

“EVOLUÇÃO MICROESTRUTURAL DE FILMES FINOS DE ALUMÍNIO TRATADOS TERMICAMENTE”(1)

Waldemar Alfredo Monteiro (02)

Nildemar Aparecido Messias Ferreira (02)

RESUMO

O objetivo deste trabalho é apresentar a evolução da microestrutura de filmes finos de alumínio de alta pureza após tratamentos térmicos utilizando microscopia eletrônica de transmissão. Na tecnologia do processo de produção de filmes finos é muito importante evitar-se formação de textura preferencial dos grãos formados, utilizar-se substratos de deposição a temperatura ambiente e sob vácuo de 10^{-5} torr, obtendo-se elevado refino de grão (50 nm). Os estudos de tratamentos térmicos de filmes finos onde se pode acompanhar a evolução da microestrutura facilitam o entendimento de alterações que possam ocorrer nas camadas finas de filmes depositados sobre materiais com função protetora e que, por processos de aquecimento, levam a uma quebra de propriedades importantes como, por exemplo, diminuição da resistência mecânica e a corrosão

Palavras Chaves: Filme fino, Tratamento térmico, Microscopia eletrônica

(01) - Contribuição técnica a ser apresentada no 50º Congresso Anual da ABM, São Pedro, SP, 01/08/9 a 04/08/95.

(02) - Pesquisadores da Coordenadoria de Engenharia e Ciência dos Materiais, IPEN/MMM, Comissão Nacional de Energia Nuclear

Introdução

A deposição de filmes finos tem sido usada em uma grande variedade de aplicações : contactos elétricos ; aumento de resistência mecânica ; proteção contra corrosão ; resistência à oxidação.

As características microestruturais tem uma função importante na relação "processamento - estrutura - propriedades " do filme fino onde estudos fundamentais tem sido realizados quanto à nucleação e crescimento do mesmo. Tem sido mostrado que a morfologia e estrutura do crescimento pode variar sobre uma ampla faixa com a variação dos parâmetros de processamento e composição durante a deposição afetando as propriedades do filme fino (1). Aqui será mostrado a utilização da microscopia eletrônica de transmissão no entendimento da evolução da microestrutura de filmes finos . Tem-se conseguido desenvolver ligas e compostos com combinações preferenciais e propriedades impares , as quais não foram obtidas por meio de processos convencionais , utilizando-se a deposição de filmes finos (1 , 2).

Para otimizar o resultado do processo é importante estudar detalhadamente as relações fundamentais entre os parâmetros de processamento , suas características e as propriedades do filme. Não devemos esquecer que a relação " estrutura - propriedade " válida para estruturas granulares grosseiras produzidas convencionalmente não podem ser extrapoladas , a priori , para estas estruturas granulares depositadas extremamente finas. A estrutura do filme é caracterizada pela sua composição , morfologia do grão (textura) , e defeitos estruturais (distribuição de discordâncias , falhas de empilhamento , porosidades e partículas de segunda fase). As características da composição do filme incluem além da composição global , a segregação química dos elementos de liga em várias escalas como uma função da distância da interface filme / substrato e em pequena escala , como uma função da distância do interior do grão até o seu contorno . Um dos pré-requisitos mais importantes para os estudos de quantificação de microestruturas e propriedades do filme é que o mesmo seja preparado sob condições de deposição extremamente bem controladas .

Nas investigações estruturais de filmes depositados a microscopia eletrônica de transmissão (MET) tem muitas vantagens em relação aos métodos tradicionais de difração de raios-X e microscopia óptica pois apresenta alta capacidade de resolução espacial (melhor que 1 nm) e a variedade de modos operacionais que podem ser usados para a análise estrutural . Com o microscópio eletrônico de transmissão podemos obter informações sobre os filmes finos quanto a sua morfologia e defeitos presentes bem como pela difração eletrônica da identificação de fases e relação de orientação cristalográfica e caso disponha de microanálise de sua composição química(3). Neste trabalho apresentaremos a evolução do tamanho de grão de filmes finos de alumínio de alta pureza por meio de um microscópio eletrônico de transmissão (JEOL / JEM 200C) que possui estágio quente propiciando a realização de tratamentos térmicos e observações microestruturais

simultaneamente além do acompanhamento das mudanças cristalográficas ocorridas por meio da difração eletrônica .

