

UNICAMP

INFLUÊNCIA DO OXIGÊNIO NAS PROPRIEDADES FÍSICAS DE TiN OBTIDAS POR ION BEAM DEPOSITION (IBD)

S.A.S. Cucatti*, M. Morales, V.G. Antunes, F. Alvarez

*Silvia Azevedo dos Santos Cucatti – scucatti@ifi.unicamp.br

INSTITUTO DE FÍSICA “GLEB WATAGHIN”, UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
Laboratório de Pesquisas Fotovoltáicas - Departamento de Física Aplicada (DFA)

Agência Financiadora: Fundação de Amparo à Pesquisa no Estado de São Paulo (FAPESP)

Palavras-chave: Filmes finos - Nanoestruturas de Carbono - Nitreto de Titânio



Instituto de Física Gleb Wataghin

RESUMO

Numerosas pesquisas com nanotubos de carbono (CNT's) tem revelado interessantes propriedades relacionadas com seu caráter unidimensional assim como outras características físicas como alta resistência mecânica, emissão de elétrons por efeito de campo, etc. Resultados experimentais recentes tem mostrado que a presença de oxigênio (O) no substrato influencia o crescimento dos CNT's. O objetivo desse trabalho é obter filmes finos de Nitreto de Titânio (TiN) sobre silício, utilizados como substratos na síntese de CNT's, controlando-se a concentração de O, processo relativamente complicado devido a alta afinidade do Ti com este elemento. As amostras foram preparadas via *sputtering* de Ti puro (99,99%) por feixe iônico (IBS) em atmosfera de nitrogênio (N₂) e hidrogênio (H₂) puros (99,99 %), e caracterizadas *in situ* por Espectroscopia de Raios-X (XPS), *ex situ* por Difração de Raios-X (DRX), Perfilometria e Nanoindentação. As medidas de XPS possibilitaram a verificação da relação entre a quantidade de H₂ na câmara e a incorporação de O no filme, além da determinação da sua composição química. A espessura dos filmes foi determinada através da perfilometria. Utilizando medidas de DRX determinou-se as fases principais presentes nas amostras. Através da nanoindentação, mediu-se a dureza dos filmes finos em escala nanométrica, e com isso a relação entre a concentração relativa de O e a dureza foi estudada. As experiências mostraram que a incorporação de O é dificultada com a introdução de H₂ na câmara.

METODOLOGIA

Para realizar a deposição de TiN utilizamos pulverização catódica (*sputtering*) de um alvo de Ti em uma câmara de alto vácuo na presença de N₂ e H₂. Os gases são injetados na câmara através dos canhões, e sua entrada é dosada por controladores de fluxo de massa. O porta-amostra é dotado de um sistema de aquecimento com controle de temperatura (termopar e medidor infra-vermelho) e de posicionamento.

Realizou-se deposição de TiN em Si cristalino utilizando os seguintes parâmetros fixos: Alvo de Ti de alta pureza (99,99%); Energia do feixe de Ar: 1450eV; Densidade de corrente: 14mA/cm²; Fluxo Ar: 7,5 sccm; Fluxo N₂: 9,5 sccm; Pressão (N₂+Ar) = 7,4. 10⁻⁴ mbar; Tempo de deposição: 4h

Tabela 1: Parâmetros variáveis de deposição.

Amostra	Pressão (Ar+N+H)x 10 ⁻⁴ (mbar)	Fluxo H ₂ (sccm)
TiN01	7,4	0
TiN08	8,2	1
TiN07	8,0	2
TiN06	9,5	3
TiN09	10,6	4

