Luiz Antônio Rasia

## ESTUDO E APLICAÇÃO DAS PROPRIEDADES ELÉTRICAS, TÉRMICAS E MECÂNICAS DE MATERIAIS AMORFOS PIEZORESISTIVOS EM TRANSDUTORES DE PRESSÃO

São Paulo

2009

Luiz Antônio Rasia

### ESTUDO E APLICAÇÃO DAS PROPRIEDADES ELÉTRICAS, TÉRMICAS E MECÂNICAS DE MATERIAIS AMORFOS PIEZORESISTIVOS EM TRANSDUTORES DE PRESSÃO

Tese apresentada à Escola Politécnica da Universidade de São Paulo para obtenção do título de Doutor em Engenharia Elétrica

Área de Concentração: Engenharia Elétrica: Microeletrônica

Orientador:

Prof. Dr. Ronaldo Domingues Mansano

São Paulo

Este exemplar foi revisado e alterado em relação à versão original, sob responsabilidade única do autor e com a anuência de seu orientador.

São Paulo, .....de 200...

Assinatura do autor

Assinatura do orientador

### FICHA CATALOGRÁFICA

Rasia, Luiz Antônio

Estudo e Aplicação das Propriedades Elétricas, Térmicas e Mecânicas de Materiais Amorfos Piezoresistivos em Transdutores de Pressão / L.A. Rasia. ed. rev. -- São Paulo, 2009. 190 p.

Tese (Doutorado) - Escola Politécnica da Universidade de São Paulo. Departamento de Sistemas Eletrônicos.

1.Filmes finos 2.Sensores eletromecânicos 3.Circuitos integrados 4.Filmes amorfos I.Universidade de São Paulo. Escola Politécnica. Departamento de Engenharia de Sistemas Eletrônicos II.t.

## DEDICATÓRIA

Dedico este trabalho a todos os colegas e amigos conquistados durante o período de realização desta tese e, em especial, a minha família.

### AGRADECIMENTOS

A minha família, Juliana e Julia pelo apoio, carinho e paciência durante os momentos mais críticos deste trabalho.

Ao Prof. Dr. Ronaldo D. Mansano pela dedicação, competência e paciência durante a realização desta tese.

Ao Prof. Dr. Carlos E. Viana pelo auxílio e encaminhamento das atividades de laboratório.

Ao amigo Dr. Humber Furlan pelo apoio e incentivo.

Ao CNPq pelo auxílio financeiro.

### RESUMO

Neste trabalho é apresentado o estudo teórico-experimental a respeito das propriedades piezoresistivas de dois tipos de materiais com estrutura amorfa. O primeiro material estudado é o carbono semelhante ao diamante e o segundo é o óxido de estanho dopado com índio. O estudo compreende o levantamento bibliográfico sobre os materiais, projeto teórico e prático de estruturas individuais de testes e piezoresistores configurados em ponte completa, além da realização das caracterizações elétricas, mecânicas e térmicas de acordo com um arranjo experimental proposto. As caracterizações experimentais foram implementadas usando a técnica de flexão de uma viga engastada e a teoria das pequenas deflexões. Os diferentes materiais caracterizados e analisados apresentaram o efeito piezoresistivo e um sinal de sensibilidade mecânica condizente com as características esperadas para estes filmes. Ambos os filmes respondem as variações da temperatura de forma linear e apresentam uma direção de dependência com a temperatura. Os filmes de carbono amorfo hidrogenado livre de dopantes apresentam curvas de corrente e tensão características indicando um mecânismo de condução elétrica complexo devido a sua diversidade de microestruturas e relacionado aos parâmetros de processos de deposição. Os filmes com nitrogênio são mais estáveis termicamente com coeficientes da ordem de - 4900 ppm/ºC. Os resultados encontrados indicam a existência de dois tipos de portadores de cargas responsáveis pela mobilidade média, resistividade e efeito piezoresistivo. Os filmes de óxido de estanho dopado com índio livre e com 5 % e 10 % de oxigênio no plasma apresentam características de diminuição da resistência elétrica com o esforço mecânico e exibem efeitos de piezoresistividade na faixa de - 12 a - 23. Amostras destes filmes com oxigênio apresentaram um fator de sensibilidade mecânica muito baixa e são menos estáveis termicamente que as amostras livres de oxigênio. Os filmes estudados podem ser usados em aplicações envolvendo extensiometria ou mesmo em sensores de pressão piezoresistivos após adequação do processo de deposição e de recozimentos térmicos.

Palavras – chave: Piezoresistores . Sensores . Filmes amorfos . DLC. ITO.

### ABSTRACT

This tesis presents the piezoresistivity theoretical and experimental study for two materials with amorphous structure. The first material is the Diamond Like Carbon and the other is the Indium Tin Oxide. The work includes the bibliographic study, theoretical and practical design of structures for testing individual and piezoresistors configured in bridge, in addition to the completion of the characterizations electrical, mechanical and thermal according to a proposed experimental arrangement. The experimental characterizations have been implemented using the technique of cantilever and the theory of small deflections. The different materials analyzed showed the piezoresistive effect with some order of magnitude and a sign of sensitivity to mechanical stress of tension consistent with the characteristics expected for these types of films. Both films respond to changes in temperature in a very linear and have a direction of dependency with the temperature according to the literature. The films of free doping have curves of current and voltage characteristics for this type of material indicating a mechanism of electric conduction very complex because of its diversity of microstructures and processes related to the parameters of the deposition and films with nitrogen are more thermally stable with coefficients of order of - 4900 ppm/<sup>o</sup>C. The results indicate the existence of two types of charge carriers responsible for the average mobility and hence the resistivity and the piezoresistive effect. The films of indium tin oxide free and with some oxygen content in plasma presents characteristics of decreased electrical resistance to mechanical stress and exhibit effects of piezoresistive in the range of - 12 to - 23. Samples of these films with oxygen showed a factor of very low mechanical sensitivity and are less stables to thermal effect the samples free of oxygen. The films studied can be used in certain applications such strain gauges or even in piezoresistive pressure sensors, after adequate process of deposition and thermal annealing.

Keywords: Piezoresistors. Sensors. Amorphous films. DLC. ITO.

# LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1. Diagrama de fase e classificação das propriedades dos filmes de DLC.	22
Figura 2. Diagrama genérico em blocos do funcionamento de um sensor piezoresistivo de pressão.	25
Figura 3. Representação de estruturas cúbicas fundamentais do SiC.	31
Figura 4. Representação de estruturas hexagonal fundamentais do SiC.	31
Figura 5. Modelo estrutural do a-C:H.	32
Figura 6. Modelo para o filme de DLC. (a) sem esforço mecânico e (b) com esforço mecânico.	34
Figura 7. Diagrama da densidade de estados para diferentes filmes.	37
Figura 8. Esquemático da distribuição de estados em semicondutores amorfos tipo a-SiC:H.	38
Figura 9. Esquemático e fotografia do sistema de deposição dos filmes.	46
Figura 11. Diagrama de superfícies de energia no momento de espaço em relação ao eixo	
cristalográfico. (a) Modelo "many-valley" e (b) efeito do esforço mecânico.	57
Figura 12. Modelo de arranjo experimental tipo viga engastada.	65
Figura 13. Máscaras utilizadas para fabricação de estruturas piezoresistivas de teste.	70
Figura 14. Etapas de processamento simplificadas de piezoresistores de a-C:H.	72
Figura 15. Fluxograma básico das etapas de processo dos piezoresistores.	73
Figura 16. Modelo de piezoresistor usado para determinação dos parâmetros de projeto.	77
Figura 17. Fotografia de piezoresistores de filme de DLC.	78
Figura 18. Fotografia das estruturas testes. (a) aplicação de epoxy. (b) preparação dos contatos elétrico	os.80
Figura 19. Fotografia do arranjo experimental para caracterização mecânica dos filmes de DLC e ITC	). 80
Figura 20. Esquemático das medidas. (a) chip teste de a-C:H/SiO <sub>2</sub> /Si/Al para medidas I-V. (b) estrutu	ra
de a-C:H/p-Si/Ag para medidas elétricas, mecânicas e térmicas.	81
Figura 21. Equipamento HP para caracterização das estruturas de teste.	82
Figura 22. Fotografia mostrando alguns detalhes do corte a laser de piezoresistores de DLC.	83
Figura 23. Ilustração e aspecto final de um dispositivo sensor de pressão em nipel de aço.	83
Figura 24. Fotografia e detalhes de saída dos cabos e controle de temperatura da estufa.	84
Figura 25. Detalhes e disposição interna das amostras na estufa.	85
Figura 26. Distribuição do esforço mecânico sobre um diafragma circular.	90
Figura 27. Ilustração de uma placa delgada com as bordas engastadas. Visão de cima.	94
Figura 28. Piezoresistores sobre uma lamina de Silício no plano {001} ou (100).	97
Figura 29. Curva da resistência de folha pelo comprimento do piezoresistor para filme tipo a-C:H.	100
Figura 30. Resistividade do filme de a-C:H em função da espessura.	101
Figura 31. Resistência nominal em função do comprimento dos piezoresistores.	102
Figura 32. Valores da resistência em função da tensão elétrica aplicada para filmes a-C:H.	104
Figura 33. Estimativa da resistividade em função da concentração de dopantes em filmes de diamante	. 105
Figura 34. Comparação da resistividade pela concentração de dopantes entre diferentes materiais.	106
Figura 35. Estimativas para projeto de piezoresistências com valores típicos de $2500\Omega$ .	107

Figura 36. Curva típica da Piezoresistência em função da força para um filme de a-C:H.	108
Figura 37. Curva da piezoresistência em função da deformação mecânica em um filme de a-C:H.	109
Figura 38. Curva da distribuição da carga em função da deflexão da viga engastada.	110
Figura 39. Visualização da deflexão da viga no eixo-x em função da posição.	111
Figura 40. Curva comparativa da rigidez mecânica dos materiais em função da espessura.	112
Figura 41. Relação entre a variação da resistência e as dimensões geométricas do diafragma de DLC.	113
Figura 42. Deflexão máxima no centro do diafragma quadrado.	114
Figura 43. Esforço mecânico longitudinal em função da espessura do diafragama quadrado.	115
Figura 44. Esforço mecânico transversal em função da espessura.	116
Figura 45. Comparação dos esforços mecânicos submetidos a uma pressão de 1atm.	117
Figura 46. Curva da pressão em função da espessura.	118
Figura 47. Variação da resistência em função dos esforços mecânicos em diafragmas quadrado.	119
Figura 48. Deflexão máxima no centro do diafragma circular.	120
Figura 49. Esforço mecânico radial em função da espessura do diafragma circular.	121
Figura 50.Esforço mecânico transversal em função da espessura do diafragma circular.	122
Figura 51.Comparação dos esforços mecânicos submetidos a uma pressão de 1atm.	123
Figura 52.Curva da pressão em função da espessura para um diafragma circular.	124
Figura 53. Variação da resistência elétrica em função dos esforços mecânicos em diafragmas circular.	125
Figura 54.Curvas I-V para um filme de DLC (a-C:H/SiO <sub>2</sub> /Si/Al).	127
Figura 55. Resistividade elétrica de filmes tipo DLC em função do comprimento do piezoresistor.	128
Figura 56. Curva I-V para piezoresistores interdigitais de DLC (a-C:H/SiO <sub>2</sub> /Si/Al).	130
Figura 57. Características J-V de piezoresistor de a-C:H com espessura $t = 1 \mu m$ e 59,4µm <sup>2</sup> de área.	131
Figura 58. Curva J x E para piezoresistores de DLC (a-C:H/SiO <sub>2</sub> /Si/Al).	132
Figura 59. Comportamento da resistividade em função do campo elétrico em filmes de DLC.	133
Figura 60. Esforço mecânico de tensão em piezoresistores de DLC (a-C:H/Si/Ag).	134
Figura 61. Mudança relativa da piezoresistência em função da deformação do filme de a-C:H.	135
Figura 62. Resistência em função da temperatura para um filme de a-C:H sobre uma viga de aço.	136
Figura 63. Coeficiente de variação da piezoresistência com a temperatura em filmes a-C:H.	137
Figura 64. Esforço mecânico de tensão em piezoresistores de DLC dopado com 40 % de nitrogênio.	138
Figura 65. Mudança relativa da piezoresistência em função da deformação de DLC dopado com	
40 % de nitrogênio.	139
Figura 66. Esforço mecânico de tensão em piezoresistores de DLC dopado com 60 % de nitrogênio.	140
Figura 67. Mudança relativa da piezoresistência em função da deformação de DLC dopado com	
60% de nitrogênio.	141
Figura 68 TCR em filmes a-C:H dopados com 40 % de nitrogênio.	142
Figura 69. TCR em filmes a-C:H dopados com 60 % de nitrogênio.	143
Figura 70. Taxa de deposição e resistividade dos filmes em função do conteúdo de oxigênio.	146
Figura 71. Resistência de folha em função do conteúdo de oxigênio e da potência de deposição.	147
Figura 72. Variação da resistência em função da carga mecânica em filmes de ITO livres de oxigênio.	148
Figura 73. Comportamento da resistência elétrica para uma carga máxima aplicada de 1200 g.	149

Figura 74. Variação da resistência em filmes ITO livre de oxigênio submetidos a carregamento e	
descarregamento de massas.	150
Figura 75. Resposta elétrica do filme de ITO livre de oxigênio para grandes cargas aplicadas.	151
Figura 76. Variação da resistência em função da carga mecânica em ITO com 5 % de oxigênio.	152
Figura 77. Variação da resistência em função da carga mecânica em ITO com 10 % de oxigênio.	153
Figura 78. Sensibilidade mecânica média de ITO livre de oxigênio com a deformação mecânica.	154
Figura 79. Gauge factor em função da energia de ativação para um filme de ITO 100 % argônio.	155
Figura 80. Sensibilidade mecânica média de filme de ITO 5 % $O_2$ com a deformação mecânica.	156
Figura 81. Gauge factor em função da energia de ativação para um filme de ITO 5 % oxigênio.	157
Figura 82. Sensibilidade mecânica média de filme de ITO 10 % $O_2$ com a deformação mecânica.	158
Figura 83.Gauge factor em função da energia de ativação para um filme de ITO 10 % oxigênio.	159
Figura 84. Variação da resistência elétrica com a temperatura para filmes de ITO livre de oxigênio.	160
Figura 85. TCR em filme de ITO livre de oxigênio.	161
Figura 86. Resistência elétrica em função da temperatura em filmes de ITO.	162
Figura 87. TCR em função da temperatura para amostras com 5 % de oxigênio.	163
Figura 88. TCR em função da temperatura para amostras com 10 % de oxigênio.	164

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1.Características e ligações do carbono.	33
Tabela 2. Gap de energia para os diferentes materiais.	36
Tabela 3.Comparação de diferentes filmes de DLC contendo carbono.	53
Tabela 4. Parâmetros para alguns filmes de SiC <sup>39,60</sup> e DLC <sup>36,38,80</sup> .	54
Tabela 5. Gauge Factor para filmes de SiC e DLC amorfo hidrogenado.	60
Tabela 6. Dimensões dos piezoresistores de a-C:H	71
Tabela 7. Taxa de corrosão de filmes de DLC <sup>69</sup> .	76
Tabela 8. Dimensões geométricas da viga com os chips de teste.	79
Tabela 9. Propriedades mecânicas de alguns filmes.	88
Tabela 10. Dados comparativos entre diferentes materiais para diafragmas circulares.	91
Tabela 11. Parâmetro $\alpha e \beta$ para placas retangulares com todas as extremidades fixas.	94
Tabela 12. Dados comparativos entre diferentes materiais para diafragmas quadrados.	95
Tabela 13. Resultados da simulação.	103
Tabela 14. Medidas da resistividade, mobilidade e concentração de portadores para filmes de ITO	145
Tabela 15. Síntese das caracterizações de algumas amostras de filmes de ITO.	145

# LISTA DE SÍMBOLOS

$\pi_{_{iikl}}$	Tensor de coeficientes piezoresitivos
	Tensor de esforco mecânico
δν	Alteração do volume
δE	Alteração do "gap" de energia
E_	Energia de ativação
	Tensor de resistividade
GE	"ague factor" ou sensibilidade mecânica
<u> </u>	Condutividade média sem esfoco mecânico
	Condutividado módio com osforos mosônios oplicado
$\underline{O_T}$	Condutividade media com estorço medanico aplicado
$\pi$	Coeficiente piezoresistivo medio
е Г	Deformação elastica
E	Modulo de elasticidade ou modulo de Young
σ <sub>ij</sub>	l ensor condutividade eletrica
n	Concentração de portadores
μ	Mobilidade eletronica
e,	Carga eletrica
κ <sub>1,2,3</sub>	Numero de ondas
[[] た	Massa eleliva Constante de Planek reduzide (h/2-)
<i>n</i>	Constante de Planck reduzida ( $n/2\pi$ )
1	Distânce de Planck
	Comprimento
*	Fenessura
0	Besistividade do grão
Pg O	Resistividade do grad Resistividade da fronteira
49 19	Coeficiente de Poisson
S.	Coeficiente de complianca ou constante de deformação
$\Delta R$	
$\frac{1}{R}$	Variação relativa da resistência
N(E)	Densidade de estados
g(E)	"gap" de energia
$\vec{E}$	Vetor campo elétrico
$\Delta \rho$	
$\frac{1}{0}$	Variação relativa da resistividade
Cii	Constante de rigidez elástica
G	Módulo de rigidez
В	Módulo de compressão
Р	Pressão hidrostática
TCR	Coeficiente de variação da resistência com a temperatura
v	Volume
$\theta$	Temperatura

$ heta_{\scriptscriptstyle ref}$	Temperatura de referência
$\Delta  heta$	Variação da temperatura
R	Resistência elétrica
TCGF	Coeficiente de Variação do "gage factor" com a temperatura
l,m,n	Cossenos diretores
x,y,z	Eixos coordenados
x,y,z	Novos eixos coordenados
$\Delta V_{saída}$	Variação da tensão elétrica de saída
Valimentação	Tensão elétrica de alimentação
V <sub>offset</sub>	Tensão de "offset"
T <sub>m</sub>	Esfoço mecânico máximo
α	TCR de primeira ordem
β	TCR de segunda ordem
Rs	Resistência de folha
R <sub>eq</sub>	Resistência equivalente
L <sub>ef</sub>	Comprimento efetivo
R <sub>total</sub>	Resistência elétrica total
R <sub>corpo</sub>	Resistência elétrica do corpo
R <sub>contatos</sub>	Resistência dos contatos
V <sub>máx</sub>	Tensão elétrica máxima
A	Area
р	Pressão

# SUMÁRIO

RESUMO
ABSTRACT
LISTA DE ILUSTRAÇÕES
LISTA DE TABELAS
LISTA DE SÍMBOLOS
1 INTRODUÇÃO 17
1.1 Motivações e Objetivos 18
1.2 Justificativas
1.3 Estrutura do Trabalho 20
1.4 A Escolha do Material como Elemento Sensor
1.5 Formas de Sensoriamento dos Transdutores Piezoresistivos
2 O ESTADO DA ARTE DA TECNOLOGIA DOS FILMES DE DLC E ITO 27
2.1 Descrição dos Diferentes Tipos de Filmes para Dispositivos
Transdutores
2.2 Características dos Filmes com Estruturas Semelhantes ao Diamante 30
2.3 Estrutura das Bandas de Energia dos Filmes de DLC
2.4 Características dos Filmes com Estruturas Amorfas tipo ITO
2.5 Revisão das Técnicas de Obtenção de Filmes de DLC
2.5.1 Processo de Deposição Usando Gás Precursor
2.5.2 Processo de Deposição Usando Alvo Sólido
2.5.3 Processos Combinados de Deposição de Filmes de DLC
2.6 Descrição Geral das Técnicas de Processamento de Filmes de
DLC para Transdutores de Pressão 46
2.6.1 Processamento de Filmes de DLC e ITO Usando a Técnica de
Pulverização Catódica Reativa 46
2.7 Características Elétricas, Térmicas e Mecânicas dos Filmes de DLC 48
2.8 Técnicas de Caracterização de Filmes de DLC
2.9 Resumo das Propriedades Físicas dos Diferentes Filmes para
Transdutores Piezoresistivos 53
2.10 Propriedades Piezoresistivas dos Filmes Semelhantes ao Diamante
– O Efeito Piezoresistivo 55

2.11 O Efeito da Temperatura sobre a Sensibilidade dos Piezoresistores. 61
3 DESCRIÇÃO DAS ETAPAS DE PROCESSAMENTO, ESTRUTURAS
DE TESTE E ARRANJO EXPERIMENTAL PARA CARACTERIZAÇÃO
DOS FILMES
3.1 Descrição do Método da Viga Engastada – "cantilever"
3.2 Etapas Básicas de Processamento de Piezoresistores
3.2.1 Procedimentos Básicos de Oxidação
3.2.2 Procedimentos Básicos de Deposição dos Filmes
3.2.3 Procedimentos Básicos de Fotolitografia
3.2.4 Procedimentos Básicos de Corrosão dos Filmes
3.2.5 Procedimentos Básicos de Metalização dos Filmes
3.3 Projeto Físico das Estruturas de Teste
3.3.1 Arranjo Experimental para Medida da Sensibilidade Mecânica,
Térmica e Elétrica das Estruturas de Teste
3.3.2 Descrição do Método para Determinação do TCR dos Filmes 84
3.3.3 Modelos e Formulações Analíticas para Projeto de Transdutores
Piezoresistivos
3.3.4 Considerações Gerais para Projeto de Transdutores Piezoresistivos86
3.3.5 Desenvolvimento de um Sensor de Pressão Piezoresistivo
3.3.5.1 Formulação Analítica para Diafragmas Circulares
3.3.5.2 Formulação Analítica para Diafragmas Quadrados
4 RESULTADOS E DISCUSSÕES
4.1 Modelamento e Determinação da Piezoresistência Usada como
Elemento Sensor
4.2 Estimativas do Fator de Sensibilidade Mecânica das Pizoresistências107
4.3 Simulações Mecânicas e Elétricas para um Transdutor Piezoresistivo112
4.4 Comparações entre Transdutores com Diafragma Quadrado e
Circular 120
4.5 Análise e Comparações entre os Projetos de Sensores 125
4.6 Resultados das Caracterizações Elétricas, Mecânicas e Térmicas
dos Filmes de DLC e ITO 126
4.6.1 Resposta Eletrica de Piezoresistores de Filme de DLC 127
4.6.2 Resposta Eletrica e Mecânica de Piezoresistores de Filme de
DLC não Dopados 133

4.6.3 Resposta Eletrica e Térmica de Piezoresistores de Filme de DLC na	ão
Dopados	136
4.6.4 Resposta Eletrica e Mecânica de Piezoresistores de Filme de	
DLC com a Variação de Dopantes	138
4.6.5 Resposta Eletrica e Térmica de Piezoresistores de Filme de DLC	
Dopados com Nitrogênio	141
4.7 Resposta Piezoresistiva de Filmes de ITO Investigadas com a	
Técnica de Deflexão da Viga Engastada	143
4.7.1 Caracterizações Eletrica de Filme de ITO	144
4.7.2 Resposta Elétrica - Mecânica dos Filmes de ITO ao Esforç	
Mecânico Aplicado	147
4.7.3 Resposta Elétrica e Térmica dos Filmes de ITO com a	
Temperatura	159
5 CONCLUSÕES	167
6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	169
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	171
ANEXO A – Aplicação do Método de Análise Elétrica e Térmica em	
Piezoresistores de Silício Policristalino	183

### 1 INTRODUÇÃO

Neste trabalho procura-se estabelecer critérios para avaliação dos efeitos mecânicos, elétricos e térmicos em filmes de carbono tipo diamante (DLC) ou "Diamond-Like Carbon" depositados por pulverização catódica reativa ou "magnetron reactive sputtering" para serem usados como transdutores de esforços mecânicos. Estes novos materiais à base de carbono com proriedades físicas e químicas avançadas são importantes e fundamentais para o crescimento e avanço das indústrias aeroespaciais, biomédicas, eletrônicas e de sensores. Atualmente, estes filmes amorfos contendo uma significativa fração de ligações do tipo sp<sup>3</sup> estão sendo utilizados para diferentes propósitos porque apresentam elevada dureza, boa estabilidade química, transparência ótica no visível, baixa fricção e alta resistência ao desgaste. Este conjunto de propriedades torna estes filmes atraentes para as diferentes aplicações práticas, motivando um estudo mais aprofundado da sensibilidade mecânica elétrica e térmica destes materiais.

Neste trabalho é usado o princípio de uma viga engastada tipo "cantilever" e a teoria das pequenas deflexões para determinar algumas propriedades como, o fator de sensibilidade ao esforço mecânico e o coeficiente de variação da piezoresistência com a temperatura dos filmes de DLC amorfo tipo a-C e a-C:H. Os resultados são comparados com os valores obtidos para filmes de óxido de índio dopados com estanho (ITO ou "Indium Tin Oxide") e com o silício mono e policristalino. Os primeiros dois filmes estudados apresentam uma estrutura amorfa e são eletricamente opostos um do outro, ou seja, o DLC é um material altamente isolante e o ITO um material altamente condutor. O uso de materiais amorfos como o DLC em dispositivos de esforços mecânicos é bastante recente e praticamente pouco usado pelas industrias nacionais como material adequado para a fabricação de elementos sensores piezoresistivos. Entretanto, o ITO é muito utilizado na indústria optoeletrônica mundial e em dispositivos e sensores ativos de esforços mecânicos para altas temperaturas. De outro modo, o silício mono e policristalino são de longa data empregados em transdutores de esforços mecânicos devido ao alto efeito piezoresistivo apresentado. Estes dois últimos materiais estão limitados a trabalhar

em ambientes de baixa temperatura devido aos problemas de junção. O efeito piezoresistivo está relacionado às deformações das bandas de energia quando os materiais são esforçados mecanicamente.

Apesar destes materiais serem estruturalmente diferentes pode-se dizer que, de forma geral, ambos apresentam uma dependência em suas propriedades em termos dos seguintes parâmetros: orientação cristalográfica; tipo e nível de dopantes; temperatura e efeitos relativos às propriedades mecânicas as quais estão relacionadas através das constantes mecânicas dadas pelo coeficiente de Poisson e o módulo de elasticidade, respectivamente<sup>1,2</sup>. Os parâmetros de processo influenciam significativamente nas propriedades finais dos materiais obtidos. Portanto, o conhecimento destes parâmetros permite projetar elementos sensores que podem ser compensados elétrica, térmica e mecanicamente visando obter um dispositivo transdutor com um excelente sinal elétrico de saída.

#### 1.1 Motivações e Objetivos

As motivações para a realização deste trabalho vêm do fato de que o mercado nacional de transdutores de pressão baseados no efeito piezoresistivo em materiais semicondutores ainda está em uma fase muito inicial e, portanto, pode ser potencialmente explorado do ponto de vista industrial. O fenômeno piezoresistivo em semicondutores já é de longa data aplicado e usado em filmes finos baseados em silício mono e policristalino, porém, ainda é pouco explorado em filmes que contém carbono em sua estrutura ou filmes classificados como DLC e suas diferentes variações ou para outros semicondutores amorfos compostos tais como: ITO, óxido de estanho (SnO) e óxido de zinco (ZnO).

