

CARACTERIZAÇÃO DE FILMES FINOS ATRAVÉS DAS TÉCNICAS DE RBS E XDR

Ernan Henrique Gabana¹, Eliane de Fátima Chinaglia, Luís Humberto Avanci
Departamento de Física, Centro Universitário FEI
ernanhenrique@hotmail.com; echinaglia@fei.edu.br; lhavanci@fei.edu.br

Resumo: Pretende-se neste projeto caracterizar filmes finos de Ti, Hf, HfO₂, e TiO₂, fabricados por *Sputtering Magnetron DC*. Sua análise compreende a utilização das técnicas de *Rutherford Backscattering Spectrometry* (RBS), *Nuclear Resonant Analysis* (NRA) e Difração de Raios-X (XRD), verificando de que forma parâmetros de deposição, como pressão parcial de argônio e temperatura, influenciam as principais características do filme. Assim determina-se estequiometria, espessura, existência de contaminantes e cristalinidade dos filmes.

1. Introdução

Com o avanço da tecnologia e da ciência dos materiais, mostra-se como um grande campo de pesquisa, o uso de filmes finos metálicos e seus óxidos, destacando-se sobremaneira o óxido de háfnio (HfO₂) e o óxido de titânio (TiO₂).

O HfO₂ tem sido, nas últimas décadas, o principal material dielétrico estudado para utilização em dispositivos nanoeletrônicos, devido as suas propriedades ópticas, térmicas, elétricas, etc.

O TiO₂ apresenta-se como um material extremamente versátil, amplamente utilizado em dispositivos eletrônicos e células solares de terceira geração. Recentemente vem sendo incluído à confecção de memórias resistivas (*Memristors*), em virtude de sua alta densidade de armazenamento, alta velocidade de transferência de dados e resistência à degradação por radiação ionizante.

2. Metodologia

Dentro de nossa filosofia de trabalho, optou-se, neste primeiro período, pelo estudo e aprofundamento teórico, acerca das propriedades dos materiais metálicos e seus óxidos e dos métodos de análise experimental RBS, NRA e XRD [1-3].

Os filmes foram previamente fabricados por meio de uma técnica PVD, chamada *Sputtering Magnetron DC*, promovendo a deposição do metal constituinte, provindo de um alvo, sobre substratos de silício monocristalino (Si) e amorfo (SiO₂). À câmara de deposição, além do gás de trabalho argônio, é inserido oxigênio quando tratar-se da formação de um óxido, fazendo uso do *Sputtering* reativo. A fabricação dos filmes foi realizada variando-se os parâmetros de deposição temperatura e pressão parcial de argônio, posteriormente submetendo alguns deles ao tratamento térmico adequado.

Com o emprego da técnica RBS, é possível determinar estequiometria, espessura, presença de contaminantes do filme e analisar o fenômeno de difusão. A metodologia de análise consiste em expor a amostra à um feixe colimado monoenergético,

avaliando as interações/colisões entre partículas do feixe e os átomos do filme. As partículas do feixe (⁴He⁺) partem com energia (E₀) da ordem de 2,0 MeV, e são retroespalhadas com uma energia (E₁) inferior a inicial. Após a colisão, desde que redirecionadas a um ângulo pré-determinado, atingem um detector, para que possa ser gerado um espectro que dispõe o número de partículas associadas a cada canal ou nível energético [2].

Em complemento a técnica de RBS, utiliza-se a *Nuclear Resonant analysis* (NRA) para quantificar, com maior precisão, a concentração de elementos leves no filme. Neste caso, utilizamos um feixe de maior energia em relação ao RBS (3,05 MeV). Nestas condições ocorrem reações nucleares ressonantes, ocasionando o aumento da seção de choque de espalhamento.

Para a compreensão do fenômeno de retroespalhamento, é necessário conhecer-se três principais conceitos envolvidos. São eles:

Fator Cinemático: trata-se da razão entre a energia da partícula do feixe após as colisões (retroespalhada) E₁ e a energia desta partícula antes das colisões com o alvo (amostra) E₀. Esta relação depende das massas atômicas da partícula do feixe e dos átomos do alvo e possibilita a identificação de elementos químicos presentes na amostra.

Seção de choque e espalhamento: consiste na probabilidade de uma partícula presente no feixe, atingir a amostra e ser retroespalhada a um ângulo pré-determinado, onde encontra-se o detector. Essa grandeza pode fornecer o número de átomos por unidade de área ou a densidade atômica do material, propiciando a obtenção da estequiometria do filme.

Stopping Power: é a parcela de energia perdida pela partícula do feixe, ao penetrar no material da amostra, como consequência das colisões com os átomos do interior do filme fino, possibilitando inferências sobre a espessura dos filmes.

Com auxílio do software SINMRA [4], cria-se um espectro teórico, baseado em composição, resultados esperados e razoabilidade pessoal. Este é comparado ao espectro experimental, extraindo-se as informações desejadas sobre a amostra.

A difração de raios-X por planos de átomos, é resultado do espalhamento dos raios-X pelos elétrons dos átomos do cristal, funcionando como uma rede de difração [3]. Os raios espalhados têm fases bem definidas, gerando interferências construtivas e destrutivas no espaço. Com essa técnica é possível identificar a estrutura cristalina do material e suas orientações cristalográficas preferenciais.

