É interessante observar que os resultados são exatamente opostos aos apresentados para a reflexão da radiação pelos recobrimentos, o que indica coerência nos resultados. O balanço entre estas energias resulta na amplitude da absorção no qual cada dos componentes do balanço energético pode ser alterado em função das características físicas do recobrimento, principalmente espessura e uniformidade.

4.2.3.4 Espessura Característica (*Skin Depth*)

Com o intuito de correlacionar a espessura característica do filme (*skin depth*) com os processos de atenuação observados, utiliza-se o equacionamento apresentado na seção 2.2.3.1 de modo a avaliar tal propriedade em função do tratamento superficial e da frequência incidente. Na Figura 39 é apresentado o comportamento do *skin depth* para diferentes espessuras, para as amostras com e sem tratamento, em função da frequência.

Figura 39 – Variação do *skin depth* em função da frequência para as amostras (a) sem e (b) com tratamento.

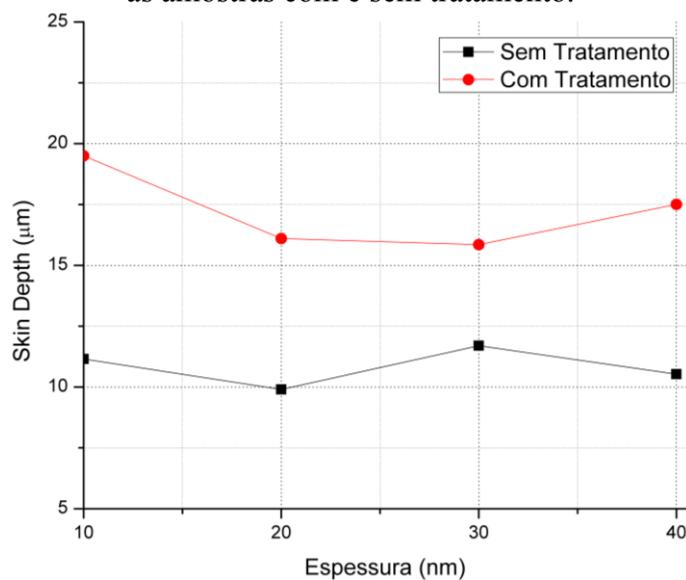


Fonte: Autor.

Conforme verificado na Figura 39, os filmes com tratamento apresentaram um aumento significativo nos valores de *skin depth*. Isto se deve ao fato de que o tratamento superficial desenvolvido, conforme verificado, promoveu o aumento da resistividade dos filmes finos – parâmetro que revela-se diretamente proporcional a espessura característica do mesmo.

A Figura 40 revela a relação da variação da espessura dos filmes finos em função da espessura característica estabelecida em uma frequência média (10 GHz).

Figura 40 – Variação do *skin depth* em função da espessura para a frequência de 10 GHz para as amostras com e sem tratamento.



Fonte: Autor.

De acordo com a Figura 40 é possível verificar que a camada característica dos filmes apresenta uma tendência praticamente constante em função da variação de espessura para os filmes finos não submetidos ao tratamento. As amostras tratadas, por sua vez, apresentam um pico no valor de espessura característica para o filme de 10 nm e comportamento análogo ao exposto pela resistividade em função da espessura.

A Tabela 10 apresenta uma análise comparativa entre o *skin depth* e a espessura dos recobrimentos, na frequência de 10 GHz, de modo a correlacionar o percentual da espessura característica (δ) que representa a espessura apresentada do filme fino de Ti (e).

Tabela 10 – Percentual da espessura em relação à espessura característica para 10 GHz.