O objetivo principal deste trabalho é implementar piezoresistores com DLC e com ITO, com filmes cuja estrutura seja amorfa e estudar as principais características em termos das propriedades mecânicas, térmicas e elétricas. Dentro desta perspectiva, um arranjo experimental é proposto para determinar a sensibilidade do material em função do esforço mecânico e da temperatura. Os resultados obtidos são comparados com os valores tradicionalmente aceitos para materiais semicondutores tais como: silício mono e policristalino.

#### **1.2 Justificativas**

O efeito piezoresistivo é amplamente empregado em transdutores que trabalham no domínio da energia mecânica e a convertem em elétrica. Os sensores fabricados com silício monocristalino estão limitados a trabalhar em ambientes de temperatura não muito elevada devido aos efeitos de junção, inerentes a este tipo de sensor. Estes sensores apresentam um fator de sensibilidade muito elevado quando comparado aos metais, silício policristalino e outros. O silício policristalino não apresenta efeitos de junção porque os piezoresistores ficam isolados por uma camada de óxido. Desse modo, estes dispositivos podem trabalhar em temperaturas mais elevadas e com um bom fator de sensibilidade aos esforços mecânicos.

Entretanto, nas últimas décadas, outros tipos de materiais vêm sendo investigados e alguns já são usados em ambientes de altas temperaturas e corrosivos onde os materiais convencionais não podem ser aplicados porque apresentam problemas relacionados a efeitos de junção, desgaste mecânco, inerência química e estabilidade térmica. Dentre os novos materiais estão os filmes do tipo diamante ou carbeto de silício (SiC) o DLC hidrogenado ou não o ITO entre outros. Porém, muitas das características elétricas, térmicas e mecânicas destes novos filmes ainda não estão bem caracterizadas. Assim, para determinar algumas das propriedades inerentes aos filmes de DLC e ITO depositados por pulverização catódica reativa para serem usados em sensores de esforços mecânicos, é proposto um arranjo experimental baseado no princípio de uma viga engastada ou "cantilever". Os resultados obtidos são comparados com aqueles propostos pela literatura para os diferentes materiais.

#### 1.3 Estrutura do Trabalho

Neste trabalho são apresentados os fundamentos para o projeto e caracterização de piezoresistores fabricados com filmes de DLC e ITO. Os resultados obtidos são confrontados com aqueles apresentados pela literatura, inclusive para o silício mono e policristalino.

O **CAPÍTULO 1** é uma introdução ao trabalho, discorrendo sobre a escolha do material como elemento sensor e apresentado, em forma de diagrama, o princípio de funcionamento de um sensor piezoresistivo de pressão.

No **CAPÍTULO 2** é apresentado o estado da arte dos filmes de carbono amorfos dopados e não dopados semelhantes ao diamante (DLC) onde os fundamentos teóricos norteadores deste trabalho são comentados. Neste capítulo são, brevemente estudados os principais polítipos de filmes de SiC e uma seção é dedicada ao estudo dos filmes de ITO. Na seqüência, são descritas as principais técnicas de deposição dos filmes e estudado o efeito piezoresistivo. Este estudo é importante pois serve como referencial para avaliar os filmes de DLC e compará-los com os demais filmes.

No **CAPITULO 3** são apresentadas as estruturas de teste (piezoresistores) de filmes de DLC e ITO e descreve os principais procedimentos experimentais para implementação e caracterização elétrica, térmica e mecânica dos mesmos.

No **CAPITULO 4** mostram-se os resultados de simulações numéricas de piezoresistores de filmes de DLC e é feito um estudo das formulações analíticas para transdutores piezoresistivos usando diafragmas quadrados e circulares. Neste capítulo, também são avaliados e comparados os resultados das caracterizações elétricas, térmicas e mecânicas de filmes de DLC e ITO

As principais conclusões são vistas no **CAPÍTULO 5** e no **CAPÍTULO 6** as propostas para futuros trabalhos.

#### 1.4 A Escolha do Material como Elemento Sensor

Nas últimas décadas diferentes tipos de filmes semicondutores têm sido explorados e usados na fabricação dos mais variados dispositivos, sejam eles elétricos, mecânicos, térmicos e óticos. Tradicionalmente, o silício mono e policristalino são os materiais mais usados para a fabricação de elementos sensores, em especial, aqueles que se baseiam no efeito piezoresistivo. Entretanto, outros materiais estão sendo investigados e usados em dispositivos que exigem rigoroso regime de funcionamento e, entre estes, os materiais com estrutura semelhante ao carbono denominados de DLC – "diamond-like carbon" (nome genérico que serve para descrever filmes muito diferentes uns dos outros e que pode incluir filmes cujas propriedades podem estar entre o grafite e o diamante livres ou não de átomos de hidrogênio) vêm ganhando destaques em aplicações clássicas do silício. A literatura apresenta diferentes nomenclaturas para definir estes filmes que contém carbono em sua estrutura.

Os filmes de DLC são estruturas metaestáveis e amorfas podendo, entretanto, incluir uma fase microcristalina e estão divididos em dois subgrupos denominados de DLC ou carbono amorfo (a-C) ou filmes de carbono tetraédrico – não hidrogenado (taC) e DLC ou carbono amorfo hidrogenado (a-C:H). A estrutura atômica destes filmes é composta por pequenos cristais na forma tetraédrica sp<sup>3</sup> ou planar sp<sup>2</sup> ou, ainda, sp<sup>1</sup>. O tipo de hibridação dos átomos de carbono diferencia o tipo de filme de maneira que é possível encontrar filmes com características do diamante (sp<sup>3</sup>), grafite (sp<sup>2</sup>) e DLC (nas três hibridações adquiridas pelo carbono). A figura 1 mostra, em forma de dois diagramas equivalentes, os possíveis tipos de carbono amorfo em função das concentrações de ligações sp<sup>2</sup>, sp<sup>3</sup> e de hidrogênio. Esta figura mostra, ainda, a composição da estrutura dos filmes que são distribuídas, nestes diagramas, conforme os métodos e parâmetros de deposição dos mesmos.



Figura 1. Diagrama de fase e classificação das propriedades dos filmes de DLC.

No diagrama mostrado na figura 1 pode-se ver que na parte inferior esquerda se encontram filmes de a-C com estruturas de grafite desordenadas e no ângulo direito do triângulo se encontram dois polímeros além de ligações C-C que não formam filmes, somente moléculas.

A variação das características físico-químicas do DLC está associada à concentração relativa da presença das hibridações de carbono de modo que a razão sp<sup>3</sup>:sp<sup>2</sup> rege a qualidade destes filmes, obtidos quando se utiliza hidrogênio como gás precursor, ou seja, quando se obtém filmes de carbono amorfo hidrogenado (a-C:H). A importância do hidrogênio no processo de deposição dos filmes é significativa porque possibilita ajustar as propriedades ópticas e elétricas removendo alguns defeitos e estabilizando a estrutura da rede do filme amorfo. A quantidade de hidrogênio presente durante o processo de deposição é responsável pela alta resistividade elétrica e pela estabilidade térmica apresentada, porém a presença de dopantes como nitrogênio pode mudar de forma significativa as propriedades elétricas dos filmes. Estas características indicam que os filmes de DLC apresentam um potencial atrativo para dispositivos sensores porque, dependendo dos métodos de obtenção, suas propriedades se assemelham em muito às do diamante, assegurando aos materiais excelentes propriedades mecânicas, elétricas e térmicas.

Os filmes de DLC hidrogenados são muito explorados em aplicações e ambientes que exigem do material coeficiente de fricção baixo ou uma alta resistência aos desgastes físico-químicos<sup>3</sup>. Outra área de interesse de aplicação

destes filmes hidrogenados ou com algum conteúdo de flúor é na obtenção de diferentes constantes dielétricas, k, para linhas de interconexões de circuitos integrados entre outras aplicações. Neste trabalho, procura-se investigar e explorar as potencialidades de uso destes filmes em aplicações que se baseiam no efeito piezoresistivo para desenvolver transdutores.

Outro material que vêm ganhando destaque em aplicações antes dominadas pelo silício é o ITO. Estes filmes são muito estudados e utilizados pela indústria de dispositivos optoeletrônicos, devido a suas características físicas de condutividade elétrica da ordem de

 $10^{-5} \Omega m^{-1}$  e alta transparência ótica maior do que 85 % na região da luz visível.

Diferentes técnicas de processamento<sup>7</sup> têm sido empregadas para obtenção destes filmes, as quais, permitem ajustar adequadamente a condutividade de acordo com aplicação que será dada aos dispositivos construídos.

Os filmes de ITO apresentam o efeito piezoresistivo dentro de uma ampla faixa de valores (-77 a –2) e são usados como elementos sensores em dispositivos de esforços mecânicos. A resposta deste material aos esforços mecânicos é comparável ao silício monocristalino tipo N e, em valores absolutos, ao tipo P apesar de possuir características de um material dopado degeneradamente tipo N<sup>4,5,6</sup> e não ter uma estequiometria claramente definida.

A degenerecência destes filmes se deve tanto as vacâncias de oxigênio quanto aos dopantes de estanho substitucionais na estrutura do material durante os processos de deposição. A concentração de portadores de carga está na faixa de  $10^{20}$ -  $10^{21}$  cm<sup>-3</sup> e a banda proibida deste semicondutor é da ordem de 3,5 – 4,3 eV permitindo alta transparência na região da luz visível e do infravermelho próximo. As propriedades elétricas são muito dependentes da composição dos filmes, parâmetros de deposição, pressão de oxigênio, temperatura de deposição e espessura. Desse modo, a resistividade está entre 2 – 4 x  $10^{-4}$   $\Omega$ .cm e se deve a posição do nível de Fermi acima da banda de condução. Recozimentos térmicos, em ambientes de nitrogênio, não produzem efeitos significativos nas respostas destes filmes<sup>6</sup>.

Os filmes de ITO apresentam uma estrutura amorfa muito complexa, entretanto, os mecanismos de condução podem, em muitos casos, serem entendidos fazendo-se comparações com os mecanismos de condução estabelecidos para materiais semicondutores cristalinos. Outras vezes, os mecanismos de condução são alternados e atribuídos aos processos de salto ou "hopping process" de estados estendidos de condução, quando os filmes apresentam uma baixa quantidade de oxigênio e, outras vezes, a processos de condução localizados e termicamente ativados, quando os filmes apresentam uma alta quantidade de oxigênio<sup>6</sup>.

O ITO é um forte candidato para o desenvolvimento de dispositivos de esforços mecânicos de forma direta ou quando depositados sobre diferentes superfícies porque é possível empregar técnicas de deposição envolvendo baixas temperaturas de substrato (<100°C). Os dispositivos feitos com silício geralmente são obtidos através de técnicas envolvendo altas temperaturas (> 900°C)<sup>8</sup>.

Neste trabalho os filmes de ITO são obtidos através da técnica de pulverização catódica reativa e são investigados em aplicações para dispositivos de esforços mecânicos baseados no efeito piezoresistivo.

### 1.5 Formas de Sensoriamento dos Transdutores Piezoresistivos

Converter energia entre os diversos domínios é a função fundamental dos sensores. Um sensor deve ser capaz de reagir a um determinado sinal e convertê-lo em outro tipo de sinal, normalmente, em um sinal elétrico. O sinal elétrico deve ser processado, amplificado, filtrado, digitalizado ou codificado e, dependendo da natureza do sistema, apresentado de forma adequada aos sentidos humanos. Um transdutor por sua vez é um dispositivo que converte um tipo de energia em outra se utilizando de um sensor, não necessariamente em um sinal elétrico. Um sensor muitas vezes pode ser constituído de um transdutor e uma parte que converte a energia resultante em um sinal elétrico.

No diagrama da figura 2 é ilustrado o funcionamento de um transdutor de pressão piezoresistivo e mostrado internamente, em forma reduzida, uma foto de um dispositivo fabricado com silício policristalino, colado sobre um niple de aço com as respectivas ligações elétricas.



Figura 2. Diagrama genérico em blocos do funcionamento de um sensor piezoresistivo de pressão.

Do ponto de vista dos domínios da energia, os sinais podem ser agrupados de diversas formas, porém, para caracterizar um transdutor no campo da instrumentação não é necessário considerar todas as formas de energia. Desse modo, para um propósito prático, as formas de energia são agrupadas dentro de seis domínios principais de sinais<sup>1</sup>. A energia elétrica é preferida como portadora do sinal sobre todas as outras formas porque se mostra muito versátil e está associada a componentes eletrônicos de baixo custo.

Quanto à representação dos mecanismos de conversão de uma forma de energia em outra, do ponto de vista dos sensores de interesse neste trabalho, os piezoresistivos, requerem uma fonte auxiliar de energia para sua excitação. Desse modo, uma corrente elétrica que flui através do sensor é modulada pelo esforço mecânico presente no diafragma e convertida numa tensão elétrica na saída, através da mudança da resistência do dispositivo sensível (efeito piezoresistivo)<sup>1</sup>.

Em um sensor de pressão piezoresistivo, o elemento sensível (diafragma) é a parte que responde diretamente às ações externas provocadas, tais como, a deformação e o esforço mecânico, sendo o elemento de transdução (piezoresistor) aquele que origina um sinal de saída. Este tipo de sensor apresenta uma vantagem inerente quando comparado a outros tipos porque pode incorporar tanto o elemento sensitivo como o elemento de transdução em uma única microestrutura, apresentando muitas funcionalidades específicas do próprio sensor constituído.

# 2 O ESTADO DA ARTE DA TECNOLOGIA DOS FILMES DE DLC E ITO

Neste capítulo é feita uma revisão sobre as principais características físicas dos diferentes tipos de filmes com estruturas similares àquelas apresentadas pelos filmes de carbono tipo DLC e uma seção é dedicada aos filmes de ITO. Evidenciamse as principais técnicas de obtenção destes filmes e as propriedades piezoresistivas que podem ser aproveitadas para desenvolvimento de transdutores de pressão ou dispositivos de esforços mecânicos.

### 2.1 Descrição dos Diferentes Tipos de Filmes para Dispositivos Transdutores

Os filmes de diamante são, normalmente, estruturas policristalinas cujos cristalitos possuem um tamanho da ordem de dezenas de micrômetros, fazendo com que a sua estrutura cristalina seja a mesma do diamante natural. Os filmes do tipo DLC, apesar de serem amorfos, podem se cristalizar em algum grau, dependendo do tipo de processo, quando bombardeados com íons de elevada energia. Lifshitz (1996)<sup>38</sup> mostra que certa ordem na estrutura pode ocorrer porém as propriedades de ambos os materiais são essencialmente peculiares. Os filmes de DLC exibem uma ampla faixa de propriedades entre as do diamante, grafite e a de polímeros com hidrocarbono. Além destas características, os filmes de DLC, quando comparados com os filmes de diamante, apresentam uma maior planaridade da superfície e, por isso, podem ser depositados a baixa temperatura e por uma área muito grande sobre praticamente qualquer tipo de substrato.

Os filmes cristalinos ou policristalinos de diamante apresentam o efeito piezoresistivo e são modelados de acordo com a teoria usual para silício mono e policristalino. De outro modo, os filmes de DLC por serem semicondutores amorfos apresentam baixa mobilidade com um banda de energia na faixa de 1 - 4 eV, sendo

fotoluminescentes na temperatura ambiente apresentando uma baixa afinidade eletrônica. A estrutura destes filmes é descrita pelo modelo de rede aleatória covalente completamente restringida com um arranjo tridimensional de seis anéis associados, os quais contêm de 17 - 61 at.% de ligações de hidrogênio. Esta estrutura é modelada como uma rede de átomos de carbono ligados de forma covalente para as diferentes hibridações numa escala da ordem de 1 nm. Neste modelo é descrita tanto a estrutura dos filmes DLC como a dos taC governadas pela energia das ligações  $\pi$  dos sítios sp<sup>2</sup>. Estas ligações do carbono sp<sup>2</sup> contribuem para aglomerar estes sítios maximizando a energia das ligações e permitindo a formação de seis anéis planares fechados "aromáticos", os quais são fundidos dentro de grandes aglomerados na forma de grafite, resultando em uma estrutura par. Estas estruturas são relativamente pequenas e a energia ganha durante sua formação aumenta o tamanho dos aglomerados, porém, não é este o mecanismo que explica o bandgap destes aglomerados de filmes do tipo DLC. Este mecanismo é controlado pelas distorções destes aglomerados e não pelo seu tamanho, de maneira que o bandgap óptico de todos os tipos de DLC hidrogenados ou não depende, principalmente, da fração de hibridações sp<sup>2</sup> nestes filmes, diminuindo com o aumento destas. Assim, por exemplo, filmes não hidrogenados tipo taC possuem uma fração muito pequena de sp<sup>2</sup> deixando a estrutura de rede muito rígida. De outro modo, os filmes de DLC hidrogenados apresentam uma rede polimérica muito suavizada e, quando se compara os bandgaps dos dois tipos de materiais, verifica-se que eles possuem certa similaridade<sup>39</sup>.

A incorporação de impurezas nos diferentes tipos de filmes, assim como no silício ou no SiC, permite controlar as suas propriedades e isto não é diferente para os filmes de DLC ou ta-C que, além de possuírem estrutura com carbono e/ou hidrogênio, podem incluir nitrogênio, ou seja, são filmes com alguma configuração do tipo CN<sub>x</sub> ou também denominados N-DLC (DLC nitrogenado).

Em filmes tipo a-C:H depositados por RF-PECVD é possível usar gases tipo PH<sub>3</sub> (fosfina) ou B<sub>2</sub>H<sub>6</sub> (diborana) como dopantes misturados ao gás CH<sub>4</sub> (metano) durante o processo de deposição ou mesmo uma fonte sólida tipo B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (trióxido de boro). Neste caso, este dopante é dissolvido em um composto orgânico para mudar a resistividade dos filmes que pode estar na faixa de  $10^6 - 10^{14} \Omega$ cm. Nestes filmes o dopante não ocupa uma posição substitucional na estrutura de rede e o efeito destes

na condutividade elétrica é mais bem observado em temperaturas da ordem de 325ºC.

Outros filmes de DLC podem receber como impurezas o próprio silício e são conhecidos como Si-DLC. Quando se usa flúor os filmes são conhecidos como o DLC-F e quando se usam átomos de diferentes metais, tais como: Ta, Ti, os filmes passam a ser denominados de MeDLC. Todas estas modificações procuram otimizar de algum modo alguma propriedade do filme produzido. Assim, por exemplo, para reduzir o esforço mecânico interno de compressão pode-se introduzir durante os processos de obtenção dos filmes N, Si, metais e para reduzir mais a energia da superfície e os coeficientes de fricção dos filmes usa-se F, Si, O.

A incorporação de silício nos filmes é capaz de reduzir a taxa de corrosão dos filmes de DLC quando plasma de oxigênio é usado. A incorporação de silício serve, ainda, para controlar a parada da corrosão ou "etch stop" em filmes de DLC não dopados e a incorporação de nitrogênio aumenta as propriedades de emissão de campo para ambos os filmes do tipo a-C:H e ta-C (hidrogenados e não hidrogenados).

Quando se incorporam diferentes metais na estrutura dos filmes como, por exemplo, no processo em que se combinam etapas de pulverização catódica reativa com a técnica de implantação de íons por fonte de plasma – PSII sugeridos pela literatura<sup>43</sup> - é possível modificar as propriedades elétricas destes filmes de modo a reduzir drasticamente a resistividade elétrica por mais de quatro ordens de grandeza  $(10^1 - 10^{-4} \ \Omega.cm)$ , medida pelo método de quatro pontas. Outras conseqüências da adição de metais nos filmes de DLC é que a composição e a estrutura dos mesmos alteram-se quando as condições de deposição são mudadas, de modo que o filme amorfo contendo metal pode passar a ter uma estrutura de SiC - carbeto cristalino apresentando também uma melhor resistência ao desgaste mecânico.

Tibrewala et al. (2006)<sup>37</sup> mostra que, usando a técnica de pulverização catódica reativa dupla em média freqüência (20 - 100 kHz) em um ambiente com argônio e livre de hidrogênio é possível obter a partir de alvos de C e Cr, um filme de DLC ou semelhantes a CN<sub>x</sub> com características mecânicas, tais como: microdureza superiores aos filmes tipo a-C:H e a-C obtidos pelas técnicas convencionais de pulverização catódica reativa DC. Também é mostrado que existe uma forte dependência do fluxo e da energia de bombardeamento dos íons durante o crescimento dos filmes mesmo usando esta técnica.

Os dispositivos fabricados com estes materiais e usando diferentes técnicas são utilizados em ambientes cuja temperatura é muito elevada ou exigem alta resistência ao desgaste e a corrosão química.

### 2.2 Características dos Filmes com Estruturas Semelhantes ao Diamante

O comportamento piezoresistivo dos materiais semicondutores comumente usados como o silício monocristalino e o silício policristalino são conhecidos já de longa data e muitos dispositivos foram fabricados aproveitando-se algumas de suas propriedades físicas. Entretanto, nas últimas décadas cresceram as pesquisas sobre novos materiais e uma atenção especial foi dada a uma cerâmica denominada SiC – carbeto de silício também conhecida como um material abrasivo. Os filmes de SiC podem crescer em diferentes formas cristalinas chamadas de polítipos e exibir um polimorfismo (capacidade que o material possui para se cristalizar em diferentes estruturas de rede), de modo que, os cristalitos apresentam diferentes polítipos e passam a diferir uns dos outros somente pela següência de empilhamento em uma direção (da célula unitária cristalográfica) em relação ao empilhamento de estruturas fundamentais básicas através de uma dupla camada<sup>54</sup>. Cada camada consiste de dois planos fechados envolvendo átomos de Si e C onde cada átomo de Si está posicionado diretamente sobre um átomo de C e cada uma das duplas camadas é sucessivamente empilhada uma sobre a outra formando um arranjo fechado tipo tetraedro. Apesar do número de polítipos ser alto, acima de 250, existem somente três tipos de estruturas unitárias de rede, ou seja, cúbica (C), hexagonal (H) e romboédrica (R) que são exploradas em dispositivos de interesse prático na área de Sistemas Micro Eletro Mecânicos (MEMS) e, em especial, na fabricação de transdutores piezoresistivos.

Os dois politipos mais comuns são o 3C-SiC conhecido como beta-SiC ( $\beta$ -SiC) que apresenta somente uma estrutura cúbica e pode ser crescida epitaxialmente sobre substrato de silício, mostradas na figura 3 e 4H-SiC e o 6H-SiC, conhecidos como ( $\alpha$ -SiC), que possuem uma estrutura hexagonal, mostradas na

figura 4. Nestas estruturas é possível um arranjo da rede cristalina de cerca de 70 hexágonos e 170 romboédricos.



Figura 3. Representação de estruturas cúbicas fundamentais do SiC.



Figura 4. Representação de estruturas hexagonal fundamentais do SiC.

Apesar de existirem dispositivos fabricados com os mais diferentes polítipos de SiC e de silício mono e policristalino, os filmes semelhantes ao diamante – DLC amorfos e hidrogenados estão recebendo uma atenção muito especial pois possuem características da estrutura diamante com compatibilidade biológica e têm a capacidade de trabalhar em ambientes severos e de altas temperaturas. Os filmes tipo diamante apresentam algumas limitações em termos de obtenção, tais como: (1) são obtidos por processos que exigem temperatura muito elevada da ordem de 900°C, limitando a escolha do substrato; (2) existem dificuldades em se obter filmes com boa planaridade da superfície, principalmente para diamante policristalino; (3) existem dificuldades na deposição destes filmes sobre grandes superfícies de forma uniforme; (4) é difícil obter uma taxa de crescimento de filmes de diamante cristalino em grandes proporções<sup>62</sup>.

Existe uma variedade de métodos e técnicas de obtenção de filmes com características semelhantes ao diamante e de forma ambígua podem ser usadas as nomenclaturas: DLC, a-C, a-C:H, ta-C, a-D, i-C ou mesmo carbono duro para classificar os diferentes tipos de filmes ou, ainda, diferentes nomes são usados para classificar filmes que muitas vezes são similares<sup>38</sup>. Apesar de existirem muitas técnicas para caracterização dos diferentes filmes, existe, ainda, uma controvérsia quanto: a estrutura do filme obtido, amorfo/cristalina; energia ótima para a formação de filmes ricos em ligações do tipo sp<sup>3</sup> e efeitos da temperatura do substrato sobre as propriedades do filme. O conhecimento básico dos parâmetros de deposição dos diferentes filmes indica que os mecanismos que governam o crescimento destes são similares, independentemente dos métodos utilizados.

Neste trabalho estão sendo estudados filmes que conservam as propriedades características dos filmes de diamante, ou seja, com alto índice de ligações sp<sup>3</sup> e com estrutura β-fase – amorfos genericamente denominados DLC. Estes materiais são uma alternativa aos demais materiais semicondutores geralmente empregados em dispositivos sensores e são filmes obtidos por pulverização catódica reativa<sup>27,64</sup>.

Um modelo estrutural esquemático dos filmes de a-C:H é mostrado na figura 5. Este tipo de estrutura ainda continua sendo objeto de estudos mas é possível observar, neste modelo, que os círculos hachurados representam átomos de carbono sp<sup>3</sup> ligados de maneira tetraédrica a quatro outros átomos. Já os círculos pretos representam átomos de carbono sp<sup>2</sup> ligados em forma de triângulos a três outros átomos e os círculos pequenos vazios representam os átomos de hidrogênio.



Figura 5. Modelo estrutural do a-C:H.

Uma das características principais dos filmes de a-C:H é que os átomos de carbono sp<sup>2</sup> suportam um determinado tipo de agrupamento de modo que, um átomo de carbono sp<sup>2</sup> isolado comporta-se como um radical livre, dois átomos adjacentes formam uma dupla ligação- $\pi$  (C=C) ou, ainda, os átomos de carbono sp<sup>2</sup> podem formar também um anel aromático conforme é mostrado na figura 5. Estes átomos estão presentes na estrutura como um grande agrupamento semelhante a grafite dentro do filme e espacialmente isolados uns dos outros de modo que as características dos filmes sejam de alta resistividade elétrica. Na tabela 1 são mostrados os tipos de ligações entre os átomos de carbono resumindo as hibridizações formadas.

	sp <sup>3</sup>	sp²	sp <sup>1</sup>
ligações	4 σ	3σe1π	2σe2π
geometria	tetraédrica	triagonal	linear
ângulos	109º28'	12 <mark>0º</mark>	18 <mark>0⁰</mark>

Tabela 1. Características e ligações do carbono.

A presença dos estados  $\pi$  nos filmes é gerada por ligações mais fracas do que os estados  $\sigma$  encontrando-se mais próximas do nível de Fermi e, consequentemente, exercendo uma forte influência no gap óptico do filme.

O comportamento piezoresistivo dos filmes de diamante é muito recente na literatura e o comportamento piezoresistivo dos filmes de DLC tipo a-C:H é, ainda, pouco explorado. Tibrewala et al.  $(2006)^{37}$ , integraram piezoresistores tipo extênsometros ou "strain-gauge" em substrato de silício evidenciando algumas das principais propriedades associadas a este material quando usado em transdutores de esforços mecânicos. Entre estas propriedades está o efeito da sensibilidade mecânica e o comportamento elétrico dos piezoresistores com a temperatura limitada a faixa de  $23^{\circ}C - 60^{\circ}C$ .