3. Resultados

Como resultados iniciais, na Figura 1, é apresentada a comparação entre dois espectros gerados a partir de uma mesma amostra de Ti/TiO₂/Ti/SiO₂/Si. Em vermelho (RBS), verifica-se a dificuldade de se diferenciar e quantificar as porções de oxigênio presentes no filme e no substrato (canais 60 a 110). Já na curva em azul (NRA), identifica-se mais facilmente o perfil de oxigênio ao longo da espessura da amostra (canais 120 a 160). Com uma intensidade maior, melhora-se a precisão na determinação dos elementos constituintes do filme, podendo-se assim, estimar a espessura e estequiometria do mesmo.

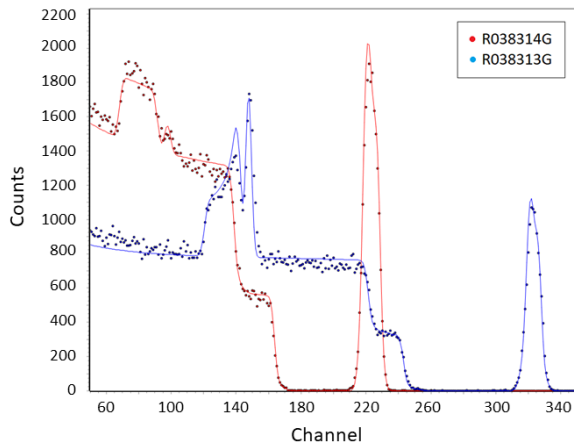


Figura 1 – Comparação entre espectros RBS e NRA para a amostra de TiO₂.

A análise inicial de espessura foi feita em amostras de Ti de mesma composição, a diferentes tempos de deposição, mantendo-se a pressão parcial de argônio constante. Na Figura 2, estão apresentados os valores de espessura dos filmes, medidos pelo *Software* SINMRA, em função do tempo de deposição para amostras fabricadas a 1 mTorr, 5 mTorr e 10mTorr.

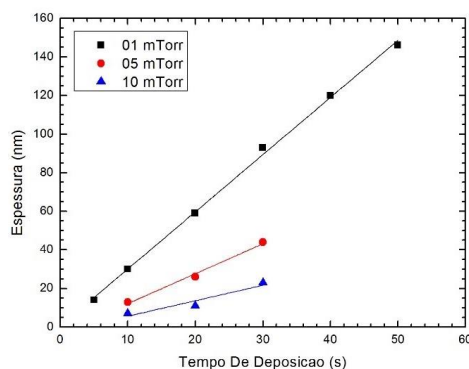


Figura 2 – Gráfico da espessura dos filmes de Ti em função do tempo de deposição.

A partir da Figura 2, pode-se verificar que a diminuição da pressão parcial facilita a deposição do metal sobre o substrato, decorrente do aumento do livre caminho médio. Foi possível ainda, comprovar a influência da pressão de Argônio de forma quantitativa,

por meio do cálculo das taxas de deposição dos filmes, apresentada na tabela 1.

Tabela 1 – Valores de taxa de deposição para os filmes de Ti fabricados a 1 mTorr, 5 mTorr, 10 mTorr.

| Pressão Parcial Ar (mTorr) | Taxa de Deposição (nm/min) |
|----------------------------|----------------------------|
| 1 | 2,96 |
| 5 | 1,01 |
| 10 | 0,54 |

4. Conclusões

Nesta primeira etapa do projeto, foi fundamental o estudo teórico, envolvendo os conceitos das técnicas de caracterização, e o estudo do programa de simulação.

Quanto à técnica RBS, percebe-se a importância da técnica complementar NRA, para a quantificação de elementos leves na amostra (O₂). Assim pôde-se calcular a composição e a espessura, com maior precisão, e as taxas de deposição das três séries de amostras.

A partir dos dados da Tabela 1, observa-se que a taxa de deposição do filme é decrescente com o aumento da pressão parcial de Ar. É verificado que, para o mesmo tempo de deposição, a curva representando a amostra fabricada a 1 mTorr, apresenta uma maior espessura em relação aos demais ensaios.

5. Referências

- [1] Milton Ohring. *Materials Science of Thin Films. Deposition & Structure*, segunda Edição.
- [2] Wei-Kan Chu. *Backscattering Spectrometry*. San Francisco Academic Press. 1978.
- [3] Bernard Dennis Cullity. *Elements of X-ray Diffraction*. Addison Wesley Publishing Company. Inc, 1956.
- [4] Software SIMNRA, desenvolvido por Max-Planck-Institut Fur Plasmaphysik. Disponível em <http://home.mpcdf.mpg.de/~mam/index.html>.

Agradecimentos

Ao Centro Universitário FEI, pela oportunidade de trabalhar com a pesquisa científica, entrar em contato com excelentes professores e alunos, e pela subvenção financeira (PIBIC017/18).

Ao Instituto de Física da USP, pela disponibilidade de uso do *Sputtering* e do LAMFI.

À minha orientadora, Prof.^a Dr.^a Eliane Chinaglia, pela paciência, atenção e confiança em todos os momentos.

Ao Prof.^o Dr.^o Luís Avanci, pela colaboração e acompanhamento dos experimentos relacionados ao XRD.

¹Aluno de Iniciação Científica do Centro Universitário FEI. Projeto com vigência de 03/2018 a 03/2019.