Espessura	Percentual da espessura em relação ao <i>skin depth</i> [$10^{-2} e/\delta$]	
	Com Tratamento	Sem Tratamento
10 nm	5,13%	8,97%
20 nm	12,42%	20,20%
30 nm	18,93%	25,64%
40 nm	22,85%	38,00%

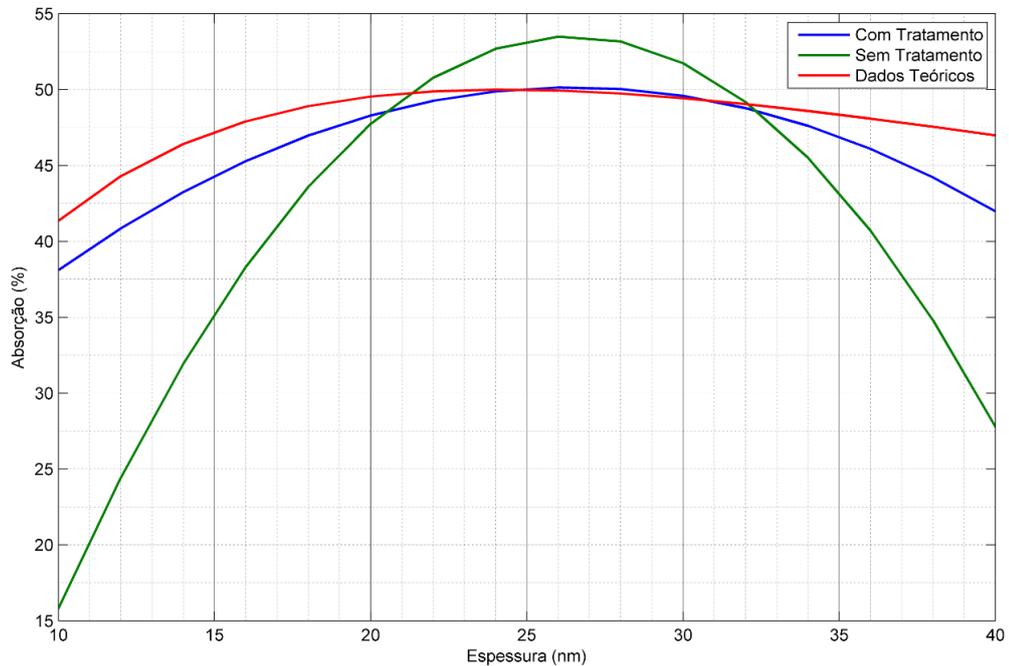
Fonte: Autor.

Tal correlação implica na determinação da espessura desejada no filme para determinado nível de atenuação de acordo com a espessura característica do mesmo. A partir dos dados apresentados na Tabela 10, avalia-se que os filmes finos de titânio analisados que apresentam espessura correspondente aos valores indicados em relação ao *skin depth* apresentam os níveis de atenuação verificados.

4.2.3.5 Aproximação Teórica

A partir dos valores de máxima atenuação apresentado pelos recobrimentos, verifica-se que os filmes finos de titânio, com ou sem tratamento, apresentam um comportamento não linear com relação a espessura. Tal comportamento também é verificado na análise de atenuação teórica proposta por Bosman, Lau e Gilgenbach (2004), a qual é descrita pela Equação 4 apresentada na seção 2.2.3.1. Na Figura 41 é apresentado um gráfico no qual é avaliada uma comparação entre as absorções teóricas e experimentais em função da espessura para as amostras com e sem tratamento superficial.

Figura 41 – Comparação teórica e experimental da absorção apresentada para os filmes de Ti com e sem tratamento em função da espessura.



Fonte: Autor.

As curvas propostas pelo método experimental (com e sem tratamento) tratam-se de ajustes polinomiais de segunda ordem de modo a extrapolar o comportamento das mesmas em função das espessuras dos recobrimentos – não necessariamente condizendo com os valores de atenuação reais para espessuras não avaliadas. Nesse contexto, observa-se a tendência de aproximação da curva teórica para ambas as amostras de modo a indicar que o tratamento superficial aproximou a curva de atenuação das amostras com tratamento à curva teórica. Tal resultado é evidenciado uma vez que as amostras submetidas ao tratamento apresentaram um menor gradiente em torno do valor teórico de absorção máxima quando comparadas às amostras não tratadas.