Tanto os filmes tipo SiC como os filmes de DLC apresentam, de algum modo, o efeito piezoresistivo com alguma magnitude. Este efeito pode ser otimizado quando se adequa algum dos muitos métodos de obtenção dos filmes. A estrutura destes materiais e as características físicas e químicas mudam com as condições de deposição<sup>40</sup>.

A origem do efeito piezoresistivo nos filmes de DLC pode ser descrito como uma composição de aglomerados sp<sup>2</sup> de forma irregular em uma matriz isolante sp<sup>3</sup>

conforme ilustra a figura 6. Neste modelo, os aglomerados ou "clusters" com energia de ligação  $\pi$  não-local criam condições para as ligações sp<sup>2</sup> formarem os primeiros pares e, posteriormente, formarem as ligações C-C (etileno) as recombinações das ligações formam então anéis hexagonais como no benzeno. Finalmente, as aglomerações formam "clusters" grafíticos dentro da matriz sp<sup>3</sup>. Na figura 6 o tamanho dos aglomerados são indicados por s que é relativamente grande e a distância entre dois aglomerados é indicada por d que é típica de tunelamento. Analogamente ao modelo de muitos vales ou "many valley" para o silício onde os elipsóides de energia são deformados guando um esforço mecânico é aplicado, neste modelo para o a-C:H observa-se que, quando uma tensão mecânica é aplicada sobre o piezoresistor, o valor da distância entre dois aglomerados sp<sup>2</sup> aumenta e, consequentemente, o valor da piezoresistência também aumenta. De outro modo, quando uma tensão mecânica de compressão é aplicada, a distância entre os aglomerados deve diminuir, de modo que o valor da piezoresistência acompanha esta diminuição. O efeito piezoresistivo descrito deste modo segue o modelo que explica o fator de sensibilidade ou "gauge factor" em resistores de filme espesso<sup>50</sup>, os quais apresentam uma relação empírica entre o valor da resistência elétrica e a sensibilidade dada por  $GF \propto \ln R$ , na temperatura ambiente com valores típicos de resistência da ordem de 10 k $\Omega$  – 1 M $\Omega$ . De acordo com esta relação empírica, os materiais muito resistivos (ordem  $>10^{9}\Omega$ ) devem também apresentar altos valores de GF e isto é o que se espera de filmes não dopados de a-C:H estudados.



Figura 6. Modelo para o filme de DLC. (a) sem esforço mecânico e (b) com esforço mecânico.

Porém, devido às características e semelhanças existentes entre os diferentes filmes, é possível aproximá-los aos modelos equivalentes aos do silício com estrutura cúbica e modelar um elemento sensor de forma muito prática. Este modelamento é feito, na seqüência deste trabalho, com a adequação das equações usuais para os sensores feitos de silício monocristalino.

#### 2.3 Estrutura das Bandas de Energia dos Filmes de DLC

Nos semicondutores cristalinos a banda de energia apresenta bordas bem definidas formadas por estados estendidos e com coerência de fase cujo caminho médio dos portadores de carga é infinito. Os baixos índices de defeitos da estrutura de rede permitem definir um gap de energia de maneira precisa.

De outro modo, nos semicondutores com características amorfas é comum se falar em "gap óptico" ao invés de simplesmente, "gap de energia" porque não existe um "gap" verdadeiro. O "gap ótico" é uma medida aproximada da largura da pseudo banda proibida (região entre a banda de valência e de condução) e permite fazer comparações entre amostras, tratando os materiais amorfos similarmente aos cristalinos. O "gap ótico" não possui o mesmo significado físico de banda de energia porque também não se conhece exatamente o modelo de banda de energia<sup>2</sup>. Nestes materiais as bandas de energia não apresentam uma borda bem definida e são formadas por uma espécie de cauda cujo caminho médio dos portadores de carga é finito.

Diante das considerações acima, é possível afirmar que os diferentes polítipos de SiC, mostrados na tabela 2, adaptada das referências<sup>3,47,49</sup> são, na verdade, diferentes materiais semicondutores cada um com diferente estrutura de banda e peculiar valor do gap de energia. Para fins de comparação incluem-se, nesta mesma tabela, os filmes de DLC e de ITO atribuindo-se aos mesmos as características correspondentes a um filme cuja banda de energia é a de um material com "gap" direto devido ao pequeno coeficiente de absorção óptica  $\alpha = 10^{-4} cm^{-1}$ .

Estrutura/Politipo	Mínimo bandgap de energia indireto [Ev]	Mínimo bandgap de energia direto [Ev]
3C	2,39	5,3
4H	3,26	-
6H	3,02	-
DLC (a-C e a-C:H)	-	0,6-1,2
ITO	-	3

Tabela 2. Gap de energia para os diferentes materiais.

O "gap óptico" caracteriza perfeitamente a absorção ótica em filmes de a-C:H e esta banda proibida pode ser alterada variando-se o conteúdo de hidrogênio ou, ainda, é possível controlar esta banda através do ajuste da temperatura de deposição ou controlar os processos de recozimento térmico após a deposição dos filmes. Portanto, a banda proibida de filmes de carbono amorfo está relacionada às ligações  $\pi$  dos aglomerados sp<sup>2</sup> que estão próximas ao nível de Fermi em oposição aos estados  $\sigma$  e diminui com o aumento do tamanho dos aglomerados sp<sup>2</sup> de acordo com Tibrewala et al. (2006)<sup>47</sup>.

As propriedades dos filmes amorfos tipo a-C:H dependem muito da distribuição da energia dos estados localizados no "gap" e determinam a eficiência da dopagem dos filmes, transporte e recombinação dos portadores de carga e o perfil do potencial das regiões de carga espacial nos dispositivos fabricados. Assim, em materiais amorfos aparecem estados localizados no topo da banda de valência e na parte inferior da banda de condução. Os estados surgem das variações do potencial devido às flutuações do ângulo das ligações, ângulo diedro e do comprimento das ligações existindo, ainda, estados mais profundos devido aos defeitos na rede amorfa, tais como, ligações insaturadas e impurezas. As ligas amorfas hidrogenadas apresentam a propriedade de possuir uma densidade de defeitos muito maior que o a-Si:H, influenciando de forma significativa o desempenho dos dispositivos eletrônicos fabricados. Alguns pesquisadores verificaram que a alta diluição de hidrogênio nas misturas gasosas de CH<sub>4</sub> e silana, por exemplo, pode diminuir a desordem intrínseca de defeitos e melhorar as propriedades óptico-eletrônicas dos filmes depositados.

Em materiais amorfos existem diferentes mecanismos de condução. Nestes materiais os elétrons podem ser conduzidos nos estados estendidos da banda de condução de tal modo que a condutividade em regime AC torna-se praticamente constante em função da freqüência uma vez que os elétrons respondem muito
rapidamente a aplicação do campo elétrico. Um segundo regime de condução envolve elétrons saltando entre os estados localizados perto das bordas da banda de condução e, finalmente, um terceiro mecanismo de condução envolve os elétrons saltando entre os estados próximos à energia de Fermi. No segundo e no terceiro mecanismo de condução a condutividade elétrica tem uma dependência com a freqüência. Na figura 7 é mostrado um diagrama da densidade de estados em função da energia dos elétrons para materiais com estrutura cristalina e amorfa, respectivamente.



Figura 7. Diagrama da densidade de estados para diferentes filmes.

Na figura 8 é mostrada a estrutura eletrônica de um semicondutor amorfo e compreende os estados estendidos, os estados de cauda das bandas e os estados de defeitos profundo da banda proibida de energia. Estes estados profundos se devem aos defeitos da rede estrutural, atribuídos a presença de ligações incompletas.



Figura 8. Esquemático da distribuição de estados em semicondutores amorfos tipo a-SiC:H.

Vários fenômenos de condução elétrica podem acontecer quando um material amorfo tipo a-C:H é colocado entre um contato metálico e um contato feito de material semicondutor uma vez que, neste caso, é formada uma heteroestrutura tipo Me/a-C:H/Si, se o substrato for o silício. Neste caso, elétrons, lacunas e íons podem migrar dando origem ao transporte de cargas. Na literatura é mostrado que é possível dividir os mecanismos de condução nestes filmes de dois modos:

- a) Mecanismo de condução limitada pela barreira (Schottky e tunelamento). A condução é limitada pela transferência de carga do contato para o filme porque este mecanismo opera na interface contato/filme. Neste caso, a carga apresenta pouca dificuldade em migrar para o outro eletrodo após ser injetada.
- b) Mecanismo de condução limitado pelo corpo. A condução dos portadores de carga se dá também por emissão Schottky e tunelamento. Neste caso, um número suficiente de portadores de carga é injetado na banda de condução dos filmes. Porém, estes portadores apresentam certa dificuldade em alcançar o outro eletrodo devido à limitação do transporte de cargas pelo corpo do filme (que é altamente resistivo). Na literatura é mostrado, ainda, que existem outros mecanismos como, por exemplo, de cargas intrínsecas, condução

limitada pela região de domínios de cargas espaciais e condução Poole-Frenkel.

A análise feita através da estrutura de banda dos diferentes filmes permite dizer que, se os filmes de DLC forem comparados aos filmes de SiC verifica-se que estes últimos não são muitos eficientes na fabricação de dispositivos eletro-ópticos, devido ao seu tipo de banda proibida.

#### 2.4 Características dos Filmes com Estruturas Amorfas tipo ITO

O ITO – "Indium Tin Oxide" é um semicondutor com características amorfas degeneradamente dopado e com uma ampla banda proibida, baixa resistividade (~  $10^{-4} \Omega$ .cm), energia de ativação média de (~ 1,5 eV), coeficiente de Poisson de (~ 0,35) e módulo de elasticidade da ordem de (~ 98 GPa)<sup>79</sup>. Estes filmes exibem efeito piezoresistivo comparável ao de um simples cristal de silício tipo N ou mesmo a filmes de Ge amorfo obtidos por técnicas de evaporação. Neste caso, estes últimos apresentam uma resistividade de (~  $10^2 - 10^3 \Omega$ .cm) e um GF de (- 4 a - 8)<sup>6</sup>. Ambos os filmes podem ser usados como elementos sensores para dispositivos transdutores de esforços mecânicos.

As propriedades elétricas, térmicas e mecânicas dos filmes de ITO dependem da natureza física dos filmes incluindo as seguintes características estruturais: cristalinidade, nível de impurezas (ou dopante), defeitos estruturais, uniformidade, estequiometria e técnicas de deposição. Estes filmes podem ser depositados por diferentes técnicas: evaporação e pulverização catódica reativa DC e RF e, como o DLC, podem apresentar uma considerável variação em suas propriedades finais<sup>78</sup>.

Na literatura é mostrado que é muito difícil fazer uma clara distinção entre um sólido amorfo e um sólido cristalino porque os cristais são muito pequenos. Mesmo os materiais amorfos possuem uma curta faixa de ordem na escala de comprimento atômico, devido à natureza de suas ligações químicas. Entretanto, uma das vantagens dos filmes amorfos como a-Si, a-Ge, DLC e o próprio ITO, é que eles

podem ser depositados sobre uma área muito grande e dopados com diferentes materiais de forma semelhante aos materiais com estrutura cristalina.

Os filmes de ITO são depositados apresentando regiões com distintas características físicas e elétricas de forma muito semelhante aos filmes de DLC amorfo. Durante os processos iniciais de deposição ocorrem nucleações em muitos sítios sobre a superfície do substrato, começam a aparecer pequenos aglomerados ou "clusters" e estes vão aumentando a sua área até que o filme seja completamente formado. Os tamanhos das ilhas formadas aumentam a medida que a espessura do filme vai aumentando, ao mesmo tempo em que a distância entre as ilhas também vai diminuindo. Estes filmes crescem com uma alta taxa de deposição, associadas com um enriquecimento da mobilidade dos átomos e dos aglomerados com o aumento da energia de superfície.

Diferentes modelos têm sido propostos para explicar o comportamento elétrico deste material. No modelo proposto por Volger<sup>75</sup> os filmes são condutores não homogêneos formando uma seqüência de material conectada por domínios homogêneos de alta e baixa condutividade sem apresentar uma região de espaçocarga. A largura da fronteira do grão, de baixa condutividade, é praticamente desprezível quando comparada a região de alta condutividade dominada pelo próprio grão. Existem certas controvérsias a respeito deste modelo, uma vez que, dependendo do processo de obtenção dos filmes, os mesmos não apresentam camadas perfeitas e livres de defeitos. As fronteiras dos grãos são dominantes e de aspecto colunar com estrutura de grãos cilíndricos muito similares a estrutura de crescimento dos filmes de silício policristalino. Estas fronteiras resultam de ligações pendentes na barreira de potencial e são responsáveis pelo transporte dos portadores de carga. Neste caso, estas barreiras aumentam a resistividade do semicondutor comparativamente aos cristais de silício.

No modelo proposto por Petritz<sup>75</sup> o mecanismo de transporte dos portadores de carga está baseado no efeito de emissão termiônica e ocorre de grão para grão do material. Neste caso, a resistividade total é obtida pela soma média das resistividades entre os grãos e as fronteiras dos grãos. Este modelo é ampliado através do modelo de armadilhamento das fronteiras dos grãos, no qual, os sítios de armadilhamento ativo são responsáveis pela captura dos portadores livres de carga. Estes estados de carga tornam-se barreiras de potencial limitando o transporte dos portadores entre os grãos. Entretanto, a literatura mostra que os efeitos de baixa

resistividade nos filmes de ITO não são completamente claros e, provavelmente, se devem em parte a complexa estrutura da célula unitária do cristal de  $In_2O_3$ , o qual consiste de 80 átomos e a complexa natureza dos mecanismos de condução associados a estes filmes. A natureza amorfa dos filmes e a complexa estrutura possibilitam fazer comparações com as teorias de condução em filmes semicondutores cristalinos. Outras vezes, é possível atribuir a estes filmes os mecanismos de condução alternando entre um "hopping process" de estados estendidos de condução, quando os filmes possuem uma baixa quantidade de oxigênio, para um processo de condução localizado e termicamente ativado quando os filmes possuem uma alta quantidade de oxigênio<sup>6</sup>.

Os filmes de ITO têm sido muito estudados como condutores transparentes (~90 %) voltados ao desenvolvimento de mostradores de cristal líquido, tais como: "Liquid Cristal Display" (LCDs), "Electroluminescent Display" (ELDs) ou "Electrochromic devices" (ECDs) e material de substrato para células solares<sup>4,77</sup> de forma muito semelhante aos filmes e ligas de silício amorfo, carbeto de silício amorfo - a-SiC ou a-Si<sub>1-x</sub> C<sub>x</sub>:H que também são empregados em dispositivos eletrônicos, tais como: transistores de filme finos (TFTs), mostradores de cristal líquido e também em células solares. Gregory et al. (2001)<sup>5</sup> mostra que sensores de deformação mecânica baseados em óxidos semicondutores tais como: óxido de índio (IO) e ITO foram desenvolvidos para trabalhar em ambientes oxidantes e em elevadas temperaturas, da ordem de 1000 °C – 1500 °C. Os elementos sensores feitos destes filmes exibem um grande fator de sensibilidade mecânica (GF) -12 a -77 e, como nos semicondutores, apresentam uma grande variação no coeficiente de temperatura da resistência (TCR). Neste caso, o elevado TCR pode comprometer o dispositivo se o mesmo for um sensor de deformação mecânica estático. Portanto, é necessário compreender os mecanismos térmicos destes filmes visando a sua otimização em dispositivos sensores.

Neste trabalho, os filmes de ITO foram depositados pela mesma técnica que os filmes de DLC amorfo utilizando o processo de pulverização catódica reativa descrito nas seções a seguir. Estes filmes também são caracterizados elétrica, térmica e mecânicamente e os resultados servem como parâmetro de comparação e validação da técnica de caracterização dos filmes de DLC, apesar dos filmes possuírem características eletricamente opostas. A resposta piezoresistiva no ITO depende fortemente das alterações da estrutura das bandas de energia quando o material sofre deformações mecânicas. As dependências das alterações dimensionais do material pouco influenciam na sensibilidade final do dispositivo. Assim, o grande efeito piezoresistivo reportado para este tipo de material tem sido atribuído às mudanças significativas da mobilidade e da concentração de dopantes quando o elemento sensor sofre deformações mecânicas<sup>53</sup> de forma muito semelhante aos filmes de DLC.

#### 2.5 Revisão das Técnicas de Obtenção de Filmes de DLC

Nesta seção são vistos, de forma muito simplificada, alguns dos métodos freqüentemente empregados para a deposição de filmes semelhantes ao diamante – DLC.

Basicamente, os processos de deposição dos filmes podem ser divididos em duas categorias: (a) as que utilizam um gás precursor como fonte de íons e átomos (b) as que utilizam um alvo sólido. Entretanto, a combinação destas duas técnicas também é empregada para estes objetivos.

#### 2.5.1 Processo de Deposição Usando Gás Precursor

Neste tipo de processo o princípio básico consiste em ionizar gases precursores que contém hidrocarbonetos tais como: metano, acetileno, butano, benzeno, hexeno entre outros gerando um plasma formado por íons positivamente carregados e elétrons. Este plasma pode ser gerado por uma fonte de excitação que pode ser de corrente contínua – DC ou de rádio freqüência – RF ou, ainda, de elétrons de ressonância ciclotrônica – ECR.

A diferença fundamental entre os plasmas produzidos por DC e por RF é que no primeiro é usada uma tensão polarizada constante visando produzir uma tensão de ruptura e no segundo usa-se uma fonte de tensão variada em freqüência – (13,56 MHz) para a produção do plasma. Em geral, os reatores a plasma podem usar dois tipos de fontes, o acoplamento elétrico capacitivo e o acoplamento elétrico indutivo. No primeiro caso, o substrato é posicionado no eletrodo com carga negativa e, no segundo caso, ocorre o acoplamento indutivo.

#### 2.5.2 Processo de Deposição Usando Alvo Sólido

Neste tipo de processo o princípio básico consiste em bombardear o alvo sólido de carbono com íons extraídos do plasma concentrado próximo à superfície deste alvo. Este processo é conhecido como pulverização catódica ou "sputtering".

Geralmente, utiliza-se o gás argônio devido a sua alta massa molecular e inércia química, na geração deste plasma. O gás é injetado no interior da câmara, sofre ionização através dos eletrodos de polarização e move-se em direção ao alvo sólido. Os átomos são ejetados da superfície do alvo, devido à colisão dos íons. Finalmente, os átomos arrancados são em parte direcionados para o substrato e se depositam para formar o filme, neste caso, de DLC.

O processo contínuo de deposição, acima descrito, pode ser em parte otimizado utilizando-se imãs posicionados atrás do alvo sólido concentrando o plasma próximo ao catodo e permitindo uma melhora significativa na taxa de deposição dos filmes<sup>71</sup>.

#### 2.5.3 Processos Combinados de Deposição de Filmes de DLC

Filmes de carbono tipo diamante amorfo hidrogenado (a-C:H) são freqüentemente produzidos pela combinação das técnicas acima descritas, ou seja, combinando os processos que utilizam alvos sólidos com os processos que utilizam hidrocarbonetos como fonte de íons. Esta técnica é usualmente denominada de "RF magnetron sputtering" ou simplesmente "magnetron sputtering" e consiste em remover os átomos de carbono do alvo por meio do impacto dos íons de argônio presente na superfície do alvo. Os átomos ejetados movem-se em direção preferencial do posicionamento do substrato e, simultaneamente, uma tensão é aplicada para gerar o plasma que excita e ioniza as moléculas do gás presente no processo e que foram inseridas junto com o gás inerte. Desse modo, as espécies produzidas e que contém carbono se depositam no substrato juntamente com os carbonos arrancados do alvo sólido. A composição do plasma formado é fortemente influenciada pela composição dos gases e varia com as pressões parciais aplicadas neste processo.

Na descarga do "sputtering" o plasma é usado para gerar a energia de ativação química dos gases precursores que pode ser, por exemplo, (CH<sub>4</sub>/Ar). Entretanto, a reação na câmara produz, também, radicais cujos íons desta decomposição química, são originados pelo impacto dos elétrons os quais são absorvidos pelo substrato completando o processo de deposição do filme. Neste processo o hidrogênio é incorporado ao filme mas é possível também incorporar o gás nitrogênio durante o crescimento destes filmes aumentando-se gradativamente a pressão de N<sub>2</sub> dentro da câmara de deposição.

Um mecanismo preferencial da dissociação do  $CH_4$  (metano) é produzido de acordo com o seguinte processo de excitação:  $CH_4 + e \rightarrow CH(A^2\Delta) + H_2 + H + e$ , mostrando que os gases percurssores são absorvidos sobre a superfície do substrato e permitindo que o mesmo incorpore uma considerável quantidade de hidrogênio em sua estrutura. Assim, os radicais neutros de  $CH_n$  (n=1-3) estão associados a deposição dos filmes de DLC. De outro modo, as espécies de  $CH^+$  são responsáveis pela formação dos filmes de diamante<sup>36</sup>. O processo de "magnetron sputtering" é uma das técnicas mais usadas para a deposição de filmes multicamadas. A deposição em multicamadas permite aumentar a adesão dos filmes e a resistência mecânica das camadas superiores, bem como, manter um coeficiente de fricção baixo. Neste processo é possível, ainda, controlar parâmetros de deposição como temperatura, espessura dos filmes e composição dos gases<sup>36</sup>.

Utilizando-se outras técnicas como, por exemplo, a APCVD – Deposição de Vapor Químico Assistido por Plasma em regime DC ou RF é possível obter filmes de DLC com as seguintes características: baixo coeficiente de fricção e boa estabilidade química. Estas características fazem com que os filmes amorfos e hidrogenados sejam aplicados em revestimentos ópticos, além de serem usados em sensores de temperatura e pressão<sup>37,45</sup>. Os filmes de SiC quando produzidos a baixa temperatura,  $\theta < 500 \ ^{\circ}$ C, são amorfos e a obtenção de um filme com características cristalinas exige processos de alta temperatura, limitando seu uso em algumas aplicações práticas. Um modo alternativo para obter estruturas com características policristalinas é fazer um recozimento térmico das camadas amorfas depositadas sobre substrato de silício.

Existem diferentes processos, métodos e tecnologias para obtenção de filmes de DLC que podem ser usados na fabricação de piezoresistores e que podem envolver baixa temperatura<sup>3,45</sup>. Estas diferentes tecnologias indicam que muitos dos sistemas possuem uma complexa natureza relacionadas a pureza do feixe e a natureza das espécies que bombardeiam o alvo, a energia e a distribuição da velocidade das espécies e a pressão durante o processo de deposição destes filmes. Lifshitz (1996)<sup>38</sup> mostra que os filmes comumente chamados de DLC livres ou não de hidrogênio são muito diferentes uns dos outros variando de acordo com a maneira como a energia é transferida e de como os parâmetros de processo são controlados.

Diante das considerações acima se observa que filmes de carbono amorfo hidrogenados são muito promissores para a área de sensores piezoresistivos e poderão substituir os materiais tradicionalmente usados para este fim. A técnica de "magnetron sputtering" é um método muito atrativo devido à alta taxa de deposição dos filmes, o baixo custo, a baixa temperatura de deposição (< 150 °C) e a boa aderência dos filmes ao substrato<sup>41</sup>.

# 2.6 Descrição Geral das Técnicas de Processamento de Filmes de DLC para Transdutores de Pressão

Em seções anteriores foram descritos alguns dos principais métodos e tecnologias utilizadas para a deposição de filmes semelhantes ao diamante. Esta seção descreve de forma um pouco mais detalhada a técnica de pulverização catódica reativa ou "reactive sputtering" uma vez que os filmes estudados foram obtidos por esta técnica.

# 2.6.1 Processamento de Filmes de DLC e ITO Usando a Técnica de Pulverização Catódica Reativa

Na técnica de pulverização catódica reativa geralmente usa-se um alvo de grafite ultra puro para filmes de DLC e um alvo compacto composto geralmente de 90 %  $In_2O_3$  com 10 % de SnO<sub>2</sub> por peso para os filmes de ITO. Estes alvos ficam localizados próximos e abaixo do substrato em uma câmara com sistema de vácuo, controle de temperatura e fontes as quais, em conjunto, constituem um sistema que permite completar o processo de obtenção dos filmes, conforme ilustra a figura 9 (a e b)<sup>27,74</sup>.



Figura 9. Esquemático e fotografia do sistema de deposição dos filmes.

Os filmes obtidos por esta técnica representada, esquematicamente, na figura 9, apresentam características de carbono amorfo hidrogenado (a-C:H ou DLC) e ITO amorfo, respectivamente.

Neste processo é feito vácuo a uma pressão constante e da ordem de 5x10<sup>-3</sup> Torr e uma lâmina de silício oxidada é mantida a temperatura constante e próxima de 90 °C. O sistema entra em funcionamento quando um gerador de RF de 13,56 MHz e potência de 150 W é ligado.

Neste sistema descrito é possível, por exemplo, obter filmes com características de (a-C:F) se um fluxo contínuo total de gás  $H_2 + CF_4$  for mantido. Estes filmes, de acordo com Trippe e Mansano  $(2002)^{27}$ , são fortemente influenciados pela presença do gás  $CF_4$  no plasma formado. Uma grande concentração deste gás aumenta de forma significativa as ligações químicas e as formações do carbono tipo sp<sup>3</sup> (dando aos filmes características tipo diamante). Entretanto, se as concentrações de flúor forem muito elevadas, acima de 70 %, estas promovem uma não deposição destes filmes e provocam erosões na estrutura do carbono depositado. Do ponto de vista elétrico, a resistividade destes filmes é muito elevada, da ordem de (1 -  $12 \times 10^{11} \Omega.cm$ ) e altamente dependente da concentração de CF<sub>4</sub>.

Este método permite também a deposição de filmes hidrogenados e não hidrogenados em uma atmosfera de argônio ou na presença de gás reativo que pode ser o metano – CH<sub>4</sub>. Outros tipos de filmes como, por exemplo, policristalinos e monocristalinos de SiC podem ser depositados se forem usadas altas temperaturas<sup>2,24</sup>.

Libardi et al.  $(2004)^{65}$  e Mousinho et al.  $(2003)^{66}$  mostraram que filmes de DLC depositados com diferentes pressões parciais da mistura dos gases metano/argônio e acetileno/argônio sofreram modificações na estrutura das ligações químicas aumentando a dureza dos filmes e, ambas as espécies, apresentam comportamento mecânico semelhantes quando o conteúdo de hidrogênio é da ordem de 10 %. De outro modo, os filmes depositados com plasmas de metano/argônio apresentam mais suavidade e alta dureza na superfície do que aqueles mostrados pela mistura de acetileno/argônio. Porém, em ambas as misturas que se utilizam metano como gás precursor verifica-se que a dureza dos filmes se deve à produção de radicais de  $CH_r^+$ , os quais são responsáveis pela promoção de ligações do tipo sp<sup>3</sup> ao contrário

dos radicais produzidos pela dissociação do acetileno  $C_2H_x^+$  que produzem mais ligações do tipo sp<sup>2</sup>. A compreensão deste mecanismo é importante para a fabricação de muitos tipos de dispositivos MEMS que exigem alta dureza e resistência mecânica.