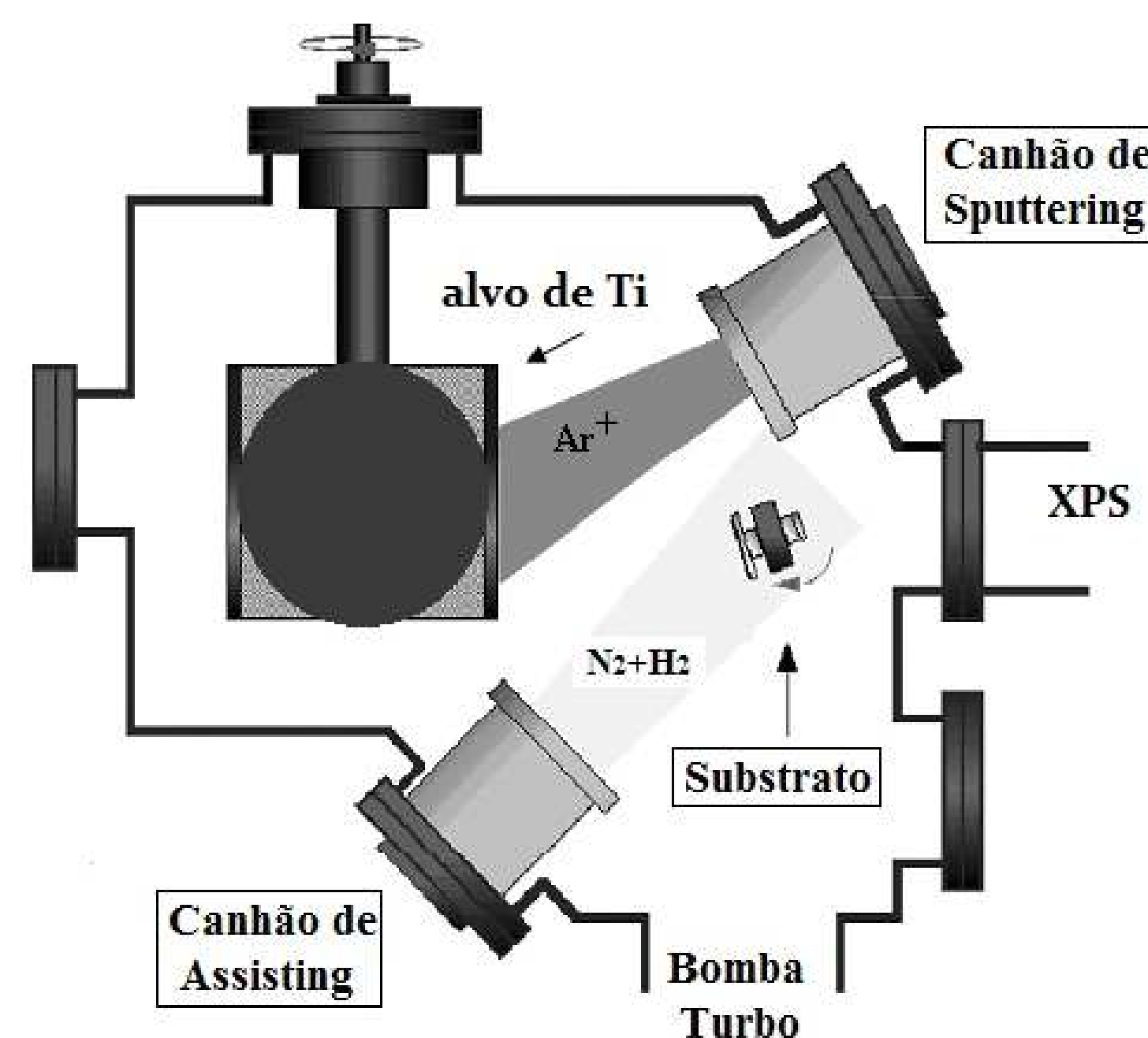


Figura 1: Câmara de deposição.

Difração de Raios-X (DRX)