PARTE EXPERIMENTAL

O processo de obtenção de filmes finos auto-suportados (espessuras acima de 100 nm) são realizados em metalizadoras sob vácuo melhor que 10^{-5} torr utilizando-se como substrato , por exemplo , o NaCl e , neste trabalho , o material a ser depositado foi alumínio de alta pureza.O filme fino de alumínio obtido , após a dissolução do substrato em água , é colocado sobre telas de cobre e deixado secar em dissecador ; nesta condição , o filme é levado ao estágio quente do MET onde se faz o acompanhamento microestrutural dos filmes finos de alumínio durante aquecimento dos mesmos , desde a temperatura ambiente até 500°C utilizando-se sempre a mesma taxa de aquecimento. Além do acompanhamento desta evolução microestrutural , foram realizados padrões de difração de área selecionada dos filmes finos que sofreram aquecimento in situ (a mesma abertura de área selecionada foi utilizada durante todo o estudo). As observações foram realizadas em um microscópio eletrônico de transmissão JEOL - JEM 200 C utilizando tensão aceleradora de 100 kV.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

Na figura 1 temos a micrografia eletrônica , com o seu respectivo padrão de difração, do filme fino de alumínio produzido inicialmente.

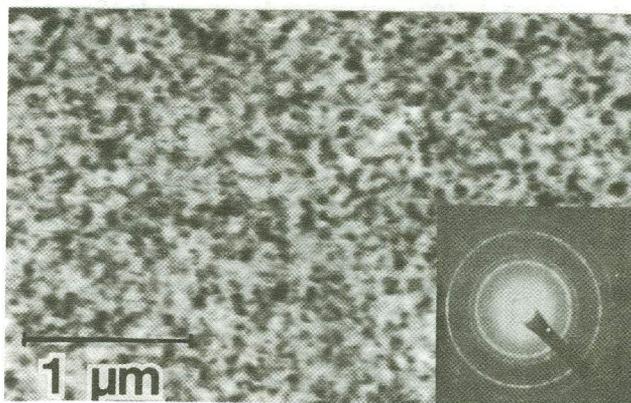


Fig. 1. Micrografia eletrônica e respectivo padrão de difração eletrônica (MET) do filme fino de alumínio sem tratamento térmico. Grãos extremamente finos

Nota-se pela microestrutura observada e pelo seu diagrama de difração uma distribuição cristalográfica ao acaso dos grãos produzidos (tamanho médio dos grãos é de 85 nm). O material é nanocristalino onde os cristalitos individuais são variadamente orientados com relação ao feixe incidente e assim sendo forma-se um padrão de anéis concêntricos . A elevação da temperatura do filme fino de alumínio in situ até 100°C traz como consequência um crescimento aleatório dos grãos como pode ser constatado na figura 2 onde podemos ver um grande número de grãos em contraste indicando uma mesma orientação cristalográfica entre eles , isto é , um início de preferência destes grãos por algumas direções de crescimento (200 nm).

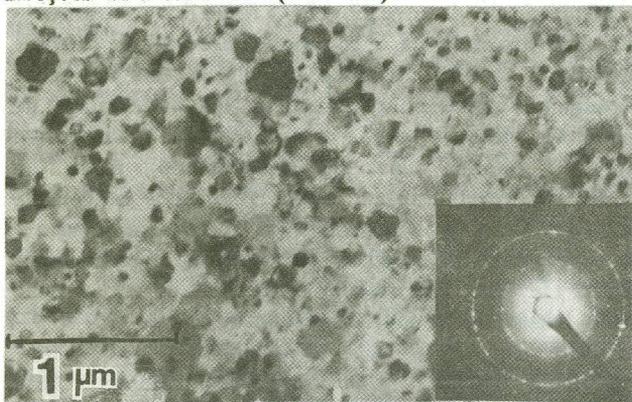


Fig.2. Micrografia eletrônica juntamente com o padrão de difração eletrônica da microestrutura de um filme fino de alumínio tratado a 100 °C. Crescimento aleatório dos grãos.

Quando a temperatura do filme fino atinge 300°C nota-se crescimento preferencial de grãos (tamanho médio dos grãos é de 300 nm) que pode ser notado (figura 3) por meio da microestrutura e do padrão de difração eletrônica (onde pela intensidade e continuidade dos anéis formados obtem-se informações sobre a textura do material em estudo).

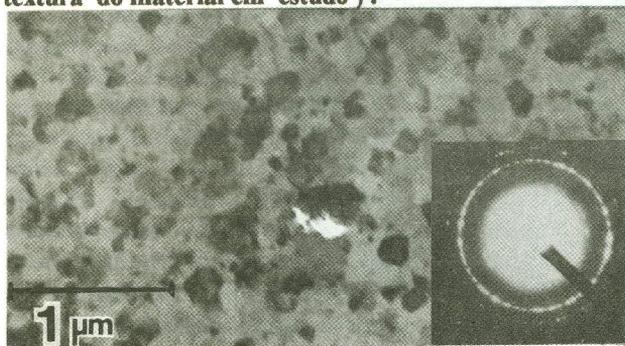


Fig. 3. Micrografia eletrônica e respectivo padrão de difração eletrônica de um filme fino tratado a 300 °C .Crescimento preferencial de grãos .