Rajab et al. (2006)<sup>41</sup> mostra que filmes finos do tipo SiC foram produzidos usando um sistema de "sputtering magnetron" de RF de 13,56 MHz empregando alvos de SiC sinterizados de altíssima pureza (99,5 %) sobre lâminas de silício (100) tipo P mantidas a temperatura de 100 °C. Ao término deste processo as amostras foram submetidas a um recozimento térmico durante uma hora na temperatura de 1000 °C em ambiente de N<sub>2</sub>. Técnicas de RBS e Raman foram utilizadas para analisar estes filmes e indicaram que os mesmos são compostos de Si e C. As propriedades físicas e elétricas destes filmes também foram investigadas.

#### 2.7 Características Elétricas, Térmicas e Mecânicas dos Filmes de DLC

Os filmes de DLC podem apresentar uma ampla faixa de características elétricas, começando por filmes completamente isolantes e chegando a filmes de alta condutividade elétrica, dependendo da escolha do processo de obtenção e do tipo e nível de dopantes utilizados. Mecanicamente, os filmes de DLC podem ser muito frágeis ou apresentarem elevada dureza sendo, por isso, muito usados como abrasivos ou como cobertura e revestimento de materiais porque resistem muito bem aos efeitos de desgaste físico e químico. Mousinho et al. (2003)<sup>66</sup> mostra que os filmes de DLC depositados por pulverização catódica sobre substrato de silício apresentam valores de esforço mecânico interno muito baixo com o aumento da espessura das camadas quando comparados com filmes de SiO<sub>2</sub> e Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>. Esta mesma literatura mostra que a rugosidade dos filmes obtidos varia com a espessura das camadas depositadas assim, por exemplo, para uma camada de espessura da ordem de 2 µm a rugosidade é da ordem de 2 nm e para uma camada cuja espessura é da ordem de 7 µm a rugosidade é da ordem de 1,2 nm. Portanto, estas características mais a baixa degradação mecânica, alta resistência química, baixa

temperatura de deposição e as facilidades de deposição e corrosão são indicativos de que estes filmes podem ser empregados mecanicamente em dispositivos eletromecânicos, tais como sensores de esforços mecânicos ou mesmo em micro máquinas. Opticamente, os filmes de DLC podem ser empregados em dispositivos sensíveis a diversos comprimentos de onda, começando por serem opacos e se estendendo até uma faixa de transparência à radiação.

Do ponto de vista eletromecânico estes filmes apresentam um grande efeito piezoresistivo<sup>37</sup> mesmo se comparados com o silício mono e policristalino ou com o próprio SiC policristalino, além de serem muito estáveis termicamente sendo um bom indicativo da aplicabilidade destes filmes em sensores piezoresistivos para ambientes corrosivos e de alta temperatura onde o silício não pode ser empregado.

A grande gama de aplicação dos filmes DLC está relacionada à variação da composição estrutural dos diferentes filmes obtidos porque o carbono pode estar presente nas hibridações sp<sup>3</sup>, sp<sup>2</sup> ou mesmo sp<sup>1</sup>. Os filmes de nosso interesse estão relacionados à taxa de sp<sup>3</sup>/sp<sup>2</sup> e envolvem alguma concentração de hidrogênio, sendo por isso chamados de carbono amorfo hidrogenado – a-C:H.

Os filmes de DLC são mecanicamente caracterizados por possuírem alta dureza e alto módulo de elasticidade, características estas correlacionadas com as frações de hibridações sp<sup>3</sup> de carbono nos filmes. De acordo com a literatura<sup>55</sup> estes filmes também apresentam um esforço mecânico interno de compressão na faixa de 0,5 – 7 GPa, o qual pode ser reduzido incorporando N, Si, O ou mesmo metais. Observou-se também, nesta literatura, a diminuição do módulo de elasticidade. Guerino et al. (2004)<sup>67</sup> mostra que a incorporação de impurezas reduz a dureza de 9,5 a 5,7 GPa e aumenta a constante dielétrica de 1,67 a 2,78 para níveis de conteúdo de nitrogênio que variam de 0 – 30 % para filmes com espessura da ordem de 160 nm. Este conteúdo de impurezas influencia fortemente a taxa de deposição destes filmes que, neste caso, é mostrada pela variação da espessura dos filmes obtidos que apresenta valores na faixa de 160 nm a 240 nm, respectivamente. Em trabalhos mais recentes<sup>68</sup> verificou-se que os filmes de DLC tipo a-C:H apresentam a sua estrutura das ligações químicas alteradas quando se adiciona uma porcentagem adequada de impurezas tipo N e F para filmes com a mesma espessura, da ordem de 130 nm. Neste caso, o estudo direciona-se para a mudança significativa da constante dielétrica a qual é da ordem de 4,1 a 7,1 quando o conteúdo percentual de N<sub>2</sub> aumenta para valores da ordem de 80 % e fica na faixa de 1,6 a 2,7 guando o

conteúdo percentual de CF<sub>4</sub> aumenta para a ordem de 20 – 60 %. Neste trabalho não é referenciado as demais propriedades dos filmes estudados porém, a influência dos parâmetros do plasma e da adição de nitrogênio nos filmes de DLC obtidos por um sistema de deposição ICP – Plasma Acoplado Indutivamente é mostrado. Neste caso, os filmes nitrogenados apresentam grande variação em suas propriedades estruturais e elétricas quando a concentração de nitrogênio aumenta. Por exemplo, quando a concentração de nitrogênio aumenta até 40 % a constante dielétrica varia entre 1,7 – 7,4 e acima deste valor até 80 % esta constante diminui entre 7,4 – 5,0 enquanto que a resistência elétrica diminui para valores da ordem de 1,2x10<sup>9</sup>  $\Omega$ .cm a medida que a concentração de nitrogênio aumenta.

Zambrano et al. (2003)<sup>36</sup> revela que filmes não hidrogenados tipo taC apresentam uma dureza da ordem de 40-80 GPa e um módulo de elasticidade que pode alcançar valores da ordem de 900 Gpa, sendo que o esforço mecânico interno pode alcançar valores acima de 13 Gpa, limitando em muito a espessura dos filmes (para menos de 1 µm) em algumas aplicações práticas. A minimização do esforço mecânico interno "stress" pode ser conseguida através da incorporação de metais como W, Ti, Cr, Nb ou, ainda, carbetos metálicos como WC e TiC que reduzem, inclusive, o coeficiente de fricção e os efeitos aos desgastes mecânicos. De outro modo, a técnica de deposição de filmes na forma de estruturas multicamadas com a energia dos íons controlada convenientemente e usando filtros nos sistemas de deposição com arco em vácuo, também minimiza estes efeitos. As estruturas multicamadas podem ter a dureza reduzida para a faixa de 40 - 23 GPa e o módulo de elasticidade pode alcançar valores na faixa de 350 – 245 Gpa, segundo Grill (1999)<sup>3</sup>.

Os filmes de DLC podem ser obtidos por diferentes técnicas, evidenciadas na seção 2.5 e 2.6 e, em temperaturas da ordem de 300 °C ou menos na forma amorfa hidrogenada ou não. A forma policristalina destes filmes pode ser obtida se impurezas forem adicionadas ou se os filmes passarem por processos de recozimento térmico<sup>9,10</sup>. Estes filmes são muito promissores para a fabricação de dispositivos eletromecânicos podendo ser depositados sobre os mais variados tipos de substratos e com diferentes níveis e tipos de impurezas dopantes.

Do ponto de vista térmico é possível usar o modelo de piezoresistor tradicionalmente aceito para materiais cúbicos homogêneos e isotrópicos ou mesmo policristalinos em filmes de DLC de acordo com a equação

$$R(\theta) = R_{\theta_{ref}} \left( 1 + \alpha \theta + \beta \theta^2 \right)$$
<sup>(1)</sup>

onde,  $R_{\theta_{ref}}$  é o valor do piezoresistor na temperatura ambiente de referência e  $\alpha$  e  $\beta$  são os TCRs de primeira e segunda ordem em função da temperatura,  $\theta$ .

Em materiais com estrutura cristalina, policristalina ou mesmo muito próxima (granular ou texturizada) o TCR depende diretamente do tamanho médio dos grãos através da relação  $\frac{W}{L}$  e da concentração de dopantes através da resistividade,  $\rho$ , de modo que deve existir uma não-linearidade destes coeficientes e, portanto, um desvio para todos os TCRs individuais de cada elemento sensor constituintes de uma configuração tipo ponte, normalmente, estabelecida para transdutores piezoresistivos de pressão. Diante disto, é possível encontrar curvas para estes coeficientes com diferentes formas geométricas e estabelecer a melhor faixa de operação dos dispositivos sensores com a temperatura visando facilitar o condicionamento do sinal elétrico de saída do elemento sensor<sup>46,57</sup>.

Schults et al.  $(2006)^{44}$  mostra que a adição de metais como Ni em filmes de a-C:H permite controlar a sensibilidade mecânica de um piezoresistor que, neste caso, foi da ordem de  $GF \cong 8$  e os efeitos da temperatura sobre o mesmo que foi da ordem de  $TCR = 300 \ ppm/K$ . Tibrewala et al.  $(2007)^{49}$  relata que filmes amorfos do tipo a-C livre de hidrogênio e sem adição de metais podem apresentar um  $GF \cong 22$  e um  $TCR \cong 5000 \ ppm/K - 6000 \ ppm/K$  (praticamente independente da temperatura) que, neste trabalho, foi medida entre  $23^{\circ}$ C –  $50^{\circ}$ C. A literatura<sup>47</sup> reporta que em filmes do tipo a-C o  $GF \cong 50$  e em filmes a-C:H o  $GF \cong 100 - 1200$  para medidas efetuadas na faixa de 23  $^{\circ}$ C –  $60 \ ^{\circ}$ C e espessura da ordem de 0,5 µm - 1 µm não fazendo referência aos valores para o TCR.

Em sensores piezoresistivos de pressão ou de esforços mecânicos deseja-se que a sensibilidade mecânica seja a mais alta e que a dependência com a temperatura do elemento sensor seja a menor possível, portanto, ambas as propriedades devem ser levadas em conta, de forma simultânea, quando se estabelece um processo para obtenção destes filmes.

Nos filmes contendo hidrocarbono a piezoresistividade é resultante do arranjo de nanocristais eletricamente condutores separados por uma matriz não condutiva de hidrocarbonos. Nesta estrutura constituída diminuem-se as distâncias médias entre as ilhas à medida que um esforço mecânico é aplicado. Este conceito não pode ser aplicado diretamente em filmes do tipo a-C:H livres de metais porque, neste caso, a estrutura dos filmes é amorfa e com pequenas regiões cristalinas misturadas com ligações do tipo sp<sup>3</sup> e sp<sup>2</sup> similarmente aos filmes de diamante policristalino que, neste caso, pode apresentar um GF na faixa de 5 até várias centenas, dependendo do processo de obtenção dos filmes, nível e tipo de dopantes utilizados. O TCR para estes filmes pode variar amplamente desde valores negativos até valores positivos de maneira muito similar aos filmes de silício.

#### 2.8 Técnicas de Caracterização de Filmes de DLC

A caracterização completa da estrutura dos filmes de DLC exige o emprego de diferentes técnicas porque a estrutura destes filmes assume a forma amorfa. Dentre as diferentes técnicas temos a Espectroscopia de Resonância Magnética Nuclear – NMR como sendo a melhor técnica para a caracterização das hibridações dos filmes de DLC hidrogenados. A Espectroscopia por Transformada de Fourier no Infra Vermelho - FTIR é uma técnica empregada para quantificar e qualificar as taxas de hibridações de carbono na forma  $sp^2$  (grafite) e  $sp^3$  (diamante), e o conteúdo de hidrogênio presente nestes filmes. A técnica de Espectroscopia de Retroespalhamento de Rutherford – RBS é empregada para analisar a composição química dos filmes. As propriedades mecânicas de dureza, módulo de elasticidade e as relações de curvatura do substrato são analisadas por técnicas de indentação mecânica<sup>39</sup>. A Espectroscopia Raman é uma técnica padrão de caracterização não destrutiva muito utilizada para caracterizar a atividade óptica dos modos vibracionais dos filmes de DLC permitindo avaliar a taxa de deposição e o índice de refração, sendo uma técnica mais precisa na determinação da contaminação de grafite sp<sup>2</sup> nas estruturas do tipo diamante sp<sup>3</sup>. Para o carbono amorfo existem dois picos característicos muito importantes que relacionam o grau de desordem do material, em torno de 1350 cm<sup>-1</sup> (pico D) e outro em 1535 cm<sup>-1</sup> (pico G) que informam sobre o grau de grafitização dos filmes. Esta técnica é um processo sempre ressonante no carbono onde a banda das diferentes configurações do carbono é excitada pela energia incidente de modo que os espectros mudam quando a energia de excitação é alterada. Outras técnicas complementam a caracterização destes filmes.

Os filmes de DLC usados neste trabalho, apresentam características já bem exploradas por algumas das técnicas descritas anteriormente. Assim, de acordo com Rajab et al. (2006)<sup>41</sup> e Guerino et al. (2003)<sup>76</sup> o emprego da técnica de RBS e Raman confirma que os filmes apresentam carbono e hidrogênio em sua composição enquanto que Latteman et al. (2003)<sup>42</sup> caracterizou filmes de carbeto de silício.

### 2.9 Resumo das Propriedades Físicas dos Diferentes Filmes para Transdutores Piezoresistivos

Enquanto os filmes ou camadas de diamante apresentam propriedades bem definidas, os filmes de DLC amorfo cobrem uma faixa de valores entre aquelas do diamante, grafite e a de polímero com hidrocarbono.. A tabela 3 compara as diferentes formas de filmes contendo carbono em sua estrutura com respeito às principais propriedades físico-químicas destes filmes.

1 3			
Tipo de Filme	Dureza [kg/mm <sup>-2</sup> ]	%sp³	At.%H
Diamante	10 <sup>4</sup>	100	0
Grafite	-	0	0
a-C:H	1000-2000	40-70	10-35

1-4

Tabela 3.Comparação de diferentes filmes de DLC contendo carbono.

Polietileno

Apesar dos filmes de DLC mostrarem propriedades promissoras para diferentes aplicações práticas eles também apresentam algumas restrições quanto à instabilidade térmica e mecânica as quais devem ser muito bem avaliadas quando forem escolhidos para projetos de dispositivos sensores de pressão. A incorporação de algumas impurezas na estrutura dos filmes pode ampliar o emprego dos mesmos nas diferentes áreas de interesse prático, como evidenciado nas seções anteriores.

100

67

Na tabela 4, adaptada das literaturas<sup>24,26,36,38,39</sup>, são mostrados algumas das propriedades e parâmetros mais significativos necessários para projetos de dispositivos micro-eletromecânicos em diferentes filmes. Algumas das propriedades variam de acordo com o nível de dopantes e com a orientação cristalográfica.

Propriedade	Si	polisilício	3C-SiC	4H- SiC	6H-SiC	diamante	DLC	DLC
							(a-C:H)	( <b>a-C</b> )
Constante de	5,43	-	4,36	3,073	3,0806	3,567	-	-
rede [ $\overset{\circ}{A}$ ]								
Expansão	2,6	2 - 2,8	4,7	4,2	3,3	0,8	$\approx$ 8,0	-
Térmica								
$[x10^{-6} / ^{o} C]$								
Densidade	2329	2329	3210	-	3211	3515	1600-	3500
$\begin{bmatrix} g \end{bmatrix}$							2200	
$cm^{3}$								
Resistividade	1000	$7,5 \times 10^{-4}$	150	>10 <sup>11</sup>	>10 <sup>11</sup>	>10 <sup>14</sup>	>10 <sup>4</sup>	$3x10^{11}$
[ Ω. <i>cm</i> ]	(depende	(alta						
	dopante)	comparada						
		Si)						
Mobilidade	1500	-	1000	-	1140	2200	$2-6x10^{-6}$	-
portadores	eletron		50	120	850	1600		
$[cm^2]$	600						<b>a</b> 1 a 8	
$\left[\frac{1}{V.s}\right]$	lacuna						3x10 °	
Gap [eV]	1,1		2,4	3,26	3,101	5,45	0,8-2,2	0,5-1,5
Constante	11,8	4,2	9,7	9,6 -	-	55	2,7-3,8	-
dielétrica				10				
Módulo de	$1,90 \times 10^{11}$	$1,61 \times 10^{11}$	$3,07 \times 10^{11}$	-	$4,88 \times 10^{11}$	-	$0,06 \times 10^{11}$	$6,8x10^{11}$
Young			(100)				$a 3x10^{11}$	
$[N/m^2]$								
Coeficiente	0,262	0,23	0,1 – 0,3	-	-	-	0,2-0,4	0,22-
Poisson	(111)							0,33 <sup>73</sup>

Tabela 4. Parâmetros para alguns filmes de SiC<sup>39,60</sup> e DLC<sup>36,38,80</sup>.

Em termos elétricos e térmicos as propriedades mais significativas para fabricação dos elementos sensores (piezoresistores) são as relacionadas com a resistividade e mobilidade dos portadores de carga. Em termos mecânicos considera-se a densidade, a expansão térmica, módulo de elasticidade e o coeficiente de Poisson. Walton<sup>12</sup> mostra que existe uma interdependência (efeitos cruzados) entre as propriedades dos filmes que devem ser levadas em consideração quando da escolha de um ou outro material como elemento sensor, além da variabilidade dos parâmetros de processo escolhidos para obtenção dos filmes.

# 2.10 Propriedades Piezoresistivas dos Filmes Semelhantes ao Diamante – O Efeito Piezoresistivo

Em filmes com estrutura cúbica de SiC é possível aplicar os modelos usuais para o silício para explicar o efeito piezoresistivo<sup>39</sup>. Nos materiais cristalinos este efeito é descrito em termos do tensor de piezoresistividade que leva em consideração a simetria da estrutura da rede cristalina. A literatura<sup>9,17</sup> sugere uma forte influência das condições e dos processos de crescimento dos filmes sobre as propriedades físicas dos mesmos, de modo que os filmes de SiC podem ser obtidos na forma de simples cristais, policristais e nanocristais. Os filmes de DLC apresentam uma estrutura amorfa e são também muito dependentes dos parâmetros de processo como já descritos nas seções anteriores, porém, é possível usar de forma simplificada muitas das equações aplicadas em filmes semicondutores cristalinos nestes filmes com características tipo N.

As propriedades piezoresistivas para filmes com estrutura cúbica são representadas pelo tensor coeficiente piezoresistivo,  $\pi_{ijkl}$ , e explicada pelo "modelo de transferência de elétrons" usado para descrever o mesmo fenômeno no silício<sup>1</sup>. Esta teoria relaciona a mudança da resistividade,  $\rho_{ij}$ , com a redistribuição dos elétrons entre os multivales no espaço de momento em um diagrama de superfícies de energia. Este mecanismo está associado à deformação mecânica,  $\varepsilon_{ijkl}$ , que é aplicada ao material em uma determinada direção cristalográfica. Este processo causa uma transferência de elétrons que resulta em uma mobilidade,  $\mu_{ij}$ , anisotrópica. Desse modo, o efeito piezoresistivo pode ser definido de acordo com a equação

$$\frac{\Delta \rho_{ij}}{\rho} = \pi_{ijkl} T_{kl}$$
<sup>(2)</sup>

onde,  $T_{kl}$ , é o esforço mecânico na estrutura do material.

A relação que existe entre o esforço mecânico e a deformação mecânica é dada pelo módulo de elasticidade, *E*, através da equação,

$$T_{kl} = E\varepsilon_{ijkl} \tag{3}$$

Em semicondutores com rede cúbica, como o  $\beta$ -SiC, o tensor de piezoresistência possui três coeficientes independentes dados por:  $\pi_{11}$ ,  $\pi_{12}$  e  $\pi_{44}$  e, de acordo com a Shor; Goldstein e Kurtz (1993)<sup>13</sup>, o coeficiente piezoresistivo  $\pi_{44} < \pi_{11} e \pi_{12}$ . Assim, para um material tipo N assume-se que o modelo de transferência de elétrons é o mecanismo dominante<sup>14</sup> enquanto que material tipo P pode ser explicado pela deformação mecânica induzida na banda de valência<sup>16</sup>. Em materiais levemente dopados a estatística de Boltzmann é aplicada para estimar o valor da mudança de resistividade quando um esforço mecânico é aplicado em diferentes direções cristalográficas. No SiC o efeito piezoresistivo é altamente anisotrópico apresentando uma dependência que está relacionada com o tipo do dopante utilizado, concentração e orientação cristalográfica do filme obtido<sup>20</sup>. Diante disso os semicondutores com estrutura cúbica e com multivales mínimos de energia na direção <100> devem apresentar um alto valor no coeficiente  $\pi_{11}$  com

 $\pi_{12} \approx -\frac{1}{2}\pi_{11} e \pi_{44} = 0$ . O coeficiente  $\pi_{44}$  é nulo porque o esforço mecânico de cisalhamento é igual a uma tensão mecânica na direção <111> e igual e oposta compressão mecânica de 90º nesta mesma direção. Este efeito produz nos seis multivales uma deformação mecânica de mesma intensidade preservando a simetria cúbica do cristal. A contribuição de todos os vales para a condutividade é uma média da mobilidade e, por isso, é possível representar as diferentes estruturas de banda de energia na forma de superfícies elipsoidais de energia constante no espaço de

onda, K, como um "simple many-valley" que também é um efeito primário para o silício tipo N<sup>14</sup>.

Na figura 10 é ilustrado um diagrama, em forma de elipsóides, quatro superfícies de energia dos seis *"multivalleys"* existentes para um cristal cúbico neste espaço.



Figura 10. Diagrama de superfícies de energia no momento de espaço em relação ao eixo cristalográfico. (a) Modelo *"many-valley"* e (b) efeito do esforço mecânico.

Quando nenhum esforço mecânico é aplicado (linhas preenchidas) os *"multivalleys"* são simétricos e sem elongação, entretanto, quando o esforço mecânico é aplicado (linhas pontilhadas) na direção <100> a superfície mínima de energia, nesta direção, aumenta enquanto nas demais direções <010> e <001> diminuem. Isto é equivalente a um alongamento do *"multivalley"* mínimo na direção do eixo x aumentando a energia enquanto no eixo y e no eixo z a energia diminui. Este mecanismo provoca uma transferência de elétrons a qual resulta em uma mobilidade,  $\mu$ , anisotrópica. Os *"multivalleys"* mínimos estão todos ao longo do eixo cristalográficos <100> e, apesar da mobilidade dos elétrons ser altamente anisotrópica, dentro dos *"valleys"* a simetria destes produzem uma mobilidade líquida uniforme dos portadores de carga na banda de condução.

A diferença de energia causa uma redistribuição de elétrons entre os poços de potencial, ou seja, mais elétrons devem ter mobilidade transversal,  $\mu_{\perp}$ , do que mobilidade longitudinal,  $\mu_{ll}$ . Portanto, uma medida da resistividade ao longo da direção <100> deve indicar uma mudança líquida da resistividade.

Em sensores piezoresistivos de pressão fabricados com silício monocristalino tipo N os coeficientes piezoresistivos apresentam uma magnitude elevada e negativa ao longo da direção <100>, o mesmo vale para o 3C-SiC quando os piezoresistores são posicionados perpendicular e transversalmente à orientação <110> em relação às bordas de um diafragma de silício.

Outro modo de descrever o efeito piezoresistivo é expressando a mudança da resistência elétrica,  $\Delta R$ , de forma macroscópica em termos do esforço mecânico, da deformação mecânica e do fator de sensibilidade ou gauge factor, GF, através da equação

$$GF = \frac{\Delta R}{R\varepsilon} \tag{4}$$

Esta quantidade é um escalar apesar de ser dependente da direção cristalográfica e estar relacionada ao coeficiente piezoresistivo através do módulo de elasticidade, ou seja, a partir da equação (2) e (3) obtemos,

$$GF = \pi_{ij}E \tag{5}$$

De acordo com a equação (5) verifica-se que a maior contribuição na sensibilidade é dada pelo coeficiente piezoresistivo através da relação (3) que introduz o módulo de elasticidade do material. Em materiais metálicos a maior contribuição na sensibilidade é dada pelos termos de primeira ordem, ou seja, por variações puramente geométricas. O coeficiente piezoresistivo é uma propriedade intrínseca do material considerado e escolhido como elemento sensor, sendo possível ajustar a sua magnitude desde um valor negativo até um valor positivo dependendo do nível de dopante utilizado ou, ainda, controlando a densidade de defeitos no material devido à orientação preferencial dos cristalitos<sup>20</sup>.

Em filmes do tipo a-C:H (DLC) a origem do efeito piezoresistivo não está claramente evidenciada, porém, pode ser descrita fazendo-se uma analogia com os modelos propostos para os filmes espessos e tratar a mudança da resistividade dos filmes como sendo uma composição de aglomerados de ligações sp<sup>2</sup> em uma matriz isolante sp<sup>3</sup>, conforme descrito na seção 2.2. Os piezoresistores de filmes espessos possuem os grãos de materiais metálicos embutidos em uma matriz de vidro isolante que é dependente das distâncias médias dos grãos e do comprimento destes. O mecanismo de transporte dos portadores de carga predominante nos filmes de DLC, entre as ligações sp<sup>2</sup>, é ditado pela ocorrência de tunelamento destes aglomerados, porém, é possível aproximar a variação da resistência elétrica de acordo com a

equação (4) de modo que o produto  $GF\varepsilon \ll 1$  e, assim, usar os modelos convencionais para os piezoresistores metálicos como válidos para estes filmes<sup>45</sup>.

Em filmes de SiC a magnitude do GF diminui com o nível de dopantes mas permanece, praticamente, constante com o aumento da temperatura. Em geral, materiais semicondutores degenerados possuem um GF grande quando comparados aos metais, embora semicondutores fracamente dopados exibam certa dependência com a temperatura. Os primeiros são mais comumente usados do que os últimos como elementos de esforço mecânico em altas temperaturas porque combinam sensibilidade e estabilidade. A literatura<sup>36</sup> relata que o fator de sensibilidade dos piezoresistores de a-C:H está na faixa de 50 sendo, praticamente, independente para a faixa de temperatura entre 23 °C a 60 °C. Outros autores mostram que filmes de diamante policristalino aumentam a sensibilidade mecânica de 4 a 110 com o aumento da temperatura na faixa de 21 °C a 500 °C.

A tabela 5, adaptada das literaturas<sup>13,15,63,88,89</sup>, ilustra de forma comparativa o GF (e os coeficientes piezoresistivos equivalentes) para os filmes de DLC e SiC com diferentes qualidades cristalinas, orientações cristalográficas, resistividade e concentração de dopantes. Os valores dos coeficientes piezoresistivos são para o SiC, não intencionalmente dopado, com concentração de portadores da ordem de  $10^{16} - 10^{17}$  cm<sup>-3</sup>. No caso de filmes de a-C:H os valores dos GFs são para esforços mecânicos de tensão aplicados em direções longitudinais e transversais ao fluxo de corrente elétrica e são sempre independentes das configurações, direção da corrente elétrica e da temperatura na faixa de 23 – 60 °C. No silício policristalino tipo N a concentração de dopantes é da ordem de 9 x 10<sup>19</sup> cm<sup>-3</sup>.