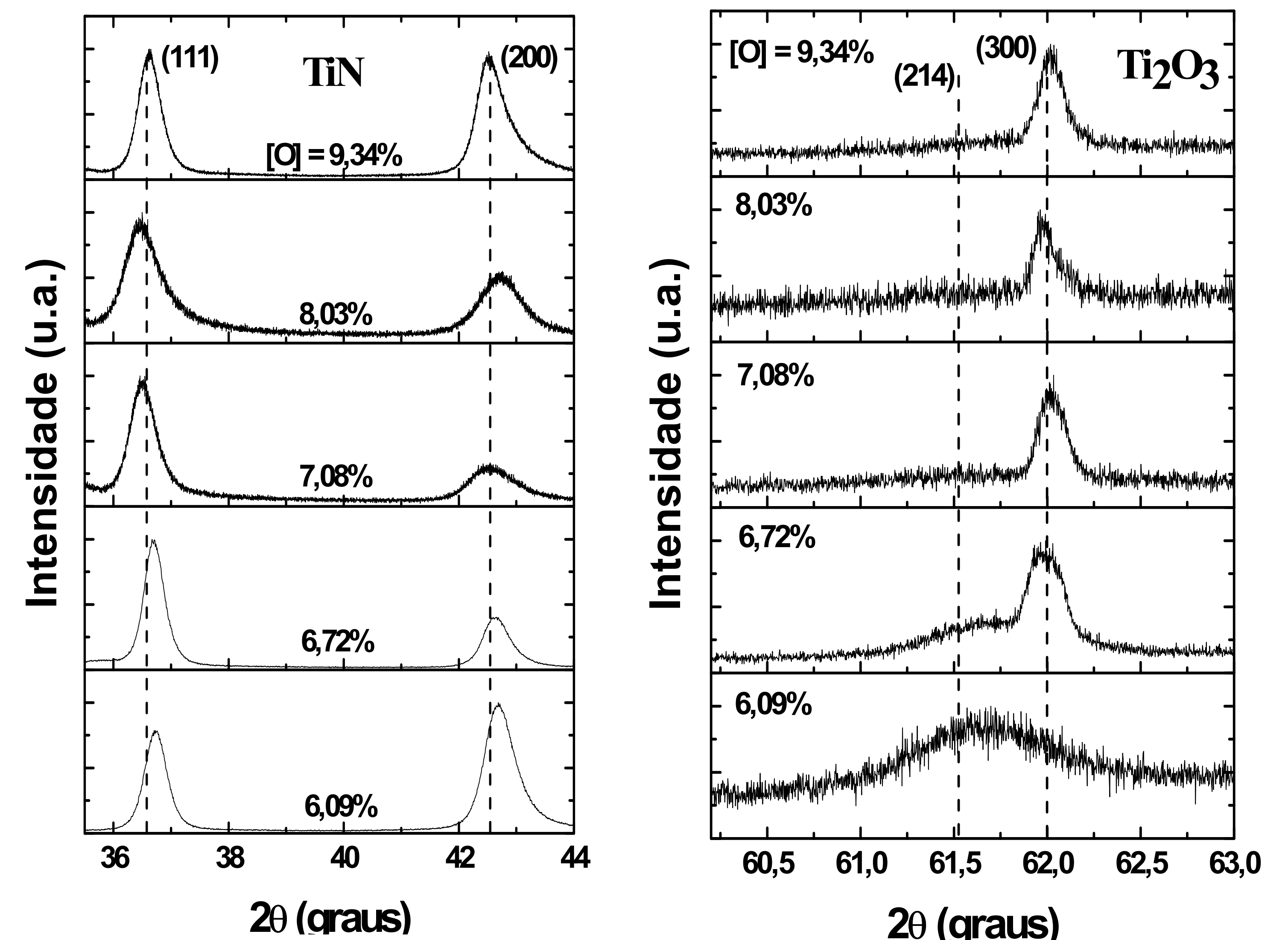


Figura 4: Espectros de DRX (θ - 2θ), picos TiN(111), TiN(200), Ti₂O₃(214) e Ti₂O₃(300).