A figura 4 apresenta o filme fino de alumínio na temperatura de 350 °C , onde se constata um maior crescimento preferencial de certos grãos e em algumas regiões já se nota a sobreposição de grãos devido ao crescimento de um deles sobre o outro (tamanho médio de grão é de 335 nm), e que, cada vez mais , há uma menor distribuição dos pontos no padrão de difração , mas mais intensos individualmente (maior densidade de elétrons difratados em algumas direções cristalográficas preferenciais) .

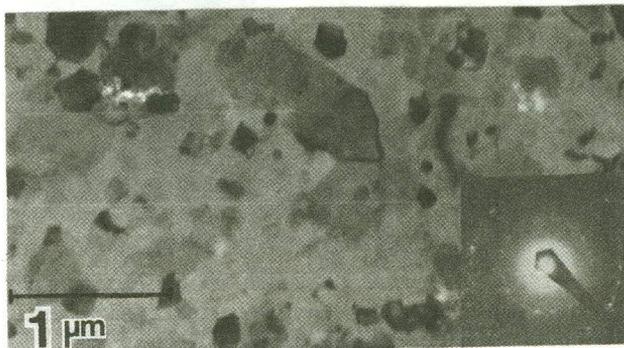


Fig. 4. Micrografia eletrônica e padrão de difração eletrônica de um filme fino de alumínio tratado a 350 °C. Crescimento preferencial e sobreposição de grãos o que é muito comum em tratamentos térmicos de materiais com espessura muito fina (1).

O padrão de difração eletrônica do filme fino de alumínio a temperatura de 400°C(figura 5) corrobora ainda mais o que foi citado no parágrafo anterior : variações na distribuição de grãos com relação a sua orientação cristalográfica de crescimento . O tamanho médio de grão , neste caso , é de 535nm .

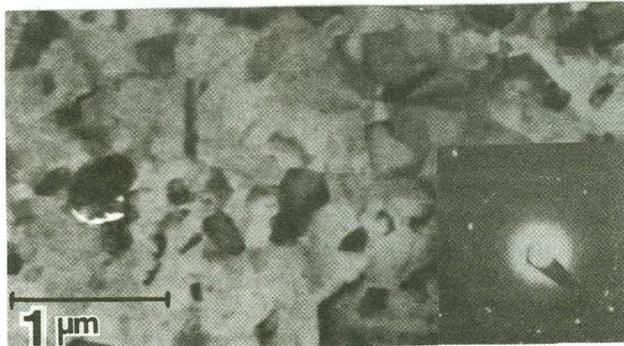


Fig. 5. Micrografia eletrônica e padrão de difração eletrônica de um filme fino de alumínio tratado termicamente a 400°C.

A partir de tratamentos térmicos em temperaturas acima de 400 °C, observou-se um crescimento acentuado dos grãos onde a evolução microestrutural é muito

rápida dificultando a obtenção de imagens estáveis o suficiente para se fazer o devido registro fotográfico e, além disso, inicia-se pequena contaminação do filme fino (apesar de todas as precauções na manutenção do alto vácuo na coluna do microscópio eletrônico) ocorrendo a formação de óxido de alumínio em pequenas regiões do filme fino.



Fig. 6. Micrografia eletrônica e padrão de difração eletrônica de um filme fino de alumínio tratado a 420 °C . Neste ponto, já se pode com a abertura previamente escolhida obter difrações eletrônicas de regiões monocristalinas .

Na figura 6 temos a microestrutura do filme fino de alumínio durante recozimento a 420 °C , o tamanho médio dos grãos é equivalente em ordem de grandeza aos do material normal , isto é, da chapa de alumínio obtida por processos termomecânicos convencionais (tamanho médio de grão é de 1000 nm)

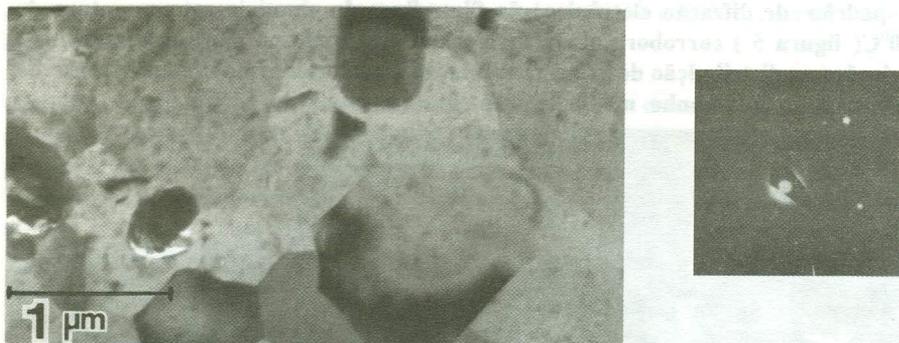


Fig. 7. Micrografia eletrônica e padrão de difração eletrônica de um filme fino de alumínio tratado a 450 °C. Crescimento extremamente rápido de grãos com conseqüente instabilidade do filme .