Tipos de Filme/Processo	Coeficiente Piezoresistivo Correspondente	Gauge Factor [010]	Coeficiente Piezoresistivo	Gauge Factor [011]	Resistividade [Ω.Cm]
Monocristalino β-SiC tipo N	$\pi_{11}$	-31,8	$\pi_{12}$	19,2	0,7
Monocristalino β-SiC tipo N	$\pi_{11}$	-26,6	-	-	0,02
a-SiC tipo N 6H-SiC	$\pi_{11}$	-142			
Monocristalino SiC	$\pi_{11}$	-15	$\pi_{12}$	-2,5	3
Policristalino (texturizado) SiC	$\pi_{11}$	6,1	$\pi_{12}$	9,8	2,7
Policristalino (Random) SiC	GF=5,3	(aleatória)	GF=5,3	(aleatória)	1,9
Policristalino SiC	GF=3 – 5	(aleatória)	GF=3 – 5	(aleatória)	0,05 - 0,3
Monocristalino Si tipo N	$\pi_{11}$	-133,0	$\pi_{12}$	68,3	11
Policristalino	GF= 15 – 27	(aleatória)			6x10 <sup>-2</sup> – 10 <sup>-3</sup>
Tipo N	GF= -10	(texturizado) <110> e <100>			6x10 <sup>-2</sup>
a-C:H	GF <sub>LT</sub> =26	(aleatória)	GF <sub>TT</sub> =30	(aleatória)	0,5M – 5M
a-C:H	GF= 20 - 90	(aleatória)			10 <sup>6</sup> -10 <sup>9</sup>

Tabela 5. Gauge Factor para filmes de SiC e DLC amorfo hidrogenado.

Deguchi et al.  $(1997)^{18}$  mostra que filmes depositados por um processo CVD – Deposições por Vapor Químico de alta temperatura apresentam uma redução na magnitude do fator de sensibilidade longitudinal,  $GF_l$ , e contribuem para o efeito piezoresistivo. As diferentes qualidades dos cristais refletem diferentes densidades de defeitos na estrutura dos filmes. A densidade de defeitos se relaciona com o efeito piezoresistivo e deve ser levado em conta quando se determina a magnitude dos coeficientes piezoresistivos pois os filmes formados podem apresentar uma

estrutura cristalina, policristalina ou nanocristalina<sup>17</sup> e, no caso do DLC, uma estrutura amorfa.

Em estruturas policristalina e nanocristalina o efeito piezoresistivo pode ser explicado também pelo modelo de armadilhamento de portadores de carga. Em filmes policristalinos com estrutura colunar tipo P a mobilidade dos portadores é menor do que nos tipos N de modo que nas fronteiras dos grãos a alta concentração de impurezas e a alta condutividade da camada degradam o efeito piezoresistivo. Zambrano et al. (2003)<sup>36</sup> mostra que estruturas de teste de diferentes resistividades não influenciam o fator de sensibilidade mecânica (GF) que pode ser maior ou comparável aos efeitos apresentados pelos filmes de diamante policristalino, da ordem de 28 ou mesmo para o silício policristalino da ordem de 20 - 43. A magnitude do GF, o qual representa uma importante figura de mérito para sensores de esforço mecânico, também é sensível aos efeitos da temperatura.

#### 2.11 O Efeito da Temperatura sobre a Sensibilidade dos Piezoresistores

Outro parâmetro muito importante para a fabricação de piezoresistores é o comportamento GF com as flutuações da temperatura, ou seja,

$$TCGF = \frac{GF(\theta) - GF(\theta_{amb})}{GF(\theta_{amb}) (\theta - \theta_{amb})}$$
(6)

onde TCGF é o coeficiente de variação do gauge factor com a temperatura. O conhecimento deste coeficiente permite melhorar a compensação dos piezoresistores em um transdutor de esforço ou em sensores de pressão. Este parâmetro é importante para obter uma saída de sinal do elemento sensor independente da temperatura. Muitas das técnicas de compensação do TCR e do TCGF aplicadas em sensores de silício devem procurar obedecer as seguintes condições: TCR positivo e preferencialmente constante; TCGF preferencialmente negativo; o módulo do TCR deve ser maior do que o módulo do TCGF.

A literatura mostra que, por exemplo, os piezoresistores de filmes 3C-SiC tipo N dopados adequadamente e degeneradamente preenchem estas condições quando operam desde a temperatura ambiente até próximas à 800 °C. Um material dopado degeneradamente apresenta o TCR e o TCGF muito baixo, justificando, de certo modo, a baixa resistividade de alguns filmes empregados em transdutores piezoresistivos. O alto nível de dopantes garante um bom contato ôhmico, porém, diminuem de forma significativa os coeficientes piezoresistivos,  $\pi_s^{25}$  e, conseqüentemente, o fator de sensibilidade quando a temperatura aumenta.

Na literatura<sup>58</sup> é relatado que filmes de diamante policristalino dopados com Boro podem apresentar um elevado GF, da ordem de 22, apesar do mesmo diminuir com o aumento da temperatura e a literatura<sup>59</sup> mostra que o GF pode alcançar valores da ordem de 1000 e também sofrer uma diminuição em sua magnitude em função da temperatura. Portanto, a partir desta breve análise, parece que os critérios estabelecidos para os filmes de silício podem ser aplicados aos demais tipos de filmes.

Na seção 2.5 e 2.6 foram mencionados as implicações dos parâmetros de processo e os efeitos dos diferentes tipos de dopantes que podem ser adicionados aos filmes, em especial, aos filmes de a-C:H para obter as melhores características mecânicas e térmicas quando se deseja empregar estes filmes como elementos sensores (piezoresistores). Diante disto é possível aproximar e determinar a variação da piezoresistência com a temperatura através da equação

$$TCR = \frac{R(\theta) - R(\theta_{amb})}{R(\theta_{amb})\Delta\theta}$$
(7)

onde,  $R(\theta_{amb})$  é o valor da resistência sem esforço mecânico aplicado na temperatura ambiente considerada. Nem sempre o coeficiente de variação da piezoresistência obedece uma lei linear, isto foi verificado em filmes feitos de silício policristalinos mostrados no ANEXO A. Neste caso, a equação assume a forma quadrática e permite determinar coeficientes de variação da piezoresistência com a temperatura de primeira e segunda ordem, bem como, suas variações as quais indicam valores tanto positivos como negativos para as curvas obtidas.

Tibrewala et al.  $(2006)^{37}$  mostra que "strain gauge" de filmes de a-C:H são praticamente independentes da temperatura. Porém, este estudo foi realizado para uma faixa muito pequena de temperatura entre 23 °C - 60 °C e para uma resistividade muito alta entre 100 M $\Omega$  - 700 M $\Omega$ , nestas condições, o GF reportado está na faixa de 40 - 90.

No estudo desenvolvido por Dyer et al. (1996)<sup>4</sup> para semicondutores de grande banda proibida de energia, e aqui se inclui o ITO, verificou-se um amplo TCR negativo, enquanto que semicondutores altamente dopados e metais apresentaram um TCR muito pequeno e positivo. Dependendo das condições de deposição, temperatura do substrato, processos de recozimentos térmicos e atmosferas de realização das medidas o TCR dos filmes de ITO podem apresentar valores positivos e negativos. Uma ampla faixa de valores é encontrada para estes coeficientes em diferentes condições de processo e medidas.

# 3 DESCRIÇÃO DAS ETAPAS DE PROCESSAMENTO, ESTRUTURAS DE TESTE E ARRANJO EXPERIMENTAL PARA CARACTERIZAÇÃO DOS FILMES

Neste capitulo é descrito o método utilizado para caracterizar as estruturas de teste em termos de sensibilidade ao esforço mecânico e variações da resistência com a temperatura. Descrevem-se, também, as etapas básicas de obtenção dos piezoresistores de filmes de a-C:H. Além disso, são propostas as máscaras dos motivos das estruturas, apresentado os modelos dos piezoresistores. Alguns parâmetros para projeto foram obtidos matematicamente.

O mesmo procedimento descrito para caracterizar elétrica, mecânica e termicamente os filmes de DLC são empregados para caracterizar os filmes de ITO.

#### 3.1 Descrição do Método da Viga Engastada – "cantilever"

Entre os diferentes métodos existentes para a caracterização do material em estudo, optou-se em usar as equações do momento de curvatura de uma viga engastada e as relações equivalentes para a determinação das grandezas físicas de interesse e caracterização de elementos sensores.

Em uma viga engastada tanto o esforço mecânico, T, como a força de contato, F, dependem do módulo de elasticidade, E, e da geometria do material (comprimento, L, largura, W, e espessura, t) da qual é feita. A distância entre o centro do piezoresitor e o ponto onde a força é aplicada é dada pelo valor de X e a distância entre o centro do piezoresistor e a extremidade engastada da viga é dada pelo valor de d. As equações resultantes são equações lineares que garantem uma relação linear entre o esforço mecânico e a deformação mecânica,  $\varepsilon$ .

Na figura 11 é ilustrada uma viga engastada simples com uma estrutura de teste sem deflexão e com as respectivas dimensões geométricas, que estão fora de escala.



Figura 11. Modelo de arranjo experimental tipo viga engastada.

Após a aplicação da força na extremidade livre da viga obtemos uma deflexão, *y* , perpendicular ao eixo da mesma, de modo que a força de contato pode ser expressa através da equação

$$F = \frac{3EI}{L^3} y \tag{8}$$

A viga ilustrada comporta-se como se fosse uma mola e a sua rigidez depende da geometria e rigidez do material da qual é feita. Assim, uma viga de área de seção transversal retangular possui um momento de inércia, *I*, dado por

$$I_{(X_G)} = \frac{wt^3}{12}$$
(9)

que, adequadamente, substituída na equação (8) produz

$$F = \frac{Ewt^3}{4L^3} y \tag{10}$$

Esta equação mostra que o limite do esforço mecânico não deve exceder os limites elásticos da viga, no caso, o metal do qual é constituída. De outro modo, podemos dizer que a largura da mesma afeta a força de contato, mas não tem efeito algum sobre o esforço mecânico o qual é dado por

$$T_{max} = \frac{3Et}{2L^2} y \tag{11}$$

Por outro lado, a força de contato é muito influenciada pela espessura e pelo comprimento, (equação 10), enquanto que o esforço mecânico é muito influenciado pelo comprimento, (equação 11). Pode-se dizer, ainda, que tanto a força de contato quanto o esforço mecânico são linearmente proporcionais ao módulo de elasticidade do material e a deflexão sofrida pela viga. Sendo assim, a equação (11) pode ser reescrita de modo que a deflexão de ruptura,  $y_{rup}$ , seja dada por

$$y_{rup} = \frac{2L^2}{3Et} T_{rup} \tag{12}$$

A equação (12) pode ser substituída dentro da equação (10) para fornecer a força de ruptura do material, ou seja, mostrar quando o material deixa de responder a Lei de Hooke. Assim,

$$F_{rup} = \frac{wt^2}{6L} T_{rup} \tag{13}$$

De acordo com o conjunto de equações descritas acima percebe-se que, se a largura da viga for aumentada, a força de contato também aumenta sem contudo afetar o esforço mecânico sobre a mesma. Quando a espessura da viga é aumentada o esforço mecânico dado pela equação (11) é levemente aumentado, entretanto, a deflexão permitida diminui levemente de acordo com a equação (12). Se o comprimento da viga for aumentado reduz-se a força por unidade de deflexão. Entretanto, se o comprimento e a espessura da viga forem aumentados por um fator

percentual idêntico diminui-se pelo mesmo fator o esforço mecânico por unidade de deflexão sem afetar a força por unidade de deflexão.

Diante das considerações acima feitas percebe-se que é possível aumentar o desempenho de uma viga engastada pelo aumento do comprimento, largura e espessura, por isso, justifica-se o uso de um piezoresistor relativamente longo como os sugeridos na seção 3.2.

Das relações acima estabelecidas e da teoria da elasticidade é possível mostrar que as deformações,  $\varepsilon = \frac{\Delta L}{L}$ , são proporcionais à distância da linha neutra da viga de acordo com a Lei de Hooke para a elasticidade e, portanto, pode-se escrever,

$$T = E\varepsilon \tag{14}$$

onde, T é o esforço mecânico no qual a viga fica submetida.

Desse modo, o esforço mecânico aplicado em uma viga de seção de área dada por A = w.t obtem-se a equação,

$$T = \frac{F}{A} = \frac{y_{máx} E w^2}{4L^3} \tag{15}$$

onde,  $\mathcal{Y}_{max}$  é, neste caso, a deformação máxima. Assim, a equação (14) para a deformação fica reescrita como,

$$\varepsilon = \frac{y_{máx} w^2}{4L^3} \tag{16}$$

Finalmente, a relação que existe entre a flexão da viga e a compressão ou tensão mecânica pode ser dada por,

$$\Delta L = \frac{y_{máx}}{4} \left(\frac{w}{L}\right)^2 \tag{17}$$

Usando a equação (10) obtida para a força aplicada na viga e a equação (17) podemos reescrever esta última como sendo,

$$\Delta L = F \frac{1}{Et} \frac{L}{w} \tag{18}$$

Isto significa que a força aplicada produz um incremento no comprimento da viga, como era de se esperar.

A mudança relativa no comprimento  $\frac{\Delta L}{L}$  da viga pode também ser interpretada como as deformações  $\mathcal{E}$  causadas pela força, neste caso, chamada de força axialmente aplicada,  $F_a$ . Assim, pode-se reescrever esta deformação como sendo,

$$\varepsilon = \frac{\Delta L_t}{L_t} = \frac{T_a}{E} = \frac{F/A}{E} = \frac{mg/wt}{E}$$
(19)

A equação (19) mostra que a mudança de compressão ou tensão mecânica no comprimento da viga causa também um aumento relativo no volume  $\frac{\Delta v}{v}$  do material. Desse modo, e de acordo com a teoria da elasticidade, este conceito indica que a dilatação do volume é igual à primeira invariante do esforço mecânico. Portanto, pode-se considerar que um pequeno elemento retangular de área dado por A = w.t (no caso, um pedaço da estrutura de teste) em um corpo deformado, cujas extremidades estão orientadas ao longo do eixo principal, sofrem também uma pequena deformação. Assim, o comprimento de cada lado deste bloco (cristal semicondutor) pode ser alterado porque está devidamente acoplada a viga. Por outro lado, o elemento não deve rotacionar porque não devem existir deformações de cizalhamento sobre suas faces.

O conceito acima descrito é independente do conceito de sistema de coordenadas e a alteração no volume de um cubo unitário é válida para qualquer tipo de piezoresistor, seja ele de silício mono ou policristalino, ou mesmo para um material com estrutura amorfa de DLC ou ITO porque, geralmente, têm-se vários

pequenos "cubos" formando uma célula unitária. Este conceito descrito é chamado de dilatação e é dado por  $\Delta = \mathcal{E}_{ii}$  cujas deformações são muito pequenas<sup>11,32</sup>.

Diante destas considerações é possível usar o mesmo arranjo mostrado na figura 11 para suspender massas de modo que o sistema responda a equação (18) reescrita na forma,

$$F = \mathcal{E} E t w \tag{20}$$

e determinar o *GF*, experimentalmente, quando este não é fornecido. Entretanto, se o mesmo for conhecido, é possível fazer as medidas da variação da resistência elétrica através de um multímetro digital de acordo com a equação,

$$\frac{\Delta R}{R} = GF\left(\frac{mg}{Etw}\right) \tag{21}$$

ou seja,

$$\frac{\Delta R}{R} = GF \frac{T}{E}$$
(22)

Esta equação (22) mostra que a variação da resistência elétrica depende das propriedades do material e do esforço mecânico aplicado, conforme sugere a equação

$$\frac{\Delta R}{R} = \pi T \tag{23}$$

em coerência com Shor; Bemis e Kurtz (1994)<sup>33</sup> cujo procedimento experimental é análogo ao descrito nesta seção.

#### 3.2 Etapas Básicas de Processamento de Piezoresistores

Nas literaturas<sup>23,29,33,44</sup> são sugeridos diferentes procedimentos para obtenção de piezoresistores. Evidentemente cabe ao projetista adequar o seu processo com as disponibilidades de laboratório. Neste trabalho foi empregado um processo simples de duas máscaras, figura 12 com algumas pequenas variações, conforme ilustra a figura 13.

As máscaras dos motivos usados para implementar os piezoresistores de filme de DLC amorfo tipo (a-C:H/SiO<sub>2</sub>/Si/Al) obtido pela técnica de pulverização catódica já descrita no capítulo 2 e em seções anteriores é mostrada na figura 12.

(a) piezoresistores tipo DLC	(b) contatos de Alumínio		

Figura 12. Máscaras utilizadas para fabricação de estruturas piezoresistivas de teste.

A primeira máscara mostrada na figura 12 (a) é utilizada para definir as regiões dos piezoresistores de filmes de a-C:H e a segunda, mostrada na figura 12 (b) é utilizada para definir a região dos contatos elétricos. Na primeira máscara são mostrados piezoesistores na forma interdigital seguidos de piezoresistores curtos e longos. Cada célula elementar possui 15000 µm de comprimento por 1200 µm de largura e a região definida para o corte a laser dos chips testes é de 200 µm. As linhas entre metal dos piezoresistores interdigitais são de 50 µm com espaçamento entre metal de 50 µm. Os demais piezoresistores apresentam as dimensões mostradas na tabela 6.

Tabela 6. Dimensões dos piezoresistores de a-C:H

Número do chip	Dimensões em [µm]
1	240 x 50
2	480 x 50
3	960 x 50
4	1440 x 50
5	1920 x 50

Na figura 13 é mostrada, visão em corte, as etapas básicas necessárias para implementação das piezoresistências usando os filmes finos obtidos através da técnica de pulverização catódica.



Figura 13. Etapas de processamento simplificadas de piezoresistores de a-C:H.
Os procedimentos de limpeza das lâminas, deposição dos filmes e corrosão estão de acordo com os procedimentos sugeridos por Medeiros et al. (2005)<sup>64</sup>, organizados no fluxograma da figura 14 e, resumidamente, descritos nas seções a seguir.



Figura 14. Fluxograma básico das etapas de processo dos piezoresistores.

### 3.2.1 Procedimentos Básicos de Oxidação

A oxidação térmica do silício é conseguida pela reação direta do O<sub>2</sub> com o Si de substrato. Esta oxidação ocorre também de forma espontânea com o crescimento natural de uma fina camada de óxido nativo da ordem de 20 Å. Entretanto, para aplicações em MEMS é necessária uma camada mais espessa de óxido da ordem de 1µm ou mais, então, o silício é exposto a uma atmosfera de O<sub>2</sub> e submetido a processos de elevadas temperaturas da ordem de 1150 <sup>o</sup>C ao mesmo tempo em que é adicionando H<sub>2</sub> para enriquecimento da taxa de oxidação. Se substratos

alternativos forem usados é importante fazer uma deposição de óxido para aliviar os esforços mecânicos induzidos e isolar eletricamente os dispositivos.

### 3.2.2 Procedimentos Básicos de Deposição dos Filmes

Neste trabalho é empregado um sistema de RF de pulverização catódica reativa (projetado e montado no LSI/EPUSP) para deposição dos filmes de a-C:H. O alvo é de grafite com pureza de 99,9999 % colocado a 10 cm de abaixo da lâmina de silício oxidada. A pressão do processo foi de 5x10<sup>-3</sup> Torr e a potência de RF (13,56 MHz) é de 150 W, mantida constante durante o processo. A temperatura do substrato de silício é da ordem de 90 °C e a vazão dos gases de processo foram de 70 sccm.

O mesmo equipamento também é usado para deposição de filmes de ITO amorfo, sem recozimento térmico, livre de oxigênio. Outras amostras foram obtidas variando-se o conteúdo de oxigênio na proporção de 5 %, 10 %, 20 %, 40 % e 60 %. Neste caso, é trocado o alvo que é composto de In<sub>2</sub>O<sub>3</sub> e SnO<sub>2</sub>. O fluxo de argônio é constante durante a deposição com uma tensão de polarização DC de 75 V, mantida as demais condições de processo.

## 3.2.3 Procedimentos Básicos de Fotolitografia

Os procedimentos básicos de transferência dos motivos para as lâminas com os filmes depositados compreendem as etapas de limpeza usando álcool isopropílico durante 20 s a 3500 rpm seguidas da deposição do fotoresiste com pré-cura a 105°C em chapa quente. Posteriormente, a lâmina é exposta à luz ultravioleta durante 20 s com uma potência de 190 W (CCS/Unicamp) e revelada em KOH diluído em água deionizada. O processo é finalizado com a cura da lâmina com os motivos dos piezoresistores a 130 ºC durante 5 min.

### 3.2.4 Procedimentos Básicos de Corrosão dos Filmes

Um dos passos críticos para a obtenção de dispositivos baseados em filmes semelhantes ao diamante é a seletividade exigida para corrosão destes filmes. Diferentes técnicas de corrosão podem ser empregadas.

Neste trabalho foi usado um sistema de RIE – "Reactive Ion Etching" ou corrosão por íon reativo com plasma de  $O_2$  e que permite a corrosão de uma lâmina de cada vez à pressão constante de 50 mTorr e potência de RF (13,56 MHz) de 100 W, mantida constante durante o processo. O tempo médio de corrosão foi de 3 min.

Maboudian et al. (2004)<sup>30</sup> e Muthu et al. (2004)<sup>70</sup> descrevem procedimentos utilizados para corrosão de filmes do tipo SiC policristalinos, enquanto que, Medeiros et al. (2005)<sup>64</sup> e Massi et al. (1999)<sup>69,</sup> estabeleceram procedimentos padrões usando RIE para filmes do tipo DLC hidrogenado e não hidrogenado e com algum tipo e nível de dopante. Neste caso, observou-se que a taxa de corrosão dos filmes de DLC são maiores quando se incorpora N e F, sendo que em filmes com nitrogênio a taxa de corrosão é maior porque o mesmo apresenta uma fraca ligação química. A incorporação de flúor torna o filme mais resistente à corrosão devido à forte ligação química apresentada pela estrutura formada. O aumento da taxa de corrosão nos filmes de DLC pode também ser conseguido variando-se os parâmetros de processo como pressão e potência do plasma.

Na tabela 7 são mostrados alguns destes parâmetros para filmes sem adição de impurezas dopantes, corroídos a uma pressão da ordem de 6,5 Pa (50 mTorr).

Potência (W)	Taxa Corrosão	Taxa Corrosão
	$\left[\frac{nm}{\min}\right]$	$\left[\frac{nm}{\min}\right]$
	FilmeHidrogenado	Filme Não
		Hidrogenado
50	62	105
100	140	185
150	185	275

Tabela 7. Taxa de corrosão de filmes de DLC<sup>69</sup>.

De acordo com a tabela 7 observa-se que a taxa de corrosão dos filmes de DLC aumenta com a potência, sendo que filmes não hidrogenados apresentam uma taxa de corrosão da ordem de 35 % maior se comparada à taxa de corrosão dos filmes hidrogenados<sup>69</sup>.

### 3.2.5 Procedimentos Básicos de Metalização dos Filmes

O metal mais amplamente usado para fazer os contatos é o alumínio devido a sua fácil deposição por pulverização catódica ou evaporação. Este metal é compatível com a tecnologia tradicional de silício. Entretanto, o contato feito com Al não permite que dispositivos fabricados, por exemplo, com 3C-SiC opere em temperaturas elevadas, acima dos 450 °C, ponto de fusão do metal. Outros materiais com propriedades refratárias fazem também um bom contato ôhmico e alguns compostos tais como TiSi<sub>2</sub> e WiSi<sub>2</sub> e ligas de Au-Ta podem ser usados. Para altas temperaturas é possível utilizar metais com alto ponto de fusão, tais como, Ni, Ti, Mo e W.

Neste trabalho, é feita uma evaporação para definir os contatos de Al sobre DLC (a-C:H amorfo) através de uma evaporadora modelo AUTO 306 marca "Edwards". Uma massa de 30 mg de alumínio ultra puro é colocado sobre um filamento de tungstênio e o sistema fica submetido a uma pressão de 5x10<sup>-6</sup> mbar. Aplicando-se uma corrente elétrica controlada no filamento o metal é totalmente evaporado sobre a lâmina formando uma camada de 300 nm – 500 nm. Posteriormente, o alumínio é fotolitografado de acordo com os procedimentos

padrões e após é realizada a corrosão úmida com a imersão da lâmina em uma solução tipo 350  $H_3PO_4$  + 30  $HNO_3$  + 140  $H_2O$  a 40  $^{\circ}C$  durante 3 min. Finalizando o processo é feita a remoção do fotoresiste em acetona aquecida a 130  $^{\circ}C$  durante 10min seguida da limpeza em álcool isopropílico a 130  $^{\circ}C$  por mais 10 min.

Dependendo das etapas de processos e do tipo de filmes escolhidos é possível, por exemplo, fazer uma difusão de boro sobre substrato de silício tipo N antes do processo de deposição do filme. Este procedimento visa obter um bom contato de base para os piezoresistores que serão depositados sobre uma fina camada de óxido de silício. Após estas etapas é feita a abertura sobre o óxido para evaporação dos contatos, da parte de cima dos piezoresistores. Este tipo de arranjo permite que os piezoresistores formem uma estrutura tipo heterojunção na qual o fluxo de corrente se dá no eixo vertical de aplicação da mesma ao invés de ser lateral, como nas estruturas convencionais de piezoresistores fabricados com silício dopado<sup>31</sup>.

### 3.3 Projeto Físico das Estruturas de Teste

Existem muitas maneiras práticas para se implementar piezoresistores. Primeiramente, determinam-se os valores nominais desejados para as piezoresistências com base na resistividade destes filmes que, no caso, é da ordem de  $(10^5 - 10^{11} \Omega.cm)$  para a-C:H e a-C:H:N, respectivamente <sup>27, 69, 72,76,81</sup>. A partir de então, assume-se um modelo físico ideal de piezoresistor<sup>19</sup> utilizando o material escolhido, conforme ilustra a figura 15.



Figura 15. Modelo de piezoresistor usado para determinação dos parâmetros de projeto.

onde, w é a largura, L é o comprimento total e  $L_{ef}$  é o comprimento efetivo menos as dimensões mínimas exigida pelo processo de fotolitografia usado. Na sequência e de acordo com as equações básicas<sup>1</sup> normalmente usada para materiais semicondutores determinam-se os valores nominais dos piezoresistores através da equação,

$$R = R_s \frac{L}{W}$$
(24)

onde a razão geométrica (comprimento e largura)  $\frac{L}{W}$  é igual ao número de quadrados do material do piezoresistor.

Nas figura 16 (a) e (b) são mostrados o aspecto final de algumas estruturas de testes utilizando filmes de DLC tipo a-C:H/SiO<sub>2</sub>/Si/Al e as máscaras propostas nesta seção. A figura 16 (a) é um piezoresistor individual e a figura 16 (b) é um piezoresistor interdigital.



Figura 16. Fotografia de piezoresistores de filme de DLC.