5 CONCLUSÃO

Materiais absorvedores de radiação eletromagnética clássicos apresentam alguns fatores que inviabilizam a sua aplicação nos setores civil e militar. Neste contexto, filmes finos sugerem uma alternativa potencial para solução de efeitos de compatibilidade e interferência eletromagnética – uma vez que estes materiais são caracterizados por apresentarem níveis satisfatórios de absorção para espessuras da ordem de nanômetros. Para melhor compreender os mecanismos que regem os processos de atenuação destes materiais, o presente trabalho investigou propriedades de filmes finos de titânio, obtidos a partir de técnicas PVD, de modo a confrontar características resistivas com propriedades de absorção eletromagnética.

A radiação eletromagnética incidente na superfície de recobrimentos metálicos é responsável pela indução de correntes superficiais, as quais são dissipadas pelo material por efeito Joule – em analogia a um circuito resistivo. Dessa forma, a avaliação da variação de propriedades elétricas dos filmes finos revela-se de grande interesse nos processos de atenuação e destaca-se incipiente na literatura.

Inicialmente, um estudo preliminar foi realizado em duas etapas distintas a partir de filmes finos de titânio obtidos via magnetron sputtering e TMS. Primeiramente avaliou-se a utilização e verificação de um método experimental proposto para indução de pontos de não condução em filmes finos de titânio de 48 nm. Tal tratamento, conforme foi evidenciado por análises de microscopia óptica e medida de resistividade de quatro pontas, apresentou efeito pronunciado na superfície do material de análise de modo a aumentar a resistividade dos recobrimentos. Nesta etapa verificou-se também que, para um filme de espessura constante, a indução de defeitos implicou em aumentos substanciais nos valores máximos de atenuação, de cerca de 186%, em relação ao filme não submetido ao tratamento. A segunda análise consistiu na avaliação de várias espessuras de modo a identificar a variação da atenuação apresentada por filmes finos em função da espessura. Nesta etapa conclui-se que os recobrimentos com espessuras de até 40 nm apresentaram uma maior atenuação da radiação eletromagnética, a qual é representada por valores da ordem de 25%. Dessa forma, valida-se o tratamento utilizado e verifica-se a espessura dos filmes finos de titânio que apresentam maior atenuação eletromagnética.

A partir dos resultados preliminares, um estudo detalhado foi conduzido a partir de filmes finos obtidos via técnica de feixe de elétrons com espessuras entre 10 e 40 nm. A indução

de discontinuidades, mais uma vez, promoveu o aumento substancial dos valores de resistividade de modo a aumentar, também, os valores de atenuação dos filmes quando comparados às amostras não submetidas ao tratamento superficial. A verificação de tal tratamento deu-se por meio de análises de microscopia óptica e microscopia óptica confocal de modo a evidenciar as alterações superficiais induzidas pelo tratamento. Por outro lado, os filmes submetidos ao tratamento apresentaram maiores níveis energia refletida quando comparados aos filmes não tratados, os quais denotaram-se mais transmissivos do que os filmes de maior resistividade. Do ponto de vista de aplicações, os filmes submetidos ao tratamento, assim, enquadram-se no âmbito de blindagem eletromagnética.

Ressalta-se que os valores de atenuação obtidos tangenciaram o valor máximo de absorção teórica de 50% proposto por Bosman, Lau e Gilgenbach (2004). A aplicação do tratamento, nesse contexto, aproximou a curva de atenuação, em função da espessura, da absorção teórica estimada. Tais projeções são aproximadas uma vez que algumas considerações com o intuito de simplificar o cenário de estudo foram adotadas.

De maneira geral, a atenuação dos filmes, de natureza banda larga, em função da espessura, apresenta um comportamento parabólico que indica que os maiores níveis de atenuação são verificados para espessuras entre 20 e 30 nm. Filmes de 10 nm apresentaram um nível de transmissão bastante elevado e filmes de 40 nm, por sua vez, denotaram um grande percentual de energia refletida quando comparados à média apresentada pelos recobrimentos.