Na temperatura de 450 °C a evolução da microestrutura do filme fino é muito rápida , isto é , os grãos crescem rapidamente e provocam instabilidade no filme e dificultando sua observação bem como a documentação fotográfica (figura 7). Por outro lado , o padrão de difração fica cada vez mais semelhante ao padrão

de pontos , já que as dimensões dos grãos estão próximas a $2 \mu\text{m}$, ocupando toda a área selecionada para obtenção da respectiva difração eletrônica .

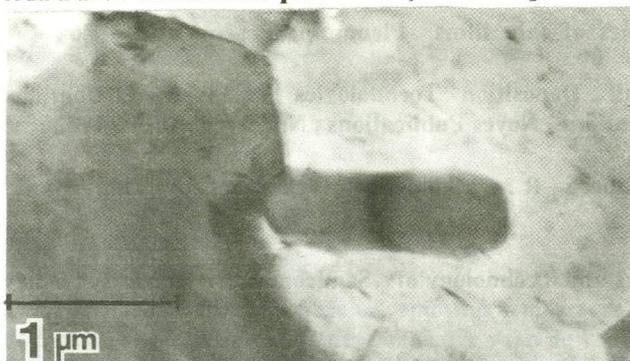


Fig. 8. Micrografia eletrônica do filme fino de alumínio tratado termicamente a 500°C .

Na figura 8 temos o registro da microestrutura do filme fino recozido a 500°C onde o tamanho médio de grão é de $3 \mu\text{m}$. Acima desta temperatura as oxidações do filme fino são mais intensas invalidando o prosseguimento do estudo em questão .

Os estudos de tratamentos térmicos de filmes finos onde se pode acompanhar a evolução da microestrutura facilitam o entendimento de possíveis alterações que ocorrem em camadas finas que são depositadas sobre materiais(4) . Muitas vezes, processamentos térmicos levam a uma quebra das propriedades iniciais em função das alterações não previstas no tamanho de grão destas camadas finas, diminuindo a sua resistência mecânica e sua resistência à corrosão, diminuindo portanto a vida média das peças assim produzidas .

CONCLUSÕES

A microscopia eletrônica de transmissão pode trazer excelentes contribuições ao entendimento dos possíveis mecanismos envolvidos em crescimento de grãos em filmes finos de materiais metálicos tratados termicamente . A utilização do estágio quente disponível nos microscópios eletrônicos de transmissão propicia estudos *in situ* , isto é , pode-se acompanhar a evolução microestrutural dos filmes finos durante recozimento bem como verificar as possíveis alterações cristalográficas em seus grãos inclusive formações de segundas fases estáveis ou metaestáveis durante o processo .

O conhecimento prévio destes aspectos propiciam vantagens quando de sua aplicação tecnológica evitando gastos desnecessários durante as etapas de produção destes filmes finos .

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1]. Eckertova , L. , *Physics of thin films* , Plenum press , N. York , 1986 .
- [2]. Bunshah , R.F. et all , *Deposition Technologies For Films and Coatings - Developments and Applications* , Noyes Publications , N. Jersey , USA , 1982 .
- [3]. Tu, K. N. and Rosenberg , R . , “ *Analytical Techniques for Thin Films* “ , Wiley , N.Y. , 1985 .
- [4]. Grove , A.S. , *Physics and Technology of Semiconductor Devices* , Wiley , New York , 1967 .

ABSTRACT

THE MICROSTRUCTURAL EVOLUTION OF IN SITU THERMALLY ALUMINIUM THIN FILMS

The technology of the thin film processes is very critical and it is necessary to avoid the growth of grain with preferential texture, the substrate of the film must stay at room temperature, and the vacuum at 10^{-5} torr, then it is possible to obtain a elevated grain refining. The aim of this work is to show the microstructural evolution of high purity aluminum thin films after in situ heat treatment utilizing transmission electron microscopy. The studies of thin film heat treatments where it is possible to follow the modification of the thin film microstruture facilitate the understanding of the change that occur in thin film deposited over different materials as, for example, protective function who with heating processes come to a rupture of this properties during the grain growth modification (low mechanical and anticorrosive strength).

Key-words : Thin-film , heat treatment , transmission electron microscopy.