Os piezoresistores fabricados foram caracterizados eletricamente e de forma individual. As medidas foram realizadas através de um sistema HP 4156 usando microprovadores conforme é ilustrado na figura 20 da seção 3.3.1. Com este arranjo experimental foi possível levantar as curvas I – V destes filmes. Cabe ressaltar que as estruturas de testes estão, também, configuradas em ponte completa de Wheatstone. Neste caso, as medidas elétricas não foram realizadas devido à alta resistência apresentada pelas estruturas e defeitos de descolamento de algumas

linhas de interconexão. A relação sinal/ruído, nestes filmes, é muito elevada e a ordem de grandeza das correntes elétricas é de 10<sup>-11</sup> A.

# 3.3.1 Arranjo Experimental para Medida da Sensibilidade Mecânica, Térmica e Elétrica das Estruturas de Teste

Walton<sup>12</sup> e Shor; Bemis e Kurtz (1994)<sup>33</sup> sugerem diferentes métodos para determinação do fator de sensibilidade mecânica de piezoresistores. Neste trabalho, as estruturas de testes de DLC tipo (a-C:H/Si/Ag) livre de dopantes e com diferentes percentuais de nitrogênio foram cortadas e coladas com epóxi sobre uma viga de aço inoxidável e as ligações dos contatos elétricos foram feitas com cola prata. O arranjo experimental, assim constituído, forma uma viga que responde a teoria da elasticidade. Neste arranjo a viga de aço é mais espessa do que os filmes e, portanto; o esforço mecânico é efetivamente transmitido para os piezoresistores de acordo com a seção 3.1. Na tabela 8 são mostrados as dimensões da viga de aço descrita e ilustrada na figura 11.

Dimensões Geométricas	[cm]
Х	12,57
d	1,045
W	3,15
t	0,108
L	12,95

Tabela 8. Dimensões geométricas da viga com os chips de teste.

Os procedimentos de montagem das amostras ou estruturas de teste sobre a viga de aço são ilustrados nas figura 17 (a) e (b).



Figura 17. Fotografia das estruturas testes. (a) aplicação de epoxy. (b) preparação dos contatos elétricos.

Inicialmente, o substrato inox recebe uma limpeza em ultrasom com solução de acetona aquecida a 60 °C durante 15 min e, posteriormente, aplica-se uma solução de limpeza (*catalisador*) removendo-se os excessos com (*neutralizador*), ambos comerciais. Finalmente, aplica-se cola epoxy, deposita-se sobre a superfície o chip teste e o conjunto passa, então, por um tratamento de cura em ambiente de nitrogênio durante 1 hora em estufa com temperatura controlada. As amostras são retiradas da estufa e inicia-se o processo de ligação elétrica utilizando-se cola prata como agente de solda, como ilustra a figura 17 (b). O conjunto passa, novamente, por um processo de cura durante 1,30 h em ambiente de nitrogênio.

O arranjo experimental, acima descrito, é mostrado com alguns detalhes de montagem na figura 18. Durante as medidas as amostras ficam em ambiente escuro, conforme ilustra a figura 18 (c). Neste caso, um epoxy isolante é depositado sobre as estruturas de teste.



Figura 18. Fotografia do arranjo experimental para caracterização mecânica dos filmes de DLC e ITO.

O procedimento acima descrito foi usado também para caracterizar elétrica, mecânica e termicamente os filmes tipo ITO. Em ambos os filmes as medidas elétricas foram realizadas com um multímetro marca Agilent 34411A de 6 e 1/2 dígitos mostrados na figura 18 (a).

Na figura 19 é mostrado, de forma esquemática, os arranjos experimentais feitos para as duas estruturas de testes utilizando filmes tipo DLC, analisadas neste trabalho. A área do chip de teste mostrados na figura 19 (a) é aproximadamente 0,032 mm<sup>2</sup>. Este chip foi usado para levantar as curvas I –V e o chip da figura 19 (b) de área aproximada 0,548 mm<sup>2</sup> foi usado para levantar as características de sensibilidade mecânica e térmica.



Figura 19. Esquemático das medidas. (a) chip teste de a-C:H/SiO<sub>2</sub>/Si/Al para medidas I-V. (b) estrutura de a-C:H/p-Si/Ag para medidas elétricas, mecânicas e térmicas.

A estrutura apresentada na figura 19 (a) foi caracterizada usando um sistema HP 4156 através da aplicação de uma tensão de 0V a 2,5V com passo de 10 mV nos contatos de alumínio através de microprovadores. As estruturas de testes foram cortadas, posteriormente, a laser no IEAv – Instituto de Estudos Avançados de São José dos Campos. Alguns detalhes dos cortes são mostrados na figura 21 (a) e (b).

O sistema HP de caracterização está ilustrado na figura 20 (a e b). A figura 20 (b) mostra detalhes das micro-pontas, suporte do porta amostras "chuk" com dispositivo de aquecimento e do microscópio.



Figura 20. Equipamento HP para caracterização das estruturas de teste.

As estruturas ilustradas na figura 19 (b) foram caracterizadas usando um multímetro digital Agilent 34411A após serem clivados de uma lâmina, conforme mostra a figura 18.

Na figura 21 são mostrados detalhes dos cortes a laser de algumas das estruturas de testes usadas neste trabalho. Neste caso, ainda são necessárias adequações nos processos de corte para evitar que os chips teste sejam danificados ou apresentem rebarbas. A finalidade destes testes de corte se deu pela necessidade de adptar os processos para o desenvolvimento futuro de transdutores piezoresistivos de pressão. Neste caso, os chips ao invés de serem colados sobre uma viga de aço serão colados em uma membrana feita de aço em uma estrutura tipo niple conforme é mostrado na figura 22.



Figura 21. Fotografia mostrando alguns detalhes do corte a laser de piezoresistores de DLC.

A figura 22 (a) ilustra um sensor de pressão com um chip teste na posição de repouso e a figura 22 (b) sobre a influência de uma pressão aplicada de baixo para cima de acordo com as flechas verticais. A figura 22 (c) mostra a aplicação da resina epoxy sobre o nípel e a figura 22 (d) apresenta a estrutura final do dispositivo em aço inox.



Figura 22. Ilustração e aspecto final de um dispositivo sensor de pressão em nipel de aço.

### 3.3.2 Descrição do Método para Determinação do TCR dos Filmes

O arranjo proposto na seção 3.3.1 possibilita também que o dispositivo montado seja submetido a um sistema de testes a temperatura controlada, visando realizar as medidas dos coeficientes de variação da resistência com a temperatura – TCR<sub>s</sub>. Neste caso, o conjunto viga mais piezoresistores são levados a uma câmara climática com temperatura controlada e em ambiente de nitrogênio. As ligações elétricas são feitas através de um cabo blindado resistente a altas temperaturas e ligados ao multímetro digital. Durante a implementação das medidas o multímetro permanece em temperatura ambiente de 27 °C e umidade relativa de 75 %. A equação (7), já descrita, é usada para determinar a variação da piezoresistência com a temperatura.

A figura 23 mostra a câmara utilizada para caracterizar os piezoresistores termicamente. Esta câmara é uma estufa com dispositivo de controle e monitoramento da temperatura. Para conectar os chips testes com o multímetro foram adaptados fios isolados e com separadores cerâmicos, mostrados em detalhes na figura 23 (b). Esta câmara possui, ainda, uma entrada de gás em sua parte inferior que pode ser controlado através de uma válvula. Durante todo o processo de leitura das medidas o fluxo de nitrogênio foi mantido constante.



Figura 23. Fotografia e detalhes de saída dos cabos e controle de temperatura da estufa.

A variação da temperatura se dá através dos ajustes no painel da própria estufa mostrado em detalhes na figura 23 (c). Neste trabalho foram realizados monitoramento da temperatura em intervalos de 1 ℃.

Na figura 24 (a) são mostrados alguns detalhes dos preparativos para caracterização térmica das amostras. A figura 24 (b) mostra aspectos internos da estufa com três amostras sendo aquecidas e a figura 24 (c) mostra as estruturas de teste após o aquecimento e retirada da câmara de caracterizações.



Figura 24. Detalhes e disposição interna das amostras na estufa.

Este arranjo experimental descrito é utilizado também para caracterizar filmes de ITO.

# 3.3.3 Modelos e Formulações Analíticas para Projeto de Transdutores Piezoresistivos

Nesta seção determinam-se analiticamente os procedimentos para implementação prática de transdutores de pressão usando filmes do tipo a-C:H. Inicialmente, são feitas algumas considerações sobre os modelos sugeridos para os semicondutores com estrutura cúbica e no capítulo 4 são mostrados os resultados de simulações usando os dados de Tibrewala et al. (2007)<sup>63</sup> seguindo os procedimentos descritos no capítulo 3.

### 3.3.4 Considerações Gerais para Projeto de Transdutores Piezoresistivos

Algumas simplificações nos modelos sugeridos pela literatura<sup>1,28</sup> permitem fazer as seguintes considerações gerais para projeto de transdutores piezoresistivos usando os filmes propostos neste trabalho:

1º - geralmente o substrato é mais espesso comparado à camada dos filmes piezoresistivos depositados de modo que as deformações longitudinais,  $\mathcal{E}_l$ , e transversais,  $\mathcal{E}_t$ , devem permanecer constantes sobre toda a espessura do filme;

2º - durante o processo de deposição da camada dos filmes piezoresistivos assume-se que propriedades elásticas e piezoresistivas devem ser invariantes durante todo o processo;

3º - a estrutura dos filmes é amorfa e deve ser muito menor do que a espessura da camada formada ou depositada;

4º - o GF dos filmes tem contribuição dos cristalitos do substrato e das fronteiras dos grãos de acordo com os modelos propostos por Volger e Petritz<sup>75</sup>. Entretanto, as mudanças na barreira de potencial produzidas por algum tipo de esforço, nas fronteiras dos grãos, podem influenciar no seu valor. De outro modo, quando o material possui características muito próximas da policristalina os efeitos das fronteiras dos grãos são desprezíveis.

 $5^{\circ}$  - o *efeito piezoresistivo* nos filmes amorfos é influenciado pelo tipo dos portadores de cargas, importantes para a resistência total do piezoresistor, bem como, para a sua mudança com o esforço mecânico aplicado,  $T_{xy}$ .

Diante do exposto é possível iniciar o modelamento e caracterização de um piezoresistor considerando o filme com as características acima descritas. Porém, o interesse prático de projeto mostra que é necessário encontrar uma equação adequada para medir a variação da resistência elétrica em regime de deformação mecânica,  $\mathcal{E}_{xy}$ , quando o piezoresistor é elongado na direção do eixo principal da deformação. Esta linha de raciocínio será usada para determinar os parâmetros dos filmes que são de interesse prático para o projeto de transdutores piezoresisitivos.

Para a fabricação de um piezoresistor é desejável obter uma estrutura que otimize tanto as propriedades elétricas quanto as mecânicas. As propriedades elétricas otimizadas minimizam os efeitos térmicos indesejáveis e maximizam o efeito piezoresistivo e as propriedades mecânicas dependem da aplicação dada ao material podendo afetar o desempenho metrológico do piezoresistor. A rugosidade da superfície pode produzir efeitos de histerese térmica através da criação de esforços mecânicos concentrados. Acredita-se que as propriedades mecânicas dos filmes em estudo sejam suavizadas devido aos parâmetros de processo<sup>27,72,76</sup> envolvendo a fase amorfa. Esta etapa ocorre, geralmente, a baixas temperaturas.

Neste trabalho assume-se que o material apresenta propriedades isotrópicas obedecendo a Lei de Ohm e a Teoria de Placas Delgadas as quais são aplicadas, usualmente, em projetos de sensores piezoresistivos <sup>1,21</sup>.

#### 3.3.5 Desenvolvimento de um Sensor de Pressão Piezoresistivo

Em sensores baseados em diafragmas a pressão é determinada pela deflexão destes, quando se aplica uma pressão. Diferentes formas geométricas podem ser usadas para a fabricação de diafragmas e os mesmos podem responder a pequenas ou a grandes deformações, de acordo com a teoria das placas delgadas<sup>21</sup>.

Uma das grandezas que determinam o máximo esforço mecânico e, conseqüentemente, a máxima sensibilidade do sensor fabricado é a espessura, t, dos filmes. O controle desta espessura é importante também na determinação da rigidez de flexão, D, de uma fina placa ou diafragma delgado de acordo com a equação,

$$D = \frac{Et^{3}}{12(1-v^{2})}$$
(25)

onde *E* é o módulo de Young´s e v é o coeficiente de Poisson do material. Existem diferentes métodos e procedimentos para determinação das tensões mecânicas em diafragmas flexionados<sup>56</sup> sobre os quais foram processados piezoresistores.

Na tabela 9, são mostradas algumas das propriedades mecânicas dos materiais usados no projeto de diafragmas.

Tipo de Material	Módulo de Young´s [N/m²]	Coeficiente de Poisson	Referências
Silício Monocristalino	1,8x10 <sup>11</sup>	0,28	53
Óxido de Silício	0,72x10 <sup>11</sup>	0,17	51
Silício Policristalino	1,61x10 <sup>11</sup>	0,23	28
Carbeto de Silício	3,7x10 <sup>11</sup>	0,1 – 0,3	52
(3C-SiC)			
DLC (a-C:H)	0,06x10 <sup>11</sup> – 3x10 <sup>11</sup>	0,2-0,4	37
ITO (In <sub>2</sub> O <sub>3</sub> :Sn)	0,998 x10 <sup>11</sup>	0,25	78
Aço inox	1,97x10 <sup>11</sup>	0,27	-

Tabela 9. Propriedades mecânicas de alguns filmes.

As relações entre rigidez das camadas de diferentes materiais podem ser estabelecidas usando a equação (25) e os parâmetros mostrados na tabela 9.

O dimensionamento físico de um diafragma pode ser feito analiticamente ou por Método dos Elementos Finitos. Nestes dois casos o diafragma é uma placa delgada que sofre pequenas deflexões de acordo com Timoschenko e Woinowsky-Krieger<sup>21</sup>.

A componente principal da tensão mecânica que aparece em um diafragma se deve a deflexão do próprio diafragma ou "bending stress" localizado na sua superfície. A carga sobre o diafragma é igual à pressão que se deseja medir. Esta pressão se relaciona com as constantes mecânicas do material que são dependentes da orientação cristalográfica do material. Assim, se as flexões ou deflexões, y, são pequenas<sup>31</sup> em relação a sua espessura, t, ou seja,

$$t \gg y_{m\acute{a}x} ou \ y_{m\acute{a}x} < \frac{1}{3}t \tag{26}$$

assume-se que não existem deformações no plano médio da placa delgada, o plano permanece neutro durante as flexões, o efeito das forças de cisalhamento são desprezíveis e o esforço mecânico normal na direção transversal do diafragma também pode ser desprezado nos cálculos.

Normalmente, usam-se soluções analíticas considerando as dimensões geométricas, espessura, e as razões de largura/comprimento além dos coeficientes de Poisson e o módulo de Young para determinar a distribuição do esforço mecânico sobre o diafragma, conforme é descrito a seguir.

#### 3.3.5.1 Formulação Analítica para Diafragmas Circulares

Diante das hipóteses estabelecidas (e que envolvem o esforço mecânico, a pressão aplicada e as dimensões da estrutura) determina-se que todas as componentes do esforço mecânico aplicado, por exemplo, em um diafragma circular podem ser expressas em função da deflexão sofrida de acordo com a equação<sup>21</sup>,

$$y_{max} = p \left(\frac{a^2 - r^2}{64D}\right)^2$$
 (27)

onde, p pressão uniforme aplicada no diafragma com todos os lados engastados, r é a distância radial ao centro do diafragma, a é o raio do diafragma conforme ilustra a figura 25. O deslocamento na direção radial de um ponto localizado na metade do plano do diafragma é representado por u.



Figura 25. Distribuição do esforço mecânico sobre um diafragma circular.

Portanto, a resistência dos materiais à flexão é perfeitamente explicada pela teoria das placas delgadas de tal modo que, fazendo as substituições da equação (26) na equação (27) encontra-se,

$$\left(\frac{a}{t}\right)^4 < \frac{3}{4} \frac{E}{p(1-\vartheta^2)}$$
(28)

Assim, por exemplo, para uma pressão aplicada de  $1 atm = 1,01295x10^5 N/m^2$  em um diafragma circular de aço inox encontramos a seguinte relação,

$$\frac{a}{t} < 38,17$$
 (29)

ou seja, um diafragma de aço inox sofre em torno de 40 % menos flexão, para uma mesma pressão aplicada, do que um diafragma feito de silício monocristalino. Este cálculo deve ser levado em consideração quando se projeta diafragmas com outros materiais que não seja o silício. Na tabela 10 é mostrado o efeito da deflexão sofrida por diferentes diafragmas mantendo as relações estabelecidas acima e os dados da tabela 9.

Tabela 10. Dados comparativos entre diferentes materiais para diafragmas circulares.

Silício         < 64,42
Carbeto de Silício         < 44,90           DLC         < 40,45
DLC         < 40,45           Aço inox         < 38,17
Aço inox < 38,17 Polisilício < 33.60
Polisilício < 33.60
ITO < 29,97
Óxido de Silício < 27,30

Em um diafragma circular engastado em todas as extremidades o esforço mecânico, T, radial e tangencial é dado por,

$$T_{y} = T_{r} = -\frac{3p}{8t^{2}} \left[ r^{2} (1 + \vartheta) - a^{2} (3 + \vartheta) \right]$$
(30)

$$T_{x} = T_{t} = -\frac{3p}{8t^{2}} \left[ r^{2} (1 + \vartheta) - a^{2} (1 + 3\vartheta) \right]$$
(31)

onde, p é a pressão, t é a espessura e v a relação de Poisson.

Usando-se os conceitos já estabelecidos pode-se determinar o máximo esforço mecânico nas bordas de um diafragma circular quando r = a através das equações,

$$T_{y} = T_{r} = -\frac{3pa^{2}}{4t^{2}}$$
(32)

$$T_x = T_t = \vartheta T_r \tag{33}$$

Podemos expressar também as deformações mecânicas radiais,  $\mathcal{E}_r$ , e tangenciais,  $\mathcal{E}_t$ , no centro dos diafragmas circulares através das equações,

$$\varepsilon_{rcentro} = \varepsilon_{tcentro} = \frac{3pr^2(1-\vartheta^2)}{8t^2E}$$
(34)

As deformações radiais diminuem na medida em que o raio do diafragma aumenta, tornando-se negativa e apresentando nas bordas um valor que é igual a duas vezes as deformações experimentadas pelo centro do diafragma. As deformações tangenciais diminuem e tendem a zero nas bordas do diafragma, de modo que podemos expressar estes resultados através das equações,

$$\varepsilon_r = -\frac{3pr^2(1-\vartheta^2)}{4t^2E}$$
(35)

$$\varepsilon_t = 0 \tag{36}$$

Estas equações são válidas considerando que os diafragmas possuem: um comportamento perfeitamente elástico; são completamente engastados nas extremidades; sofrem pequenas deflexões e possuem espessura uniforme em toda a sua extensão.

Do ponto de vista elétrico e mecânico relaciona-se a variação relativa da resistência elétrica com as componentes do esforço mecânico  $T_t = T_x$  e  $T_r = T_y$  tangencial e radial às bordas do diafragma e demais coeficientes de sensibilidade através da equação,

$$\begin{bmatrix} \frac{\Delta R}{R} \end{bmatrix}_{t} = \left( \frac{\Delta \rho}{\rho} \right)_{t} = \pi_{t} T_{t} + \pi_{r} T_{r}$$

$$\begin{bmatrix} \frac{\Delta R}{R} \end{bmatrix}_{r} = \left( \frac{\Delta \rho}{\rho} \right)_{r} = \pi_{t} T_{r} + \pi_{r} T_{r}$$
(37)

onde  $\pi_r e \pi_r$  são os coeficientes piezoresistivos transversal e longitudinal ao fluxo da corrente elétrica, respectivamente.

Em projeto de piezoresistores, normalmente, emprega-se valores tabelados para estes coeficientes. Entretanto, o ideal seria determiná-los, experimentalmente, uma vez que os parâmetros de processo também influenciam em seus valores.

Neste trabalho é proposta uma caracterização dos filmesde DLC e ITO com a finalidade de avaliar a sensibilidade destes filmes com o esforço mecânico e com a

mudança da temperatura. Estes resultados podem ser usados no projeto final de transdutores piezoresistivos.

### 3.3.5.2 Formulação Analítica para Diafragmas Quadrados

Como visto na seção 3.3.5, para diafragmas circulares, existem pelo menos dois métodos para dimensionar um diafragma para sensores piezoresistivos de pressão. Desse modo, empregando-se soluções analíticas e considerando as dimensões geométricas, espessura e as razões de largura/comprimento, além dos coeficientes de Poisson e o módulo de Young pode-se determinar a distribuição do esforço mecânico sobre um diafragma quadrado.

Diante das hipóteses estabelecidas (e que envolvem o esforço mecânico, a pressão aplicada e as dimensões da estrutura) determina-se que todas as componentes do esforço mecânico aplicado no diafragma podem ser expressas em função da deflexão sofrida de acordo com a equação,

$$y_{máx} = \frac{\alpha \ p \ b^4}{E \ t^3} \tag{38}$$

onde,  $\alpha$  é um coeficiente obtido da tabela 11 para placas delgadas<sup>21</sup> com todos os lados engastados sujeitas a uma pressão uniforme, p, aplicada no diafragma, b é a largura e E é o módulo de elasticidade do material usado para a fabricação.

As escolhas da forma geométrica do diafragma são dadas pela tabela 11. Assim, para uma determinada estrutura mecânica a tensão máxima na direção longitudinal nas bordas é dada por,

$$T_{ll} = \frac{\beta_1 p \, b^2}{t^2} \tag{39}$$

onde,  $\beta_1$  é a relação dos lados  $\frac{a}{b}$  mostrados na tabela 11 e ilustrado na figura 26.

Tabela 11. Parâmetro  $\alpha e \beta$  para placas retangulares com todas as extremidades fixas.

a/b	1,0	1,2	1,4	1,6	1,8	2,0	8
α	0,0138	0,0188	0,0226	0,0251	0,0267	0,0277	0,0284
β1	0,3078	0,3834	0,4356	0,4680	0,4872	0,4974	0,500



Figura 26. Ilustração de uma placa delgada com as bordas engastadas. Visão de cima.

Portanto, fazendo as substituições da equação (26) na equação (38) encontra-se,

$$\left(\frac{b}{t}\right)^4 < \frac{E}{5\alpha p} \tag{40}$$

Para uma pressão aplicada de  $1 atm = 1,01295 x 10^5 N/m^2$  no diafragma quadrado fabricado de DLC cuja relação seja  $\frac{a}{b} = 1$  obtem-se,

$$\frac{b}{t} < 81,20$$
 (41)

ou seja, um diafragma de DLC sofre em torno de 12 % menos flexão, para uma mesma pressão aplicada, do que um diafragma feito de silício monocristalino<sup>22</sup>. Na tabela 12 é mostrado o efeito da deflexão sofrida por diferentes diafragmas mantendo as relações estabelecidas acima e os dados da tabela 9.

Material	Relação $\frac{b}{t}$
Silício	< 71,46
Carbeto de Silício	< 85,57
DLC	< 81,20
Aço inox	< 73,09
Polisilício	< 69,50
ITO	< 61,66
Óxido de Silício	< 56,83

Tabela 12. Dados comparativos entre diferentes materiais para diafragmas quadrados.

Usando-se os conceitos já estabelecidos pode-se determinar o máximo esforço mecânico longitudinal (eixo x) que o diafragma de DLC pode ficar submetido através da equação (39) e o máximo esforço mecânico transversal (eixo y) que é dado por,

$$T_{\perp} = v T_{ll} \tag{42}$$

Em geral, a relação que existe entre a variação relativa da resistência, a qual é igual à variação relativa da resistividade específica, com as componentes do esforço mecânico  $T_{ll} = T_x$  e  $T_{\perp} = T_y$  médio constante paralelo e perpendicular às bordas do diafragma. As relações que existe entre estes e os demais coeficientes é dada através da relação,

$$\begin{bmatrix} \frac{\Delta R}{R} \end{bmatrix}_{ll} = \left(\frac{\Delta \rho}{\rho}\right)_{ll} = \pi_{ll}T_{ll} + \pi_{\perp}T_{\perp}$$

$$\begin{bmatrix} \frac{\Delta R}{R} \end{bmatrix}_{\perp} = \left(\frac{\Delta \rho}{\rho}\right)_{\perp} = \pi_{ll}T_{\perp} + \pi_{\perp}T_{ll}$$
(43)

onde  $\pi_{\parallel} e \pi_{\perp}$  são os coeficientes piezoresistivos paralelos (quando a corrente elétrica e o campo elétrico estão na mesma direção do esforço mecânico) e perpendiculares (quando a corrente e o campo elétrico estão perpendiculares ao esforço mecânico). Estes coeficientes dependem muito da orientação da elongação dos piezoresistores em relação ao eixo do cristal e do tipo de material (incluindo a concentração de dopantes) usado, de acordo com a equação,

$$\pi_{ll} = \frac{1}{2} (\pi_{11} + \pi_{12} + \pi_{44})$$

$$\pi_{\perp} = \frac{1}{2} (\pi_{11} + \pi_{12} - \pi_{44})$$
(44)

No projeto de piezoresistores normalmente emprega-se valores tabelados para estes coeficientes. Entretanto, o ideal seria determiná-los, experimentalmente, uma vez que os parâmetros de processo também influenciam em seus valores.

Os coeficientes piezoresistivos para os diferentes materiais são mostrados, resumidamente, na tabela 5 sendo que o  $\pi_{44}$ , por exemplo, para o SiC apresenta um valor muito pequeno e pode ser, em muitos casos, desprezível enquanto que os demais coeficientes são dominantes para os materiais policristalinos. Em materiais amorfos usam-se, normalmente, os coeficientes médios equivalentes de acordo com a direção de aplicação dos esforços mecânicos.

Fazendo as devidas substituições das equações (39) e (42) em (43) e (44) encontra-se a variação da resistência elétrica como sendo,

$$\left[\frac{\Delta R}{R}\right]_{II} = \frac{(\pi_{11} + \pi_{12} + \pi_{44})\beta_{1}pb^{2}}{2t^{2}} + \frac{(\pi_{11} + \pi_{12} + \pi_{44})\nu\beta_{1}pb^{2}}{2t^{2}}$$

$$\left[\frac{\Delta R}{R}\right]_{I} = \frac{(\pi_{11} + \pi_{12} - \pi_{44})\nu\beta_{1}pb^{2}}{2t^{2}} + \frac{(\pi_{11} + \pi_{12} - \pi_{44})\beta_{1}pb^{2}}{2t^{2}}$$
(45)

logo, a relação geométrica entre os lados do diafragma será determinada por,

$$\frac{b}{t} = \sqrt{2 \left( \frac{\left[\frac{\Delta R}{R}\right]_{ll}}{(1+\nu)\beta_1 p \pi_{11} + \pi_{12} + \pi_{44}} \right)}$$
(46)

uma vez que os valores de  $\left[\frac{\Delta R}{R}\right]_{ll} = \left[\frac{\Delta R}{R}\right]_{\perp}$  são praticamente iguais.