RESULTADOS

Espectroscopia de Fotoelétrons Emitidos (XPS) e Nanodureza

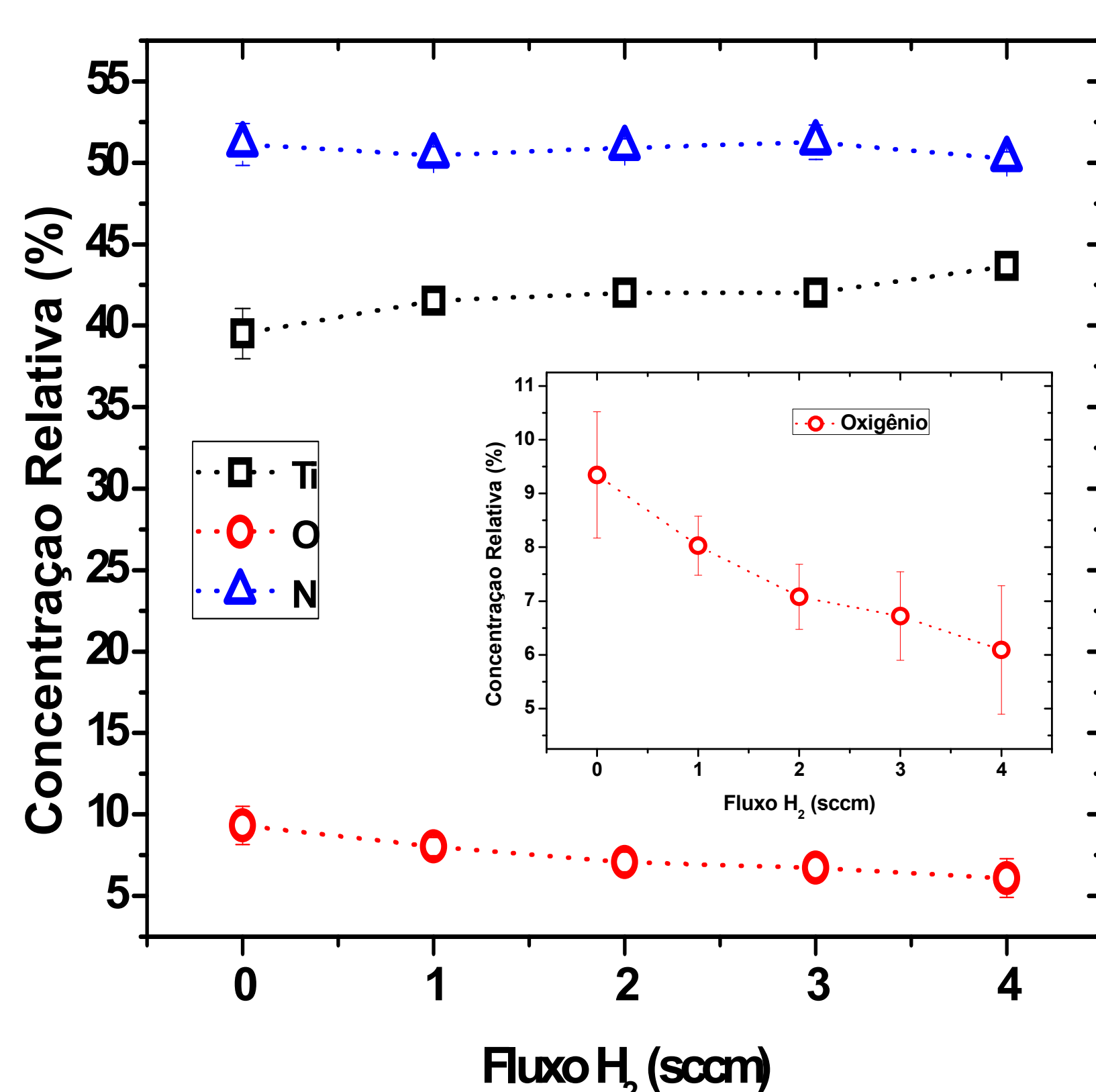


Figura 2: Concentrações relativas - XPS

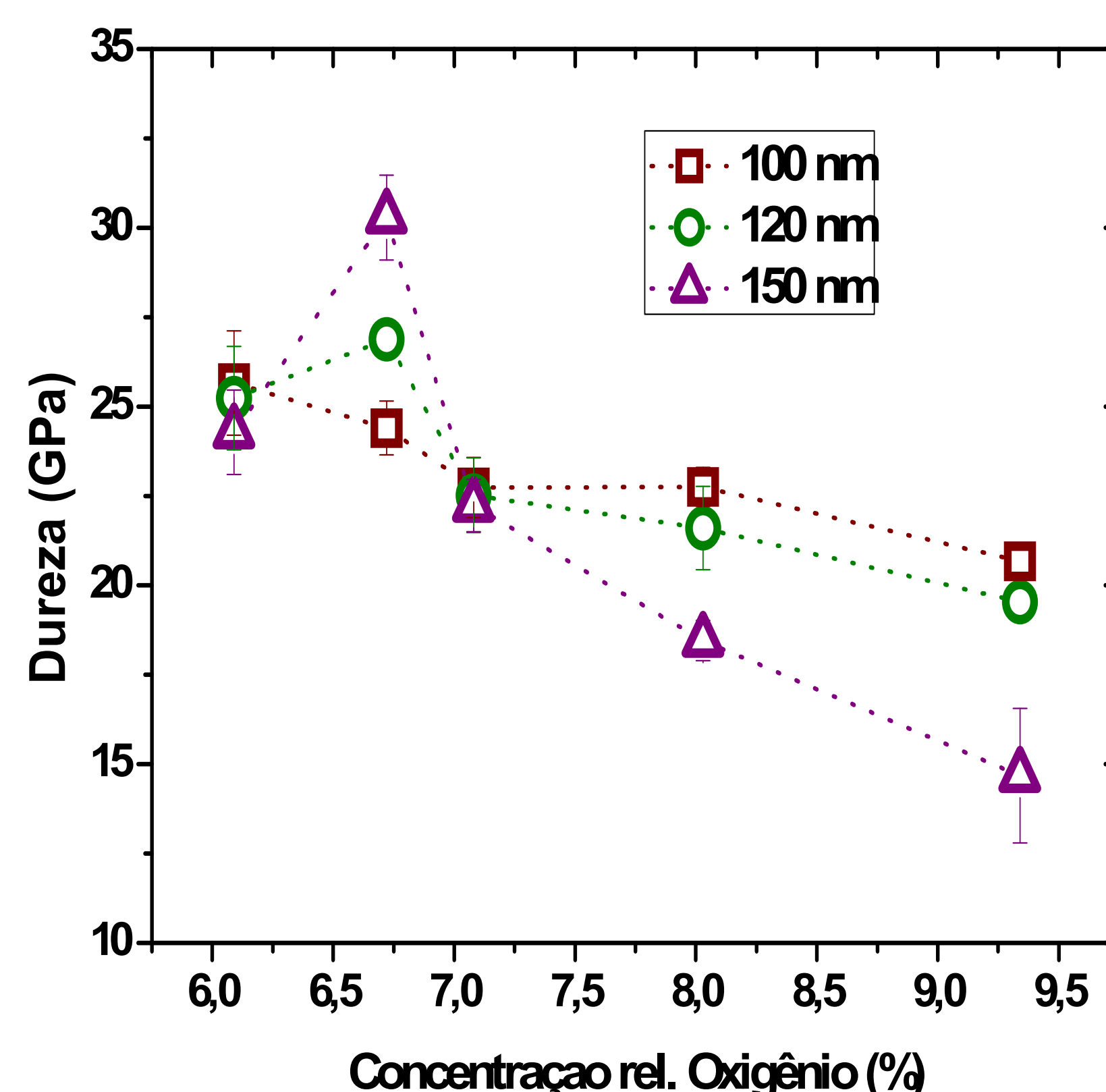


Figura 3: Perfil de dureza do filme.

DISCUSSÃO E CONCLUSÕES

- O H₂ atua como um elemento redutor, pois sua presença no momento da deposição diminui a incorporação de O no filme.
- A diminuição na concentração de O nas amostras aumentou a cristalinidade do TiN. O tamanho dos grãos de Ti₂O₃ diminuem de acordo com a diminuição de O presente no filme.
- As condições experimentais utilizadas permitem a otimização, em relação à concentração de O, do processo de formação de substrato de TiN em Si para crescimento de nanotubos de carbono, e o estudo da influência do O presente no substrato nas propriedades finais dessas nanoestruturas.

REFERÊNCIAS

- [1] J. F. Moulder et.al., *Handbook of X-ray Photoelectron Spectroscopy*, Perkin-Elmer Corporation (1992) ; [2] W. C. Oliver, and G. M. Pharr, *J. Mater. Res.* 7, 1564 (1992) ; [3] B. D. Cullity, *Elements of x-ray diffraction*, 2nd Ed., Addison-Wesley Publishing Company, INC. (1978)

AGRADECIMENTOS

À FAPESP pelo suporte financeiro à essa pesquisa, e aos colegas que contribuíram para a realização desse trabalho.