A camada característica, ou *skin depth*, indica que o percentual associado à espessura apresentada do filme em relação a esta propriedade deve apresentar valores entre $12,42 \cdot 10^{-2}\%$ e $18,93 \cdot 10^{-2}\%$ para os recobrimentos com tratamento e entre $20,20 \cdot 10^{-2}\%$ e $25,64 \cdot 10^{-2}\%$ para os não tratados – considerando os valores de atenuação máxima. Estes intervalos são associados à espessura apresentada, em função do *skin depth*, para que os filmes finos de titânio, nas condições do presente estudo, apresentem os valores de absorção máxima verificados.

Estudos futuros sugerem a maior investigação acerca dos fenômenos de reflexão e transmissão apresentados pelos filmes finos submetidos ao tratamento de modo a compreender o balanço energética nos processos de absorção eletromagnética. A associação de filmes, denominada multicamadas, a partir da utilização do tratamento proposto também é de grande interesse uma vez que a ressonância proveniente dos padrões superficiais e da interação de dois filmes apresentam potencial para induzir picos de atenuação, do tipo banda estreita, para determinadas faixas de frequência.

6 PRODUÇÃO TÉCNICO-CIENTÍFICA GERADA DURANTE O TRABALHO

TRABALHOS PUBLICADOS EM ANAIS DE EVENTOS (COMPLETO)

1. **QUADROS, H. B.**, SOETHE, V.L., REJAS, P.E.B., REZENDE, M.C. Qualitative analysis of induction process of anisotropic structures in titanium thin films In: Congresso SAE Brasil, 2013, São Paulo. **Congresso SAE Brasil 2013**.
2. SOETHE, V.L., REZENDE, M.C., **QUADROS, H. B.**, REJAS, P.E.B. Microwave Absorber Based on Al and Ti Thin Film In: 26th International Conference on Surface Modification, 2012, Lyon. **26th International Conference on Surface Modification.**, 2012.

TRABALHOS PUBLICADOS EM ANAIS DE EVENTOS (RESUMO)

1. SOETHE, V.L., **QUADROS, H. B.**, REJAS, P.E.B., REZENDE, M.C., NOHARA, E.L., FONTANA, L. C. Evaluation of skin depth properties of thin films in microwave absorption process In: 8TH Brazilian/German Workshop on Applied Surface Science, 2013, Bamberg. **8TH BGW**, 2013.
2. **QUADROS, H. B.**, REJAS, P.E.B., SOETHE, V.L., REZENDE, M.C. Avaliação da influência da resistividade de filmes finos absorvedores de radiação eletromagnética In: Seminário de Iniciação Científica (SIC), 2012, Florianópolis. **22 SIC**, 2012.
3. REJAS, P.E.B., **QUADROS, H. B.**, SOETHE, V.L., REZENDE, M.C. Filmes finos absorvedores de radiação eletromagnética depositados sobre substratos com diferentes configurações In: Seminário de Iniciação Científica (SIC), 2012, Florianópolis. **22 SIC**, 2012.
4. SOETHE, V.L., REZENDE, M.C., REJAS, P.E.B., **QUADROS, H. B.** Filmes Finos Absorvedores de Radiação Eletromagnética obtidos pela técnica de Triodo Magnetron Sputtering In: VII Escola de Verão de Física do ITA, 2012, São José dos Campos. **VII Escola de Verão de Física do ITA**, 2012.

5. **QUADROS, H. B.**, REJAS, P.E.B., SOETHE, V.L., REZENDE, M.C., NOHARA, E.L., FONTANA, L. C. Influência da configuração do substrato nos processos de absorção da energia da onda eletromagnética por filmes finos metálicos In: Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais, 2012, Joinville. **20 Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais - Anais**, 2012.