Portanto, substituindo a equação (41) na equação (46) encontra-se a variação da resistência como sendo,

$$\frac{\Delta R}{R} < 0.1714 \quad \text{para} \quad p = 760 \text{mmHg} \tag{47}$$

Como pode ser observada nas equações a pressão é proporcional à variação da resistência elétrica, assim, o ideal é que este valor  $\frac{\Delta R}{R}$  seja o maior possível. Entretanto, deve existir um compromisso entre as dimensões geométricas do sensor e os valores das resistências visando otimizar a sensibilidade dos dispositivos que são projetados e colocados em prática.

Em um diafragma de material cristalográfico a orientação dos piezoresistores pode seguir o esquema mostrado na figura 27.



Figura 27. Piezoresistores sobre uma lamina de Silício no plano {001} ou (100).

Na figura 27,  $\lambda$  é a orientação, em radianos, do esforço mecânico uniaxial,  $\sigma$ , e  $\varphi$  é o alinhamento do piezoresistor tendo como referência o eixo do cristal [110]. O eixo  $[\bar{1}10]$  é paralelo ao chânfro primário da lâmina e os eixos x e y correspondem às direções <110> do leiaute desejado.

Baseado em regras de leiaute estabelecidas pelo projetista os piezoresistores podem ser alinhados paralela ou perpendicularmente ao chânfro primário da lâmina,

os quais podem ficar nas direções  $\varphi = \frac{\pi}{4}$  (eixo do crystal [110]) ou  $\varphi = \frac{3\pi}{4}$  (eixo do crystal [110]). Portanto, uma equação mais genérica e que envolve estes ângulos pode ser dada por,

$$\frac{\Delta R}{R} = T \left[ \pi_{11} \left( \frac{1}{2} + \frac{1}{2} \cos 2\varphi \cos 2\lambda \right) + \pi_{12} \left( \frac{1}{2} - \frac{1}{2} \cos 2\varphi \cos 2\lambda \right) + \pi_{12} \left( \frac{1}{2} \sin 2\varphi \sin 2\lambda \right) \right] (48)$$

a equação (48) se reduz para o alinhamento acima descrito na equação,

$$\frac{\Delta R}{RT} = \frac{\pi_{11} + \pi_{12} \pm \pi_{44} \sin \lambda}{2}$$
(49)

onde  $\pi_{44}$  é positivo para  $\varphi = \frac{\pi}{4}$  e negativo para  $\varphi = \frac{3\pi}{4}$ .

As relações estabelecidas pela equação (46) mostram que  $\frac{\Delta R}{R}$  é proporcional a relação  $\left(\frac{b}{t}\right)^2$  de modo que, quanto maior forem as dimensões geométricas do diafragma maior será a sensibilidade. Entretanto, existe uma tendência em se fabricar dispositivos miniaturizados, o que exige do projetista a escolha da melhor relação (tamanho versus sensibilidade) do dispositivo.

## **4 RESULTADOS E DISCUSSÕES**

Neste capítulo são mostrados os resultados de simulações de acordo com as equações estabelecidas pela literatura através do programa Matlab<sup>™</sup>. Estas simulações permitem fazer uma estimativa dos valores nominais das piezoresistências, resistência de folha, resistividade, concentração de dopantes e fator de sensibilidade eletro-mecânica de filmes de DLC tipo a-C:H. Simulações do funcionamento de um sensor piezoresistivo de pressão com diafragma quadrado e circular usando filmes de DLC também são realizadas e comparadas.

# 4.1 Modelamento e Determinação da Piezoresistência Usada como Elemento Sensor

Nesta seção é usado o programa Matlab<sup>TM</sup> para fazer uma estimativa dos valores das piezoresistências de filmes de DLC tipo a-C:H. Este modelamento permite verificar o comportamento da resistência de folha com o comprimento e com a espessura dos filmes e estimar o valor da resistividade a partir das dimensões geométricas das piezoresistências na temperatura ambiente. Na sequência, é feita uma estimativa dos valores das piezoresistências aplicando-se uma voltagem elétrica na faixa de 0 a 2,5V com incrementos de 10 mV para piezoresistores com as seguintes características físicas e geométricas: resistividade da ordem de  $\rho \ge 10^4$ ,  $w = 50 \ \mu m$ ,  $t = 1 \ \mu m$  e comprimento variando conforme mostra a tabela 13.

As piezoresistências são dimensionadas em função do número de quadrados exigidos para se obter o valor nominal desejado. É possível obter, a partir das dimensões geométricas, uma estimativa da resistividade em função da espessura do filme. Estes valores são importantes para se adequar o projeto de piezoresistores para dispositivos transdutores de pressão quando se tem a possibilidade de ajustar os parâmetros de processo de deposição dos filmes.

Para se ter uma estimativa dos valores das piezoresistências que serão projetadas foram usados os dados da tabela 6 e os valores mostrados na tabela 4.

O número de quadrados exigidos para se obter um piezoresistor de filme de DLC com valor ôhmico nominal, na temperatura ambiente, estimado em aproximadamente 3,2 G $\Omega$ , são mostrados na figura 28. Neste caso, mantem-se a largura fixa em w=50 µm e varia-se o comprimento em intervalos de 200 µm.



Figura 28. Curva da resistência de folha pelo comprimento do piezoresistor para filme tipo a-C:H.

O comportamento da resistividade em função da espessura do filme de DLC tipo a-C:H na temperatura ambiente é mostrado na figura 29. A espessura máxima dos filmes é da ordem de 1 µm.



Figura 29. Resistividade do filme de a-C:H em função da espessura.

O valor da resistividade é obtido considerando-se somente as dimensões geométricas das piezoresistências. Os mecanismos físicos envolvidos para explicar a condução nos filmes de DLC não são considerados nestas simulações.

Na figura 30 é mostrada a curva da resistência nominal desejada em função do comprimento dos piezoresistores.



Figura 30. Resistência nominal em função do comprimento dos piezoresistores.

A partir dos resultados mostrados nas figuras anteriores é possível escolher o valor nominal desejado da piezoresistência e projetar o elemento sensor.

Do ponto de vista de dimensões geométricas o ideal é obter um resistor puntual, uma vez que o mesmo será arranjado em uma área correspondente do diafragma em posições onde os esforços mecânicos são máximos. Porém, do ponto de vista da caracterização elétrica, mecânica e térmica, de nosso interesse, é interessante projetar piezoresistores com dimensões maiores. Este procedimento facilita a realização das medidas e não envolve um arranjo experimental de caracterização muito complexo permitindo estimar o fator de sensibilidade efetivo (coeficiente piezoresistivo) de modo mais simples.

Na tabela 13 é mostrada uma síntese dos resultados simulados e calculados para os piezoresistores assumindo apenas os valores geométricos.

Comprimento	Resistência	Resistência folha	Resistividade	Espessura
[µm]	[GΩ]	[Ω/quad. x 10 <sup>8</sup> ]	[Ω.cm x 10 <sup>3</sup> ]	[cm x 10 <sup>-4</sup> ]
200	0,6160	1,5400	0,1540	0,0100
400	1,2320	1,1025	1,2128	0,1100
600	1,8480	0,9567	2,0090	0,2100
800	2,4640	0,8838	2,7396	0,3100
1000	3,0800	0,8400	3,4440	0,4100
1200	3,6960	0,8108	4,1353	0,5100
1400	4,3120	0,7900	4,8190	0,6100
1600	4,9280	0,7744	5,4981	0,7100
1800	5,5440	0,7622	6,1740	0,8100
2000	6,1600	0,7525	6,8477	0,9100

Tabela 13. Resultados da simulação.

Na figura 31 apresenta-se uma estimativa dos valores das piezoresistência quando uma tensão de 0 V a 2,5 V em intervalos de 10 mV é aplicada nos terminais das piezoresistências mostradas na figura 19 (a).



Figura 31. Valores da resistência em função da tensão elétrica aplicada para filmes a-C:H.

Usando os dados de Staryga e Bak (2005)<sup>80</sup> é possível fazer uma estimativa da concentração dos portadores de carga nos filmes a-C:H com pequenas regiões cristalinas misturados com ligações sp<sup>3</sup> e sp<sup>2</sup>. Neste caso, assumiu-se um valor de mobilidade para os elétrons e para os buracos como se o filme fosse diamante, uma vez que os valores para os filmes de DLC são fortemente dependentes do processo, ou seja, a condutividade depende das condições do processo, tais como: potência de RF, temperatura do substrato, voltagem de polarização e métodos de deposição. Em geral, a faixa de condutividade dos filmes de DLC pode alterar em mais de 10 ordens de grandeza. Por outro lado, Grill (1999)<sup>82</sup> mostra que os filmes de DLC são caracterizados por apresentarem altos valores de resistividade numa faixa muito ampla entre  $10^2$  a  $10^{16} \Omega$ .cm, sempre associada com as condições de deposição. Estes resultados são mostrados na figura 32. A espessura, largura, e resistência são mantidas constantes, de modo que a resistividade deve ser a mesma para ambos os tipos de filmes. Assim, o que deve mudar é, neste caso, a concentração dos dopantes. A incorporação de dopantes como metais ou nitrogênio podem reduzir a

resistividade por várias ordens de grandeza, porém ainda existem poucas evidências desta eficiência.



Figura 32. Estimativa da resistividade em função da concentração de dopantes em filmes de diamante.

É mostrado na figura 33 que, se uma resistência de 3,2 GΩ fosse projetada, poderia ser escolhido e utilizado qualquer um dos materiais. Neste caso, os demais parâmetros deveriam ser mantidos fixos para que a resistividade fosse a mesma. Neste caso, o projetista deveria escolher o dopante adequado e o processo de obtenção dos filmes. Existe um compromisso entre o fator de sensibilidade, tipo de material e mecanismos de condução dos portadores de carga para cada um dos materiais escolhidos.



Figura 33. Comparação da resistividade pela concentração de dopantes entre diferentes materiais.

Os resultados das simulações mostrados na figura 34 indicam que existe certa dificuldade para se projetar uma piezoresistência típica de 2500  $\Omega$ , normalmente usada em projetos de sensores piezoresistivos de pressão com silício mono ou policristalino, mantendo-se todos os demais parâmetros fixos para os fimes de DLC amorfo. Neste caso, deveria ser drasticamente mudado os parâmetros de processo para estes filmes porque os níveis de concentração de dopantes exigidos seriam muito elevados. Nesta simulação verifica-se que a concentração de dopantes está na faixa em que os valores para os coeficientes piezoresistivos são máximos para o silício mono e policristalino, de acordo com a literatura<sup>83,84,85,86</sup>.



Figura 34. Estimativas para projeto de piezoresistências com valores típicos de 2500Ω.

A partir dos resultados da figura 34 verifica-se que, se as dimensões geométricas das piezoresistências fossem mantidas fixas variando-se apenas o valor nominal ôhmico, ainda assim, seria possível fabricar piezoresitores com todos os materiais com exceção do a-C:H. Neste caso, os demais materiais estão dentro da faixa de concentração e seguem o perfil das curvas mostradas pela literatura.

### 4.2 Estimativas do Fator de Sensibilidade Mecânica das Pizoresistências

Nesta seção é feita uma estimativa do fator de sensiblidade mecânica para as estruturas de teste usando filmes do tipo DLC (a-C:H/Si/Ag) mostradas na figura figura 19 (b) usando as equações descritas na seção 3.1 e os dados da tabela 8. Neste caso, estimou-se o comportamento elétrico-mecânico de uma piezoresistência

da ordem de  $10^6 \Omega$  para um nível de deformação mecânica de tensão de 1600 µ $\epsilon$ , uma espessura de 1 µm e uma resistividade da ordem de 570  $\Omega$ .cm. Os resultados são mostrados na figura 35.



Figura 35. Curva típica da Piezoresistência em função da força para um filme de a-C:H.

Os resultados obtidos pelas simulações são coerentes com os resultados apresentados por Tibrewala et al.  $(2007)^{63}$  o qual mostra piezoresistores de filme de DLC amorfo (a-C:H) com diferentes valores de resistividade (2,65 MΩ.cm, 0,62 MΩ.cm, 180 MΩ.cm, 350 a 750 MΩ.cm). Os piezoresistores de espessura da ordem de 0,5 µm foram colocados em uma posição próxima às bordas de uma membrana ficando sujeitos a níveis de esforços mecânicos máximos tanto de tensão como de compressão. As estruturas permitiram avaliar tanto o efeito longitudinal como transversal das deformações mecânicas sofridas pelos extensiômetros ou "strain gauges". Em outro trabalho, Tibrewala et al. (2007)<sup>49</sup> mostra avaliações para filmes tipo DLC (a-C) de 0,5 µm de espessura sobre vários tipos de substrato, tais como: a-C/n-Si, a-C/p-Si, a-C/SiO<sub>2</sub>. A condutividade elétrica dos filmes foi medida em
estruturas sobre substrato de silício de espessura da ordem de 400 μm e para os filmes sobre óxido a espessura foi de 0,5 μm. Os valores são (2,6 Ω/cm, 4,3 Ω/cm, 6,6 Ω/cm), respectivamente. A espessura da membrana em ambas as estruturas é de 50 μm. Os efeitos da força sobre as piezoresistências foram mostrados tanto para esforços mecânicos de tensão como de compressão. Tibrewala et al.  $(2007)^{45}$  estudou, ainda, o comportamento de piezoresistências na forma de "finger" (dedo) de DLC tipo (DLC/p<sup>+</sup>-Si e DLC/SiO<sub>2</sub>) quando uma força foi aplicada.

Na Figura 36 é fornecida uma idéia das deformações mecânica nas estruturas de teste propostas neste trabalho. Nesta situação, uma força é aplicada sobre a viga engastada para induzir as deformações.



Figura 36. Curva da piezoresistência em função da deformação mecânica em um filme de a-C:H.

A curva mostrada na figura 36 está de acordo com a mostrada por Tibrewala et al.  $(2006)^{47}$  para filmes a-C:H da ordem de 1 µm submetidos a uma força de compressão. Os níveis de deformação mecânica sofrida por estes filmes são da ordem de 40 µ $\epsilon$  e a membrana de silício é do tipo "Boss".

A curva de deflexão de uma viga de aço engastada em função da carga aplicada ao longo do comprimento da viga é mostrada na figura 37 . A espessura máxima da viga é da ordem de 1  $\mu$ m e o comprimento máximo é de 12 cm. O chip teste colado sobre a viga tem uma área média de 0,54 cm<sup>2</sup>.



Figura 37. Curva da distribuição da carga em função da deflexão da viga engastada.

Uma varedura da deflexão sofrida pela viga engastada ao longo da posição, eixo-x, de aplicação da força é mostrada na figura 38. A constante elástica desta viga é da ordem de 2,40 x  $10^9$  N/m e o máximo esforço mecânico aplicado é 3,11 x  $10^8$  N/m<sup>2</sup>.



Figura 38. Visualização da deflexão da viga no eixo-x em função da posição.

Os resultados mostrados na figura 38 seguem a teoria de Euler-Bernoulli para uma viga engastada sendo que a posição de aplicação da força mecânica tem uma dependência cúbica, de acordo com os resultados propostos para os filmes tipo a-C analisados por Peiner et al. (2007)<sup>87</sup>.

As análises feitas anteriormente permitem usar o método descrito na seção 3.1 para avaliar o comportamento de piezoresistências fabricadas com diferentes materiais.

Na próxima seção é feita uma simulação dos valores de projeto de transdutores de pressão piezoresistivos com base no método analítico descrito nas seções 3.3.3 e posteriores do capítulo 3.

#### 4.3 Simulações Mecânicas e Elétricas para um Transdutor Piezoresistivo

Nesta seção são mostrados os resultados de simulações realizadas em Matlab<sup>™</sup> usando as equações descritas nas seções anteriores.

Na figura 39 é mostrada a rigidez mecânica de cinco materiais diferentes e sua variação com a espessura do filme considerado. Esta curva foi obtida usando o software Origin, a partir da equação (25) e dos dados mostrados na tabela 4.



Figura 39. Curva comparativa da rigidez mecânica dos materiais em função da espessura.

A análise da figura 39 permite evidenciar a relação de rigidez que existe entre os diferentes materiais quando da escolha do processo para fabricação do diafragma que pode ser a-C:H/Si ou a-C:H/SiO<sub>2</sub>/Si.

Os resultados da mudança da resistência elétrica em relação às dimensões geométricas do diafragma quadrado de 570 µm de acordo com as equações (41) e

(46) para uma pressão constante de 1atm são mostrados na figura 40. A menor espessura do diafragma simulado é de 38 μm e a máxima é de 380 μm.



Figura 40. Relação entre a variação da resistência e as dimensões geométricas do diafragma de DLC.

Verifica-se pela análise da figura 40 que existe certa proporcionalidade entre a variação da resistência elétrica e as dimensões do diafragma. Nesta figura observa-se, ainda, que a sensibilidade do sensor é proporcional a  $\frac{\Delta R}{R}$  sendo que este valor deve ser o maior possível para se obter um dispositivo sensor muito sensível. Entretanto, a tendência atual é obter dispositivos de tamanho reduzido e isto implica, então, em se obter coeficientes piezoresistivos otimizados. Estes coeficientes são propriedades intrínsecas de cada elemento sensor e devem ser otimizados pelo projetista para se obter os maiores valores possíveis em um determinado projeto particular. Quando as dimensões geométricas do sensor não desempenham um papel fundamental, o melhor seria obter diafragmas de maior largura possível. Assim, a pressão aplicada poderia ser maior e o transdutor teria uma resposta elétrica proporcionalmente maior a esta pressão. Conclui-se da análise da figura 40 que o ideal seria obter diafragmas o mais fino e largo possível pois assim a variação da resistência elétrica seria muito significativa e o transdutor apresentaria uma grande sensibilidade para os pequenos esforços aplicados. Uma boa regra de projeto é estabelecer uma razão de  $\frac{\Delta R}{R} = 0,01$ ou 1% como sendo um sensor relativamente sensível. Neste caso particular é desejável estabelecer uma razão  $\frac{b}{t} = 100$  para que o transdutor se enquadre como sendo sensível, para uma pressão máxima de 1atm.

A curva de flexão de um diafragma quadrado de Silício sujeito a uma pressão máxima de 1 atm é mostrada na figura 41. Nesta figura foram mantidas fixas as dimensões (largura e comprimento) do diafragma variando-se apenas a espessura, de acordo com a equação (38).



Figura 41. Deflexão máxima no centro do diafragma quadrado.

A tensão mecânica máxima,T<sub>x</sub>, na direção longitudinal nas bordas do diafragma foi obtida através da equação (39) para uma pressão máxima de 1atm. Estes resultados são mostrados na figura 42.



Figura 42. Esforço mecânico longitudinal em função da espessura do diafragama quadrado.

O esforço mecânico transversal,  $T_y$ , sofrido pelo diafragma em função da espessura e da pressão aplicada de acordo com a equação (42) é mostrado na figura 43.



Figura 43. Esforço mecânico transversal em função da espessura.

Simulações sobre o comportamento do esforço mecânico nos eixos (x,y) do diafragma foram realizados e os resultados são apresentados na figura 44.



Figura 44. Comparação dos esforços mecânicos submetidos a uma pressão de 1atm.

Analisando a figura 44 verifica-se que para uma mesma pressão o esforço mecânico longitudinal tem maior importância na deflexão máxima sofrida pelo diafragma uma vez que o esforço mecânico transversal é diretamente proporcional ao coeficiente de Poisson. Nestas simulações a menor espessura testada para os diafragmas foi da ordem de 38 µm e a máxima alcançou quase a espessura do próprio substrato de silício. Para verificar o comportamento do diafragma em termos de pressão aplicada a medida que a espessura aumenta também foram realizadas as simulações as quais são mostradas na figura 45. Estas simulações mostram que um diafragma de Silício deve seguir a teoria das pequenas deflexões quando a razão  $\frac{b}{t} < 71,5$ , ou seja, devem estar em conformidade com a equação (40). Neste caso, deflexões menores do que 1/5 da espessura do diafragma são aceitas, caso contrário deve-se utilizar a teoria das grandes deflexões<sup>21</sup>. De modo análogo um diafragma de DLC deve seguir a relação  $\frac{b}{t} < 81,20$ .



Figura 45. Curva da pressão em função da espessura.

O efeito piezoresistivo macroscópico em um piezoresistor de DLC submetido a esforços mecânicos longitudinais e transversais é mostrado na figura 46. Neste caso, são considerados os coeficientes piezoresistivos fornecidos pelas literaturas<sup>13,15,34,63,88,89</sup> e, resumidamente, mostrados na tabela 5, na temperatura ambiente. Nesta simulação a equação (45) é usada e os valores obtidos são comparados com as equações (43) e (44).



Figura 46. Variação da resistência em função dos esforços mecânicos em diafragmas quadrado.

Verifica-se através da curva mostrada na figura 46 que existe um desvio da ordem de 53% entre os valores obtidos entre as equações utilizadas. Portanto, em projetos de dispositivos transdutores deve-se escolher adequadamente o modelo a ser utilizado.

Na figura 46 é indicado, ainda que, o coeficiente  $\pi_{_{44}}=0$  e os coeficientes  $\pi_{_{11}} e \pi_{_{12}}$  são dominantes. Nesta mesma figura, são comparados os valores para os coeficientes piezoresistivos usando as equações (43) e (44). Neste caso, assume-se um coeficiente piezoresistivo efetivo dado por  $\pi = \pi_{_{41}} = \pi_{_{12}}$  de modo que uma das curvas mostra que o coeficiente  $\frac{\pi_{_{41}}}{2}$  (fica dividido por dois) e na outra se assume a soma entre os coeficientes integrais de acordo com a equação (43). Se os coeficientes piezoresistivos possuem sinais diferentes este deve ser considerado.

Os resultados mostrados acima indicam que apesar, dos coeficientes piezoresistivos serem positivos e, relativamente, pequenos pode-se estimar com facilidade e com boa precisão o comportamento piezoresitivo dos dispositivos

transdutores. Entretanto, devido aos parâmetros de processo influenciar de forma significativa nos valores destes coeficientes o ideal é determiná-los experimentalmente até que um determinado processo seja bem caracterizado. Neste trabalho, seção 3.3, é descrito um procedimento experimental para determinação individual dos coeficientes piezoresistivos, o qual é usado em filmes de DLC e ITO.

#### 4.4 Comparações entre Transdutores com Diafragma Quadrado e Circular

A curva de flexão de um diafragma circular de silício sujeito a uma pressão máxima de 1atm é mostrada na figura 47. Nesta figura assume-se que o lado do diafragma quadrado é igual ao próprio raio do diafragma circular e a espessura do diafragma varia de acordo com a equação (28).



Figura 47. Deflexão máxima no centro do diafragma circular.

A tensão mecânica máxima na direção longitudinal, T<sub>r</sub>, nas bordas do diafragma circular, de acordo com a equação (32) e com pressão máxima de 1 atm é mostrada na figura 48.



Figura 48. Esforço mecânico radial em função da espessura do diafragma circular.

O esforço mecânico transversal,  $T_t$ , sofrido pelo diafragma em função da espessura e da pressão aplicada de acordo com a equação (33) é mostrada na figura 49.



Figura 49.Esforço mecânico transversal em função da espessura do diafragma circular.

O comportamento do esforço mecânico nos eixos (x,y) do diafragma circular é mostrado na figura 50.



Figura 50.Comparação dos esforços mecânicos submetidos a uma pressão de 1atm.

Analisando a figura 50 verifica-se que para uma mesma pressão o esforço mecânico radial tem maior importância na deflexão máxima sofrida pelo diafragma uma vez que o esforço mecânico transversal é diretamente proporcional ao coeficiente de Poisson. Como no caso do diafragma quadrado nestas simulações a menor espessura testada para os diafragmas foi da ordem de 38 µm e a máxima é a espessura do próprio substrato de silício.

Simulações sobre o comportamento do diafragma circular, em termos de pressão aplicada à medida que a espessura aumenta são mostradas na figura 51. Esta simulação mostra que um diafragma de silício deve seguir a teoria das pequenas deflexões quando a razão  $\frac{a}{t} < 64,42$  em conformidade com a equação (28). Neste caso, deflexões menores do que 1/5 da espessura do diafragma são aceitas e em caso contrário deve-se utilizar a teoria das grandes deflexões<sup>21</sup>. De modo análogo um diafragma de aço inox deve seguir a a relação  $\frac{a}{t} < 38,17$ .



Figura 51.Curva da pressão em função da espessura para um diafragma circular.

O efeito piezoresistivo macroscópico em um piezoresistor de filme de DLC submetido a esforços mecânicos radiais e transversais para um diafragma circular é mostrado na figura 52. Neste caso, são considerados os coeficientes piezoresistivos fornecidos por Tibrewala et al. (2007)<sup>63</sup> e, resumidamente, mostrados na tabela 5, na temperatura ambiente.



Figura 52. Variação da resistência elétrica em função dos esforços mecânicos em diafragmas circular.

A curva acima indica que existe uma diferença da ordem de 56 % entre os valores obtidos para as variações da piezoresistência com os esforços mecânicos radiais e transversais. Portanto, em projetos de dispositivos transdutores deve-se escolher adequadamente o modelo a ser utilizado para otimizar estes efeitos.

#### 4.5 Análise e Comparações entre os Projetos de Sensores

Observa-se que a deflexão em função da pressão em diafragmas quadrados segue uma ordem quadrática e nos diafragmas circulares essa tendência é linear. Em diafragmas quadrados a ordem de grandeza dessa deflexão é 1,5 x 10<sup>-9</sup> m, enquanto que, para os diafragmas circulares com raio equivalente ao lado dos

diafragmas quadrados, a deflexão é da ordem de 2.5 x 10<sup>-12</sup> m. Em ambos os casos, os demais parâmetros geométricos foram mantidos constantes.

A distribuição dos esforços mecânicos em diafragmas quadrados (longitudinais e transversais) segue, assim como nos diafragmas circulares (radiais e tangenciais) o formato quadrático com a mesma ordem de grandeza, ou seja,  $10^5 \text{ N/m}^2$ . Porém, os diafragmas circulares apresentam valores negativos devido às características geométricas. Os valores apresentados na figura 49, quando comparados com os valores apresentados pela figura 43, mostram que os diafragmas circulares são, praticamente, 2.4 vezes mais sensíveis do que os diafragmas quadrados.

A variação da resistência elétrica em função da distribuição dos esforços mecânicos em ambos os tipos de diafragmas apresentam a mesma ordem de grandeza e mostra, mais uma vez que, quanto menor a espessura dos diafragmas maior será esta variação, como se espera de um dispositivo sensível a pressão aplicada. Dessa análise, verifica-se que diafragmas são na verdade amplificadores de esforços mecânicos.

# 4.6 Resultados das Caracterizações Elétricas, Mecânicas e Térmicas dos Filmes de DLC e ITO

Nesta seção são analisados e comparados os resultados obtidos das caracterizações elétricas, mecânicas e térmicas dos filmes amorfos estudados. A análise feita tem por base o arranjo experimental descrito no capítulo 3. Inicialmente, são analisados dois tipos de estruturas testes para os filmes de DLC amorfo. A primeira é para filmes de DLC (a-C:H/SiO<sub>2</sub>/Si/Al) não dopados e a a segunda análise é feita para filmes tipo DLC (a-C:H/p-Si/Ag) com variação de 40% e 60% de nitrogênio. Em seções posteriores é feita a análise das caracterizações para filmes de ITO.

