

DEPOSIÇÃO DE FILME FINO DE CARBETO DE SILÍCIO NUMA CÂMARA MPECVD POR PLASMA DE MICROONDAS

Gabriel Abrusio¹

gabrielabrusio0@gmail.com

Faculdade de Tecnologia de São Paulo, Departamento de Ensino Geral

Edson Moriyoshi Ozono

Faculdade de Tecnologia de São Paulo, Departamento de Ensino Geral

1. Introdução

Neste experimento foram realizadas deposições com plasma de microondas de filmes finos de Carbeto de Silício, SiC, sobre uma lâmina de Silício (100) apoiada sobre o cátodo no interior de uma câmara MPECVD de vácuo. Um jato de plasma de microondas foi gerado dentro de uma tocha MPT a partir da mistura de duas preformas para obtenção de átomos de Silício e de Carbono que foram ionizados e depois conduzidos para dentro câmara MPECVD num ambiente de vácuo para obter a deposição de filme fino. Foi obtido uma deposição de filme fino de Carbeto de Silício SiC na parte central da lâmina de silício que apresentou uma tonalidade levemente esverdeada como abrasivos de Carborundum. O filme fino de Carbeto de Silício foi submetido a uma análise de espectroscopia Raman, como também o filme foi visualizado com uma microscopia eletrônica de varredura MEV.

1.1. Filme Fino de Carbeto de Silício SiC

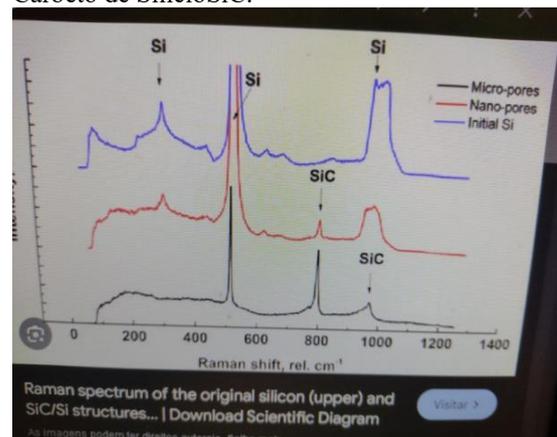
O filme fino SiC apresenta um composto binário de Silício Si e o Carbono C que pertence ao grupo IV com dois tipos de hibridização sp^3 na forma de estrutura amorfa e e na forma cristalina. A forma de estrutura amorfa a-SiC tem uma rede tetraédrica e a forma da estrutura cristalina de sic exibe 200 ordenações diferentes sem variações de estequiometria nas formas 3C-SiC, 4H-SiC e 6H-SiC, sendo que a forma 3C-SiC é a que apresenta propriedade isotrópica de cúbica simples. A forma cristalina 3C-SiC possui saturação de velocidade de deriva e elevada mobilidade eletrônica, entretanto possui defeitos devido à estruturas de treliça. O filme de SiC tem possibilidade de ajuste na sua banda proibida e do índice de refração através de uma dopagem.

A deposição de filmes finos de Carbeto de Silício SiC pode ser realizada por eletrólitos de gel

ou por sólido orgânico para aplicações em células fotovoltaicas, Photo-Electrochemical - PEC que podem substituir as clássicas junções PN. Os dispositivos PEC permitem a conversão de energia solar em eletricidade fotoeletrodos, como também, a energia solar pode ser armazenada em energia química baseada no processo eletrólise, como é realizado para produzir a molécula de água H₂O [PESSOA, 2015]. Uma análise de espectroscopia Raman da estrutura de Carbeto de Silício SiC pode apresentar um espectro característico conforme o resultado apresentado no site Raman for Life.

Uma análise de espectroscopia Raman da estrutura de Carbeto de Silício SiC pode apresentar um espectro característico conforme o resultado apresentado no site Raman for Life [RAMAN, 2024], apresentada na Figura 1.

Figura 1. Espectroscopia Raman de um filme fino de Carbeto de SilícioSiC.



Fonte: [RAMAN, 2024]

2. Materiais e Metodologia

2.1. Cavidade ressonante e a Câmara MPECVD

O plasma da tocha de microondas MPT foi gerado no interior de uma barreira dielétrica de um tubo de quartzo, de 4mm de diâmetro interno

e 30 cm de comprimento, por onde é conduzido um fluxo de gás argônio puro N5 de 1 litro por minuto através de um vaporizador contendo álcool isopropílico. A coluna de plasma gerado tem uma coloração esverdeada, conforme a Figura 2. O tubo de quartzo impede a geração de impurezas proveniente da cavidade cilíndrica para o plasma.

De forma que o jato de plasma de micro-ondas é conduzido para o interior de câmara de MPECVD de vácuo com pressão em torno de 370 Pa sendo impelida sobre o eletrodo cátodo montado com um substrato de uma lâmina de silício (100). O plasma de micro-ondas é intensificado por uma garrafa magnética de 12 ímãs intensificando o feixe de plasma contra a lâmina de silício padrão.