TRABALHOS PUBLICADOS EM ANAIS DE EVENTOS (RESUMO EXPANDIDO)

1. **QUADROS, H. B.**, SOETHE, V.L., REZENDE, M.C., REJAS, P.E.B., NOHARA, E.L., DELATORRE, R. G., WETSPHAL, G. Evaluation of resistivity measurements of thin films applied to the induction and dissipation processo of Eddy currents In: XII Encontro do SBPMat, 2013, Campos do Jordão. **Brazilian MRS**, 2013.

2. **QUADROS, H. B.**, SOETHE, V.L., REJAS, P.E.B., NOHARA, E.L., REZENDE, M.C. Project and construction of a sample Holder for physical deposition processes of vapor phase of thin films In: XII Encontro SBPMat, 2013, Campos do Jordão. **Brazilian MRS Meeting**, 2013.

3. **QUADROS, H. B.**, REJAS, P.E.B., SOETHE, V.L., REZENDE, M.C., FONTANA, L. C., NOHARA, E.L. Utilization of Magnetron Sputtering Method to Obtain Electromagnetic Radiation Absorber Thin Films In: XI Brazilian MRS Meeting, 2012, Florianopolis. **Anais XI Encontro SPBMat**, 2012.

APRESENTAÇÃO DE TRABALHO E PALESTRA

1. **QUADROS, H. B. Obtenção, análise e modelagem de descontinuidades em filmes finos de titânio**, 2013. (Outra, Apresentação de Trabalho)

2. **QUADROS, H. B.**, REJAS, P.E.B., REZENDE, M.C., SOETHE, V.L. **Avaliação da influência da resistividade de filmes finos absorvedores de radiação eletromagnética**, 2012. (Seminário, Apresentação de Trabalho)

3. **QUADROS, H. B.**, REJAS, P.E.B., SOETHE, V.L., REZENDE, M.C., NOHARA, E.L., FONTANA, L. C. **Influência da configuração do substrato nos processos de absorção da energia da onda eletromagnética por filmes finos metálicos**, 2012. (Congresso, Apresentação de Trabalho)

4. **QUADROS, H. B.**, REJAS, P.E.B., SOETHE, V.L. **Materiais Absorvedores Aplicados ao Setor Aeronáutica**, 2012. (Conferência ou palestra, Apresentação de Trabalho)

5. **QUADROS, H. B., SOETHE, V.L., REZENDE, M.C. Materiais Absorvedores de Radiação Eletromagnética Baseados em Filmes Finos de Titânio**, 2012. (Outra, Apresentação de Trabalho)

6. **QUADROS, H. B., REJAS, P.E.B., SOETHE, V.L., REZENDE, M.C., FONTANA, L. C., NOHARA, E.L. Utilization of Magnetron Sputtering Method to Obtain Electromagnetic Radiation Absorber Thin Films**, 2012. (Congresso, Apresentação de Trabalho)

DEMAIS PRODUÇÕES TÉCNICAS

1. **QUADROS, H. B., REJAS, P.E.B., SOETHE, V.L. Materiais Absorvedores Aplicados ao Setor Aeronáutico**, 2012. (Extensão, Curso de curta duração ministrado)

2. **QUADROS, H. B., SOETHE, V.L., REZENDE, M.C. Materiais Absorvedores de radiação eletromagnética baseados em filmes finos de Titânio**, 2012. (Relatório de pesquisa)

REFERÊNCIAS

- BISCARO, Rogério S.; REZENDE, Mirabel C.; FAEZ, Roselena. Influence of doped polyaniline on the interaction of Pu/Pani blends and on its microwave absorption properties. *Polymers For Advanced Technologies*, Norwich, v. 19, n. 2, p.151-158, set. 2007.
- BOGAERTS, Annemie et al. Gas discharg plasmas and their applications. *Spectrochimica Acta Part B: Atomic Spectroscopy*, Cidade, v. 54, n. 4, p.609-658, abr. 2002.
- BOSMAN, Herman L.; LAU, Yue Ying; Gilgenbach, Ronald M. Power Absorption by Thin Films on Microwave Windows. **IEE Transactions o Plasma Science**. V. 32, n. 3, p.1292-1297, jun. 2004.
- BRASÍLIA. Centro de Gestão e Estudos Estratégicos. Ministério da Ciência e Tecnologia (Org.). **Materiais Avançados**: 2010. Brasília: Ciência, Tecnologia e Inovação, 2010. 360 p.
- CHAPMAN, Brian. *Glow Discharge Processes: Sputtering and Plasma Etching*. New York City: John Wiley & Sons, 1980. 432 p.
- CHENG, David Keun. *Field and Wave Electromagnetics*. 2 ed. Boston: Adison-Wesley,1992. 703 p.
- CRAVEY, Robin L. et al. Electromagnetic Losses in Metallized Thin Films. In: AIAA 1995 SPACE PROGRAMS AND TECHNOLOGIES CONFERENCE, 3741., 1995, Huntsville. **Proceedings**. Washington D.C.: American Institute of Aeronautics and Astronautics, 1995. p. 56 - 67.
- DIAS, Josiane de Castro et al. Absorvedores De Radiação Eletromagnética Aplicados No Setor Aeronáutico. **Revista de Ciência & Tecnologia**, v. 15, p.33-42, jun. 2000.
- FOLGUERAS, Luiza de Castro; ALVES, Mauro Angelo; REZENDE, Mirabel Cerqueira. Dielectric Properties of Microwave bsorbing Sheets Produced with Silicone and Polyaniline. *Materials Research*, São Carlos, v. 13, n. 2, p.197-201, jun. 2010.
- FONTANA, Luis Cesar. **Estudo da deposição de Filmes de Ti e TiN e desenvolvimento do sistema modificado Triodo Magnetron Sputtering**. 1997. 121 f. Tese (Doutorado) - Curso Engenharia Mecânica, Centro Tecnológico, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 1997.
- FONTANA, Luis Cesar; MUZART, Julio Lemos Rodrigues; WEINGAERTNER, Wilson Lazaro. Deposição Reativa de Filmes de TiN por Magnetron-Sputtering. In: CONGRESSO IBERO-AMERICANO DE ENGENHARIA MECÂNICA, 2., 1995, Belo Horizonte. **Anais**. Belo Horizonte: CIBIM, 1995.

FONTANA, Luis Cesar; MUZART, J L R. Characteristics of triode magnetron sputtering: The morphology of deposited titanium films. **Surface And Coating Technology**, Elsevier, v. 107, n. 1, p.24-30, jun. 1998.

GAMA, Adriana M.; REZENDE, Mirabel C.; DANTAS, Christine C.. Dependence of microwave absorption properties on ferrite volume fraction in MnZn ferrite/rubber radar absorbing materials. *Journal Of Magnetism And Magnetic Materials*, v. 323, n. 22, p.2711-2922, nov. 2011.

GEORGE, Joy. Preparation of thin films. New York: M. Dekker, 1992. 374 p.

HALLIDAY, David; RESNICK, Robert; WALKER, Jearl. Fundamentals of Physics. 9. ed. Hoboken: John Wiley & Sons, 2011. 1127 p.

HONG, Seungbum et al. Effects of gas ring position and mesh introduction on film quality and thickness uniformity. **Materials Science And Engineering**, v. 45, n. 1, p.98-101, mar. 1997.

KIM, Jin-Bong; LEE, Sang-Kwan; KIM, Chun-Gon. Comparison study on the effect of carbon nano materials for single-layer microwave absorbers in X-band. **Composites Science And Technology**, v. 68, p.2909-2916, nov. 2007.

LEE, Stuart M. (Ed.). **INTERNATIONAL ENCYCLOPAEDIA OF COMPOSITES**. 6. ed. New York: VHC Publishers, 1991. 600 p.

LIM, Joo Weon; ISSHIKI, Masashi. Electrical resistivity of Cu films deposited by ion beam deposition: Effects of grain size, impurities, and morphological defect. **Journal of Applied Physics**. v. 99, n. 9, p. 094909 1-7, mai. 2006.