Figura 2 A câmara MPECVD é conectada com uma cavidade ressonante montada com uma tocha MPT

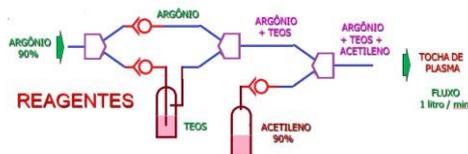


Fonte: AUTOR, 2022.

2.2. Etapas de Processo do Arraste de TEOS e Alcool Isopropílico

O processo de deposição de filme fino de Carbetto de Silício seguiu o esquema de diagrama de blocos, mostrando através das etapas seguidas conforme a Figura 3.

Figura 3. É o fluxograma das etapas para admissão dos fluxos de TEOS e do gás Acetileno.



Com a abertura do rotâmetro A (de até 25 litros) é liberado o fluxo de Argônio com 2 litros por min para manter ativa a descarga de plasma de microondas de forma estável dentro da cavidade.

Para o arraste da preforma de TEOS e fornecimento de átomos de Silício é obtido com a abertura do rotâmetro B (de até 1 litro) com fluxo com 0,8 litros por min de Argônio N5 e pressão de vácuo de 360 Pa. Em contrapartida o fluxo do rotâmetro A fica reduzido para 1,7 litros pela saída da junção 1.

Na junção 2 ocorre a entrada do gás Acetileno para o fornecimento do átomo de Carbono sendo controlado pelo rotâmetro C, de até 35 litros, com 1,5 litros por min. Assim, os fluxos do rotâmetro B foi novamente ajustado para 1,1 litros por min e controlados com a admissão do fluxo do rotâmetro C com 6 litros por min. A mistura otimizada de Argônio+TEOS+Acetileno segue para dentro da tocha de microondas MPT com pressão elevada para 440 Pa.

Não houve necessidade de aplicar as tensões elétricas num resistor elétrico montado no cátodo para aquecimento do substrato, tão pouco também não foi necessário o confinamento magnético do Magnetron.

Foi realizado a técnica de Espectroscopia

Raman para analisar os tipos de ligações sp^3 do tipo $3CSiC$ apresentada na estrutura cristalina do filme fino de Carbetto de Silício [SAITO, 2011]. A espectroscopia Raman é sempre a primeira análise de caracterização realizada para ter conhecimento do tipo de nano estrutura de carbono formada.

Em seguida foi realizada a análise da composição química dos elementos presentes na amostra com a técnica DRX realizada na própria estrutura do Microscópio Eletrônico de Varredura - MET

E por final as micrografias da estrutura de carbono foram averiguadas a partir do uso de Microscópios Eletrônicos de Varredura MEV e de Transmissão MET.

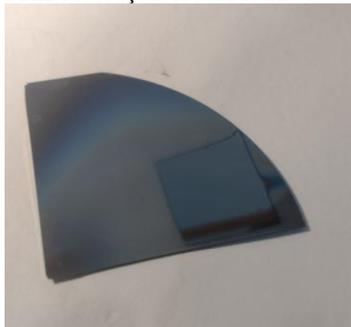
3. Resultados e Discussões

O sistema da cavidade ressonante com a câmara de vácuo

3.1. Deposição de Filme Fino de SiC

Foi possível obter uma deposição de Carbetto de Silício SiC de coloração de cor verde sobre a lâmina de silício (100), conforme a amostra da Figura 4. A deposição ocorreu dentro de um círculo de 20 mm de diâmetro posicionado no centro da lâmina de silício (100) de forma bastante espessa devido à proximidade do cátodo em relação à saída do tubo de vidro de 16mm utilizado para conexão entre a cavidade e a câmara MPECVD de vácuo. A deposição foi realizada na presença de um grupo de ímã montado na parte traseira do cátodo, de maneira que o confinamento magnético contribuiu para a concentração do jato de plasma numa região central da lâmina.

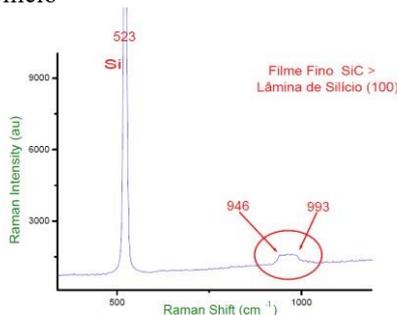
Figura 4. A deposição de Carbetto de Silício SiC uniforme com coloração esverdeada



Fonte: AUTOR, 2022.

Na primeira etapa de caracterização desta amostra foi realizada por espectroscopia Raman para averiguar os traços característicos de uma deposição ter sido próxima da literatura de uma deposição de Carbetto de Silício dentro de uma faixa de Raman Shift entre 780 cm^{-1} a 970 cm^{-1} . O resultado da análise de espectroscopia Raman indicou a presença de Carbetto de Silício na faixa indicada conforme a Figura 5.

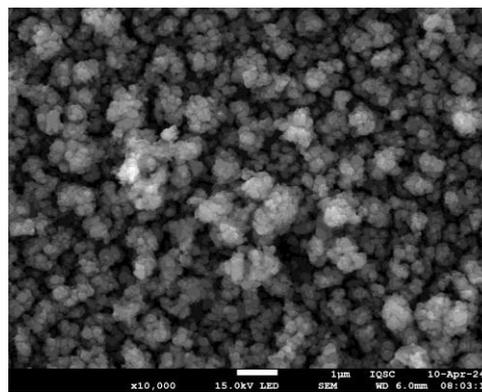
Figura 5 Espectroscopia Raman da deposição de Carbetto de Silício



Fonte: AUTOR, 2022.

Na sequência foram realizadas análises de Microscópio Eletrônico de Varredura - MEV da amostra de uma pequena parte da lâmina de silício padrão (100) que necessitou ser cortada para que pudesse ser inserida no interior de microscópio. Na primeira visualização no MeV com aumento de 10 mil vezes pode ser notado a presença de ilhas de coloração branca na amostra, conforme a Figura 6.

Figura 6. Micrografia MEV de deposição de Carbetto de Silício SiC com aumento de 10 mil vezes.

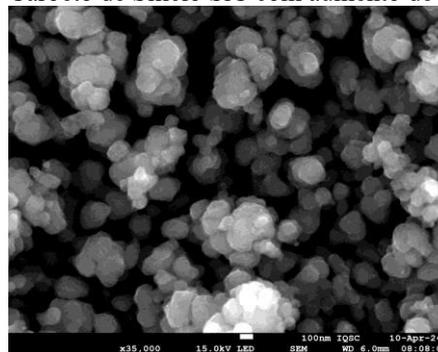


Fonte: AUTOR, 2022.

Com aumento de 25 mil vezes da amostra, as micrografias chegaram a uma escala de $1\text{ }\mu\text{m}$ onde pode ser observada estruturas aglomeradas de carbono. Nota-se pelo resultado pouco focalizado devido à deposição apresentar uma espessura elevada e ter contribuído para que as micrografias apresentassem dificuldade no ajuste do seu foco. Uma outra justificativa foi a deposição do filme fino SiC ter sido realizado direto numa lâmina de Silício o que acarretou uma fraca aderência com a superfície da lâmina de Silício.

Progredindo com um aumento de 35 mil vezes das micrografias, ainda na escala de 100 nm , pudemos aproximar as imagens, entretanto, os ajustes de focalização foram bastante prejudicados, conforme a Figura 7.

Figura 7. Micrografia de Varredura MEV de deposição de Carbetto de Silício SiC com aumento de 35 mil vezes.



Fonte: AUTOR, 2022.

4. Conclusões

Foi possível obter uma deposição de Carbetto de Silício SiC de coloração de cor verde depositada sobre a lâmina de silício (100).

O resultado da análise de espectroscopia Raman da amostra indicou os traços característicos da presença de Carbetto de Silício dentro de uma faixa de Raman Shift entre 946 cm^{-1} a 993 cm^{-1} .

Um aumento de 35 mil vezes das micrografias, na escala de $1\text{ }\mu\text{m}$ pudemos aproximar as imagens, entretanto, os ajustes de focalização foram bastante prejudicados.

5. Referências

[DRESSELHAUS] Dresselhaus, M S; Ado, J; Hofmann, M; Dresselhaus, G; Riichiro, S, Perspectives on Carbon Nanotubes and Graphene Raman Spectroscopy, Nano Lett., v10, p751-758 - 2010.

[KESTENBAC] Kestenbac; FILHO, H J W J B: Microscopia Eletrônica Transmissão e Varredura, São Paulo: ABM, - 1994

[NAGATANI] Nagatani, T; Saito, S; Sato, M; Yamada, M: Development of an Ultra High Resolution Scanning Electron Microscope: by Means of a Field Emission Source and In-Lens System, Scanning Microscopy. v11, p901-909 - 1987.

[PESSOA] Pessoa, R S; Fraga, M A; Santos, L V; Massi, M; Maciel, H S: Nanostructured Thin Films

Based on TiO₂ and/or SiC for Use in Photoelectrochemical Cells: A Review of the material characteristics, synthesis and recent application, Material Science in Semiconductor Processing, v29, p56-68 - 2015.

[RAMAN] Raman for Life, Raman Spectroscopy Instrumentation For Science and

Industry , 2033, Gateway Place, Suite 500 San Jose, CA95110, USA - 2024. Disponível em <<http://ramanlife.com>>

[ROCHA] Rocha, O F: Caracterização de Filmes Finos de Óxido de Silício Depositados em um Reator HD-PECVD a partir de TEOS a Ultra Baixa

Temperatura, Dissertação de mestrado São Paulo, p2027 - 2007 em 21jul2021.

[SAITO] Saito, R et al: Raman Spectroscopy of Graphene and Carbon Nanotubes, Adv. Phys., v60, n3 - 2011

Agradecimentos

Ao Laboratório de Sistemas Integrados da LSI-Poli com parceria com o do Prof Dr Ronaldo Domingues Mansano

1 Aluno de IC com bolsa PIBIC contemplado pelo CNPq.