LIN, Haiyan et al. Microwave-absorbing properties of Co-filled carbon nanotubes. **Materials Research Bulletin**, v. 43, p.2697-2702, out. 2007.

NANOMAGNETICS LIMITED (United Kingdom). Eric Mayes. **Microwave Absorbing Structure**. US nº 27 nov. 2000, 17 jan. 2006. 2006.

NORNIKMAN, H. et al. Parametric Studies of Pyramidal Microwave Absorber Using Rice Husk. *Progress In Electromagnetics Research: PIER*, v. 104, n. 5, p.145-166, jan. 2010.

NUSSENVEIG, Herch Moysés. **Curso de Física Básica 3: Eletromagnetismo**. São Paulo: Edgar Blucher, 1997. 323 p.

OHRING, Milton. The Materials Science of Thin Films. San Diego: Academic Press, 1992. 742 p.

REJAS, Patrício Enrique Bejas. Filmes finos metálicos absorvedores de radiação eletromagnética aplicados a tecnologia furtiva. 2014. 53 f. TCC (Graduação) - Curso de Engenharia Aeroespacial, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2014.

SAGÁS et al. DEPOSIÇÃO DE FILMES DE CNX POR TRIODO MAGNETRON SPUTTERING. **Revista Brasileira de Aplicações de Vácuo**, v.26, n.4, p.211-216, 16 dez. 2007.

SAVILLE, Paul; HUBER, Trisha; MAKEIFF, Darren. Fabrication of Organic Radar Absorbing Materials. Canada: DRDC Atlantic TR, 2005. 314 p.

SMITH, Donald Leonard. Thin-Film Deposition: Principles and Practice. 2. ed. New York City: McGraw-Hill, 1995. 616 p.

SOETHE, Viviane Lilian. **Deposição de Filmes Metálicos Sobre Poli(Tereftalato de Etileno) Via Trido-Magnetron-Sputtering: Influência da Corrente e da Voltagem nas Propriedades do Filmes.** 2004. 676767 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Ciência e Engenharia de Materiais, Universidade do Estado de Santa Catarina, Joinville, 2004.

SOETHE, Viviane et al. INFLUÊNCIA DA ESPESSURA DE FILMES FINOS DE ALUMÍNIO NA ATENUAÇÃO DA ONDA ELETROMAGNÉTICA NA FAIXA DE MICROONDAS (8 – 12GHZ). **Revista Brasileira de Aplicações de Vácuo**, v. 27, n. 2, p.63-67, 24 jun. 2008.

SOETHE, Viviane Lilian. **Filmes Finos Absorvedores de Microondas Obtidos pelo Processo de Deposição Física em Fase Vapor.** 2009. 305 f. Tese (Doutorado) - Curso de Física de Plasma, Departamento de Física, Instituto Tecnológico de Aeronáutica, São José dos Campos, 2009.

SPALVINS, Talivaldis. Plasma Assisted Surface Coating/Modification Processes: An Emerging Technology. In: INTERNATIONAL ION NITRIDING CONFERENCE, 1, 1987, Cleveland. **Proceedings.** Cleveland: ASM, 1987.

STONIER, R. A.. Stealth Aircraft and Technology from World War II to the Gulf: Part I: History and background. **Society of Aerospace Materials And Process Engineering: SAMPE Journal**, v. 27, n. 4, p.9-17, set. 1991.

TOKYO ELECTRON LIMITED (Japan). Nobuo Ishii; Yasuyoshi Yasaka. **Plasma Processing System.** US nº 6.823.816, 18 ago. 2003, 30 nov. 2004. 2004.

ZIKIDIS, Konstantinos; SKONDRAS, Alexios; TOKAS, Charisios. Low Observable Principles: Stealth Aircraft and Anti-Stealth Technologies. **Journal Of Computations & Modelling**, London, v. 4, n. 1, p.129-165, 2014.