#### 4.6.1 Resposta Eletrica de Piezoresistores de Filme de DLC

Piezoresistores de DLC (a-C:H/SiO<sub>2</sub>/Si/Al) descritos na figura 19(a), capítulo 3, seção 3.3.1 com área média de  $0,032mm^2$ , espessura de 1 µm, diferentes comprimentos e largura fixada em 40 µm foram caracterizados através de um sistema HP 4156 aplicando-se uma tensão de 0 V a 2,5V com incrementos de 10 mV. A resposta elétrica destes filmes é mostrada na figura 53.



Figura 53.Curvas I-V para um filme de DLC (a-C:H/SiO<sub>2</sub>/Si/Al).

Os resultados apresentados na figura 53 evidenciam que, na temperatura ambiente, os quatro chips teste com comprimentos diferentes apresentam características elétricas muito similares. Este comportamento elétrico é característico para filmes tipo a-C:H para pequenos campos elétricos e estão de acordo com os resultados mostrados por Peiner et al. (2006)<sup>90</sup>.

A partir dos resultados mostrados na figura 53 foram obtidos os valores para a resistividade média destes filmes em função dos comprimentos dos piezoresistores conforme ilustra a figura 54.



Figura 54. Resistividade elétrica de filmes tipo DLC em função do comprimento do piezoresistor.

Os valores médios das medidas da resistividade destes filmes, acima mostrados, foram da ordem de  $2,17 \times 10^4 \Omega$ .cm. Usando medidas baseadas no efeito Hall encontrou-se uma resistividade da ordem de  $1,54 \times 10^4 \Omega$ .cm, para algumas amostras de  $0,25 \mu$ m de espessura.

Na literatura<sup>91,92,72,81</sup> é mostrado que os filmes de carbono amorfo e na forma hidrogenada, na temperatura ambiente, apresentam mais do que 10 ordens de grandeza de diferença nos valores da condutividade elétrica e são muito dependentes dos parâmetros de processo. Os valores de condutividade encontrados, neste trabalho, estão dentro da faixa de medidas esperadas uma vez que existem também variações de processo.

Os mecanismos de condução em filmes amorfos são bastante complexos devido as diferentes microestruturas apresentadas e a existência de um número muito grande de estados de banda proibida de energia. A estrutura eletrônica de um sistema amorfo pode-ser descrita em termos de sua densidade de estados sendo

possível, então, otimizar um filme a-C:H como um piezoresistor e se ter uma idéia dos mecanismos que controlam as características do sensor fabricado. Em muitos casos, mecanismos de injeção não balanceada e mecanismos de transporte de portadores de carga são os responsáveis pelas características das respostas dos elementos sensores, piezoresistores.

Existem pelo menos seis diferentes processos que descrevem a corrente elétrica em isolantes e que podem ser aplicados para entender os mecanismos de condução em filmes amorfos que apresentam, de algum modo, defeitos em sua estrutura. Para um determinado isolante cada processo de condução pode dominar em determinada temperatura e faixa de voltagem aplicada. Estes processos são, algumas vezes, muito similares e uma cuidadosa atenção deve ser feita visto que diversos mecanismos podem ocorrer simultaneamente em um determinado isolante<sup>93,94</sup>.

Avaliações elétricas de um piezoresistor de teste interdigital descrito no capítulo 3 são mostradas na figura 55. As medidas foram realizadas através de um sistema HP 4156 usando microprovadores conforme é ilustrado na figura 20 da seção 3.3.1.



Figura 55. Curva I-V para piezoresistores interdigitais de DLC (a-C:H/SiO<sub>2</sub>/Si/Al).

Na figura 55 é mostrado, mais uma vez, que o comportamento característico de um piezoresistor de DLC segue um comportamento linear para pequenos campos elétricos aplicados.

Para entender as propriedades de transporte dos portadores de cargas nos filmes de DLC assumiu-se o valor da permissividade igual a  $\varepsilon_0 \varepsilon_r = 2,92182x10^{-13} F / cm^{68,81}$  e a densidade de elétrons no estado de equilíbrio igual a  $n_0 = 1,5x10^{11} cm^{-3}$ . Usando-se dois modelos diferentes para estudar as propriedades de transporte destes filmes em regime ôhmico determinou-se a curva J-V para o dispositivo fabricado conforme ilustra a figura 56.



Figura 56. Características J-V de piezoresistor de a-C:H com espessura  $t = 1 \,\mu m$  e 59,4 $\mu$ m<sup>2</sup> de área.

Verificou-se que para certo valor crítico de tensão elétrica a corrente de elétrons aumenta. Este abrupto aumento é característico para materiais isolantes com armadilhas de cargas porque o esperado em sistemas desordenados (amorfos) é que ocorra uma comutação entre o regime de condução do tipo TFL – "Trapp Filled Limited" para o regime SCLC – "Space Charge Limited Current". Analogamente,

materiais semicondutores amorfos são caracterizados por apresentarem diferentes valores de mobilidade de elétrons,  $\mu_e$ , e buracos,  $\mu_h$ , conforme pode ser visto na figura 56.

Usando os valores mostrados na figura 53 e figura 54 foi determinado o valor da densidade de corrente em função do campo elétrico a que fica submetido cada um dos quatro piezoresistores de teste caracterizados. Neste caso, estes valores são mostrados na figura 57.



Figura 57. Curva J x E para piezoresistores de DLC (a-C:H/SiO<sub>2</sub>/Si/Al).

A análise da resistividade em função do campo elétrico em piezoresistores de DLC (a-C:H/SiO2/Si/Al) são mostrados na figura 58 . Nesta figura, observa-se que a densidade de corrente e diretamente proporcional a condutividade do material.



Figura 58. Comportamento da resistividade em função do campo elétrico em filmes de DLC.

Os resultados mostrados nas figura 57 e figura 58 estão em concordância com os resultados mostrados por Moustafa et al. ((1998)<sup>91</sup> e Mycielski et al. (1994)<sup>92</sup> que apresentaram valores de condutividade, na temperatura ambiente, para o carbono amorfo e suas formas hidrogenadas com variações de mais de 10 ordens de grandeza em seus valores.

# 4.6.2 Resposta Eletrica e Mecânica de Piezoresistores de Filme de DLC não Dopados

Usando o método da viga engastada piezoresitores de DLC (a-C:H/Si/Ag) de 0,25 µm de espessura, em temperatura ambiente, mostrados na figura 19(b) do capítulo 3, seção 3.3.1, foram submetidos a uma tensão mecânica. A resposta a este esforço mecânico nestes filmes é mostrada na figura 59.



Figura 59. Esforço mecânico de tensão em piezoresistores de DLC (a-C:H/Si/Ag).

Observa-se na figura 59 que o comportamento da piezoresistência é, praticamente, linear ao esforço mecânico aplicado, para a faixa investigada. Neste caso, os "strain gauges" foram submetidos a um esforço mecânico de tensão. Os resultados desta sensibilidade mecânica estão de acordo com os apresentados por Tibrewala et al. (2007)<sup>63</sup>, ou seja, o valor da piezoresistência aumenta com o esforço mecânico aplicado sobre a viga engastada.

A curva da  $\frac{\Delta R}{R}$  pela  $\varepsilon$  foi medida na temperatura ambiente de acordo com a figura 60. O valor médio do GF e da espessura destes filmes é mostrada na na parte interna do gráfico.

Os resultados das medidas foram obtidos usando a equação,

$$GF = \frac{\Delta R}{R} \varepsilon \tag{4}$$

ΔR

Onde  $\mathbb{R}$  é a mudança relativa da piezoresistência e  $\varepsilon$  é a deformação mecânica. A deformação foi calculada para um filme de 0,25 µm de espessura para o piezoresistor sobre a viga engastada descrito no capítulo 3 seção 3.3.1.



Figura 60. Mudança relativa da piezoresistência em função da deformação do filme de a-C:H.

Usando a equação (4) foi determinado o gauge factor para este tipo de piezoresistor. Neste caso, o valor encontrado está na faixa de 9 a 12. Estes valores são comparáveis aqueles valores mostrados por Tibrewala et al. (2007)<sup>63</sup> e Luthje et al. (2005)<sup>95</sup> para filmes equivalentes aos analisados neste trabalho<sup>.</sup> O fator de sensibilidade para filmes de DLC não são dependentes da orientação cristalográfica se comparados aos filmes de silício. A figura 60 mostra, ainda, que os valores das barras de erro para o GF são grandes quando as deformações mecânicas são maiores e são pequenas quando as deformações são menores.

# 4.6.3 Resposta Eletrica e Térmica de Piezoresistores de Filme de DLC não Dopados

Para o sensor de DLC mostrado na figura 19(b) do capítulo 3, seção 3.3.1 verificou-se, através da figura 61, que a curva da piezoresistência em função da temperatura é linear para a faixa de medidas investigada. Neste caso, foi observado que a piezoresistência diminui muito com a temperatura. Já, para altas temperaturas as barras de erros ficam mais reduzidas indicando que o filme apresenta maior estabilidade térmica. A diminuição da piezoresistência com o aumento da temperatura é um indicativo de que o coeficiente de variação da resistência – TCR é negativo.



Figura 61. Resistência em função da temperatura para um filme de a-C:H sobre uma viga de aço.

O TCR, para este sensor de filme de a-C:H é mostrado na figura 62. Como pode ser observado, o piezoresistor apresenta uma boa característica de linearidade mesmo quando a temperatura é da ordem de 107 °C. Próxima a esta temperatura observa-se uma mudança abrupta da variação da piezoresistência que, provavelmente, está associada aos complexos mecanismos de condução nestes filmes. Em temperaturas mais elevadas o TCR torna-se positivo e o valor da piezoresistência aumenta. Amostras de filmes a-C:H não dopados apresentam um TCR positivo na faixa de 87 °C – 127 °C diminuindo e apresentando um valor, praticamente, constante e negativo de – 1605 ppm/°C acima de 127 °C. Em temperaturas inferiores a 87 °C o TCR torna-se negativo e o valor da piezoresistência aumenta em função da temperatura, refletindo o mesmo comportamento quando em altas temperaturas. Estes resultados são evidenciados na curva mostrada.



Figura 62. Coeficiente de variação da piezoresistência com a temperatura em filmes a-C:H.

As características da dependência da curva I x V para os filmes tipo a-C:H mostradas na figura 53 é fortemente influenciada pelas armadilhas das cargas elétricas existentes na estrutura dos filmes conforme mostra Werner e Locher (1998)<sup>25</sup>. Desse modo, é muito difícil obter resultados reprodutíveis do TCR dos filmes com estrutura amorfa uma vez que o TCR reflete tanto a magnitude como a direção da dependência da piezoresistência com o aumento da temperatura.

# 4.6.4 Resposta Eletrica e Mecânica de Piezoresistores de Filme de DLC com a Variação de Dopantes

Usando o método da viga engastada piezoresitores tipo DLC (a-C:H/Si/Ag) dopados com 40 % de nitrogênio foram também submetidos a uma tensão mecânica. Os resultados são mostrados na figura 63.



Figura 63. Esforço mecânico de tensão em piezoresistores de DLC dopado com 40 % de nitrogênio.

Os filmes analisados na figura 63 mostram, também, um comportamento praticamente linear da piezoresistência ao esforço mecânico para a faixa investigada. Os extensiômetros foram submetidos a um esforço mecânico de tensão como no caso mostrado na figura 59. Entretanto, as amostras foram dopadas com 40 % de nitrogênio durante o processo de deposição. Verifica-se que, apesar do valor nominal da piezoresistência ser maior, os efeitos do esforço mecânico de tensão fazem com que o seu valor ôhmico diminua, como se espera para um material com características tipo N dopado.

As variações relativas da piezoresistência de filmes de DLC (a-C:H/Si/Ag) dopado com 40 % de nitrogênio são mostradas na figura 64.



Figura 64.Mudança relativa da piezoresistência em função da deformação de DLC dopado com 40 % de nitrogênio.

Verifica-se na curva mostrada na figura 64 que os valores do GF estão na faixa de - 92,80 a - 34,24 indicando que o filme de DLC tem um comportamento de material tipo N. Por outro lado, observa-se também que o valor médio do GF diverge

de forma mais significativa quando pequenas cargas mecânicas são aplicadas na estrutura teste.

A resposta de uma piezoresistência de DLC (a-C:H/Si/Ag) dopada com 60 % de nitrogênio é mostrada na figura 65. Observa-se que para uma força acima de 5 N a resistência elétrica não responde mais ao esforço mecânico e isto se deve, provavelmente, ao descolamento e alívio da tensão mecânica do chip teste na viga de aço.



Figura 65. Esforço mecânico de tensão em piezoresistores de DLC dopado com 60 % de nitrogênio.

As variações relativas da piezoresistência de amostras de DLC (a-C:H/Si/Ag) dopado com 60 % de nitrogênio são mostradas na figura 66.



Figura 66. Mudança relativa da piezoresistência em função da deformação de DLC dopado com 60% de nitrogênio.

A amostra analisada na figura 66 apresentou um GF na faixa de - 7,4 a - 2,3 indicando que o filme de DLC apresenta, assim como no material dopado com 40 % de nitrogênio, um comportamento de material tipo N. Nesta figura observa-se, ainda, que para grandes cargas mecânicas aplicadas o valor do GF diverge mais do valor médio.

# 4.6.5 Resposta Eletrica e Térmica de Piezoresistores de Filme de DLC Dopados com Nitrogênio

O TCR médio encontrado para filmes tipo a-C:H dopado com 40 % de nitrogênio na faixa de 60 °C a 230 °C é da ordem de - 9671,7 ppm/°C, conforme mostra a figura 67. Verifica-se, nesta análise, que um pouco acima da temperatura

ambiente o TCR sobe de forma muito suave mas permanece, praticamente, constante ao longo da faixa de temperatura analisada.



Figura 67. . TCR em filmes a-C:H dopados com 40 % de nitrogênio.

O TCR médio encontrado para filmes tipo a-C:H dopado com 60 % de nitrogênio na faixa de 60 °C a 230 °C é da ordem de - 4988,1 ppm/°C, conforme mostra a figura 68.

Verifica-se, nesta análise, que o TCR permanece, praticamente, constante ao longo da faixa de temperatura analisada.



Figura 68. TCR em filmes a-C:H dopados com 60 % de nitrogênio.

Da análise dos TCRs das três amostras de filme de DLC observa-se que as curvas são muito semelhantes onde o sinal do TCR permanece negativo, sugerindo que o filme tem um comportamento muito semelhante aos filmes tipo N. Destes resultados a amostra com maior conteúdo de nitrogênio é mais estável térmicamente do que as demais.

#### 4.7 Resposta Piezoresistiva de Filmes de ITO Investigadas com a Técnica de Deflexão da Viga Engastada

Nesta seção são analisadas as caracterizações elétricas, térmicas e mecânicas de amostras de filmes de ITO de acordo com a metodologia descrita no capítulo 3. O esforço mecânico e as variações de temperatura, nestes filmes, são da mesma ordem de grandeza daqueles aplicados nos filmes de DLC.

Inicialmente são analisados dois tipos de estruturas testes para os filmes de ITO. A primeira é para filmes livres de oxigênio e a segunda é para filmes que incorporam oxigênio durante o processo de deposição por pulverização catódica reativa.

Assim como para os filmes de DLC nos filmes de ITO existem dois fenômenos que descrevem a variação da resistência eletrica devido ao esforço mecânico de tensão aplicado. O primeiro efeito refere-se à piezoresistividade e o segundo à piezoresistência apresentada pelo material. A metodologia proposta no capítulo 3 permite levantar a figura de mérito para estes filmes, ou seja, a sensibilidade ao esforço mecânico de tensão no material.

#### 4.7.1 Caracterizações Eletrica de Filme de ITO

Neste trabalho foram usados dois métodos para encontrar a resistividade dos filmes de ITO livre de oxigênio e com 5 %, 10 %, 20 %, 40 % e 60 % de conteúdo de oxigênio no plasma. No primeiro método mediu-se a resistência de folha dos filmes usando um sistema de quatro pontas modelo FPP5000 e calculou-se, então, a resistividade do filme. As medidas da espessura dos filmes foram realizadas através da técnica de perfilometria usando um Dektak 3030. Após as medidas de perfilometria algumas amostras foram clivadas de uma lâmina de "3" e preparadas para serem medidas através de equipamento de efeito Hall modelo H-50 Hall Van Der Pauw Controller. Neste caso, foram usadas as medidas da espessura e ajustados os demais parâmetros do equipamento para se obter o valor da resistividade, densidade de portadores de carga e mobilidade.

Posteriormente, estas amostras foram submetidas a esforços mecânicos e variações térmicas visando levantar as características do material para ser empregado como elemento sensor de pressão.

Na tabela 14 é mostrado um resumo dos valores médios para amostras de filme de ITO. Nestas medidas o equipamento Hall foi setado em 3500 Gauss e a corrente elétrica ficou ajustada no modo automático e é da ordem de 10<sup>-4</sup> A.
Amostra	ρ [Ω.cm]	μ [cm²/V.s]	N [cm <sup>-3</sup> ]
1B (100% Ar)	5,92x10 <sup>-4</sup>	53,40	2,3x10 <sup>20</sup>
1C (5% O <sub>2</sub> )	4,45 x10 <sup>-2</sup>	5,04	3,88 x10 <sup>19</sup>
1D (10% O <sub>2</sub> )	2,085 x10 <sup>-2</sup>	5,64	5,98x10 <sup>19</sup>

Tabela 14. Medidas da resistividade, mobilidade e concentração de portadores para filmes de ITO com campo magnético da ordem de 3500 Gauss.

Verificou-se, usando-se o método de quatro pontas, que os valores da resistividade para os filmes livres de oxigênio estão dentro da faixa de medida encontrada, conforme indica a tabela 15. Entretanto, os filmes com conteúdo de oxigênio apresentam certa discrepância nos valores quando se compara os dois métodos de medida.

A tabela 15 mostra um resumo dos valores médios das medidas efetuadas com o sistema de quatro pontas para as diferentes amostras analisadas. Nestas amostras a pressão e a potência de RF foram mantidas constante em 5 mTorr e 75 W, respectivamente.

Amostra #	R <sub>folha</sub> [Ω/]	ρ [Ω.cm]	t [cm]	Taxa de deposição [µm/min]
1A (100% Ar)	9,87	4,46x10 <sup>-4</sup>	4,52x10⁻⁵	3,77x10 <sup>-3</sup>
1B (100% Ar)	40,00	7,37X10 <sup>-4</sup>	1,90x10⁻⁵	-
1C (5% O <sub>2</sub> )	109,10	1,20x10 <sup>-3</sup>	1,10x10⁻⁵	1,00x10 <sup>-3</sup>
1D (10% O <sub>2</sub> )	224,60	1,79x10 <sup>-3</sup>	8x10⁻ <sup>6</sup>	5,00x10 <sup>-4</sup>
2A (10% O <sub>2</sub> )	109,96	1,59x10 <sup>-3</sup>	1,44x10⁻⁵	6,02x10 <sup>-4</sup>
3A (20% O <sub>2</sub> )	104,40	1,25x10 <sup>-3</sup>	1,20x10 <sup>-5</sup>	5,00x10 <sup>-4</sup>
4A (40% O <sub>2</sub> )	214,20	3,84x10 <sup>-3</sup>	1,79x10 <sup>-5</sup>	7,36x10 <sup>-4</sup>
5A (60% O <sub>2</sub> )	200,00	3,78x10⁻³	1,89x10⁻⁵	6,31x10 <sup>-4</sup>

Tabela 15. Síntese das caracterizações de algumas amostras de filmes de ITO.

Para as amostras estudadas foram levantadas as curvas da taxa de deposição e da resistividade em função do conteúdo de oxigênio. Os resultados desta análise são mostrados na figura 69 e estão em conformidade com os resultados apresentados por Dyer et al. (1996)<sup>4</sup>.



Figura 69. Taxa de deposição e resistividade dos filmes em função do conteúdo de oxigênio.

Através da análise dos resultados mostrados na figura 69 verifica-se que o aumento da pressão parcial de oxigênio no plasma produz filmes com grandes valores de resistividade. Este resultado se deve à diminuição da concentração de oxigênio nas vacâncias dos filmes. Este mecanismo é considerado por Chopra; Major e Pandya (1983)<sup>77</sup> e Dyer et al. (1996)<sup>4</sup> como o grande responsável pelos mecanismos de condução nos filmes de ITO.

Yang et al. (2000)<sup>96</sup> têm mostrado o comportamento da taxa de deposição dos filmes em função da pressão de argônio enquanto que Gorjanc et al. (2002)<sup>97</sup> mostra como o baixo fluxo de oxigênio e as resistências de folha se tornam praticamente independentes do fluxo de oxigênio. Este efeito permite certa flexibilidade na obtenção das condições exatas de deposição destes filmes apesar de fazer com que os mesmo se separarem em camadas ficando com mais defeitos em sua estrutura.

Na figura 70 pode ser observado como a resistência de folha varia com o conteúdo de átomos de oxigênio nos filmes depositados.



Figura 70. Resistência de folha em função do conteúdo de oxigênio e da potência de deposição.

A resistência de folha aumenta pouco com o conteúdo de oxigênio e para as condições de deposição escolhidas para estes filmes. Neste caso, é possível obter valores constantes para a resistência de folha e, praticamente, independentes do conteúdo de oxigênio e isto parece ser o indicado pelo pequeno desvio apresentado pelas medidas. Este parâmetro é importante para dimensionamento dos valores ôhmicos das piezoresistências.

## 4.7.2 Resposta Elétrica - Mecânica dos Filmes de ITO ao Esforço Mecânico Aplicado

Nesta seção é mostrado o comportamento eletromecânico da amostra 1B (100 % Ar) de ITO, livre de oxigênio, quando uma carga é aplicada sobre a viga engastada.

Seguindo os mesmos procedimentos já feitos para os filmes de DLC, as amostras de filme ITO de área média de 0,54 mm<sup>2</sup> foram cortadas e coladas com epoxy sobre uma viga de aço cujas dimensões são: t = 1,08 mm, w = 32,23 mm e L = 138,41 mm. Os contatos elétricos foram feitos diretamente com cola de prata sobre a superfície dos filmes. Posteriormente, o conjunto foi fixado em uma mesa com uma morsa e carregado com diferentes massas aferidas, de acordo com os procedimentos descritos no capítulo 3. Os resultados destas medidas são mostrados na figura 71.



Figura 71. Variação da resistência em função da carga mecânica em filmes de ITO livres de oxigênio.

O gráfico da figura 71 apresenta pontos medidos durante o aumento da deformação mecânica e indica uma resposta, praticamente, linear da resistência elétrica para a faixa de carga mecânica aplicada.

Outras amostras teste foram retiradas da mesma lâmina 1B (100 % Ar) e a resposta da resistência elétrica é mostra na figura 72. Neste caso, verifica-se que mesmo apresentando um valor nominal de resistência mais baixo (amostras de menor área) do que a amostra da figura 71. O comportamento da resistência elétrica

é também muito linear, para a faixa de esforços mecânicos analisados. Nesta amostra a máxima carga aplicada sem o rompimento do material foi, também, da ordem de 1200 g.



Figura 72. Comportamento da resistência elétrica para uma carga máxima aplicada de 1200 g.

Novas amostras desta mesma lâmina foram preparadas sobre uma viga de aço com as seguintes dimensões: t = 0,60 mm, w = 11,94 mm e L = 151,58 mm. Os resultados das medidas são mostrados na figura 73 para uma máxima carga da ordem de 60 g.



Figura 73. Variação da resistência em filmes ITO livre de oxigênio submetidos a carregamento e descarregamento de massas.

Na análise deste filme, mostrado na figura 73, verificou-se uma alta sensibilidade do material aos esforços mecânicos. Isto é um indicativo de que, quando se aplica a teoria das pequenas deflexões, diminuinuindo-se a espessura das estruturas de testes, o material fica mais sensível aos esforços mecânicos respondendo melhor as pequenas cargas aplicadas. A curva também mostra que os filmes apresentam uma baixa histerese quando são carregados e descarregados, o que sugere que, controlando-se adequadamente os parâmetros de processo, é possível obter filmes com excelentes estabilidades mecânicas.

Novos testes foram realizados para verificar a resposta do filme quando se aumentava a espessura das estruturas de testes. Neste caso, uma amostra desta mesma lâmina foi preparada em uma viga de aço com as seguintes dimensões geométricas: t = 2,24 mm,

w = 30,08 mm e L = 146,60 mm. A máxima carga aplicada foi da ordem de 3 kg e os resultados estão mostrados na figura 74.



Figura 74. Resposta elétrica do filme de ITO livre de oxigênio para grandes cargas aplicadas.

Os resultados mostrados na figura 74 indicam que a resistência elétrica varia pouco quando as cargas aplicadas estão na faixa de 0 a 400 g e que a variação da resistência elétrica fica mais acentuada a medida que os valores das cargas vão aumentando. Como pode ser observada esta variação não segue, necessariamente, um comportamento linear. Portanto, espera-se que estes filmes tenham um GF não constante.

Filmes com uma variação de 5 % no conteúdo de oxigênio durante o processo de deposição foram também analisados e os resultados do comportamento da resistência elétrica com a carga mecânica aplicada são mostrados na figura 75.



Figura 75. Variação da resistência em função da carga mecânica em ITO com 5 % de oxigênio.

Na amostra analisada na figura 75 verifica-se que, apesar do valor nominal da resistência elétrica ser da ordem de 2900 k $\Omega$ , a variação da resistência elétrica com a carga aplicada parece seguir um comportamento linear mas isto não significa que a sensibilidade mecânica seja de grande magnitude e perfeitamente linear.

Amostras com variação de 10 % no conteúdo de oxigênio também foram caracterizadas aplicando uma carga mecânica e os resultados da variação da resistência elétrica são mostrados na figura 76.



Figura 76. Variação da resistência em função da carga mecânica em ITO com 10 % de oxigênio.

Verificou-se que em, praticamente, todas as amostras testes analisadas o comportamento da resistência elétrica tende a ser muito linear para os diferentes níveis de carga mecânica aplicada. Este efeito é um bom indicativo de que este tipo de material pode também ser empregado na fabricação de piezoresistores para dispositivos sensores de pressão.

Os coeficientes piezoresistivos longitudinais,  $\pi_{I,}$  das amostras testes foram medidos e os resultados são mostrados nas figuras abaixo.



Figura 77. Sensibilidade mecânica média de ITO livre de oxigênio com a deformação mecânica.

O mais baixo valor encontrado para esta amostra é  $-2,44479 \times 10^{-10} \text{ Pa}^{-1}$  e o mais alto valor encontrado foi  $-8,67599 \times 10^{-10} \text{ Pa}^{-1}$ , os quais equivalem a um gauge factor de -12 a -23, respectivamente. Nestas medidas assumiu-se um coeficiente de Poisson de 0,25 e encontrou-se, então, um módulo de elasticidade da ordem de 49 GPa. Este valor é consistente com os valores reportados por Zeng (2003)<sup>98</sup>.

Em termos de resposta piezoresistiva, o GF de um metal convencional depende das mudanças dimensionais do material, enquanto que, em extensiômetros semicondutores tais como ITO esta resposta depende grandemente das alterações na estrutura de banda do semicondutor quando este é deformado. Desse modo, um grande efeito piezoresistivo pode ser observado nesta amostra e isto se deve as mudanças na mobilidade e na concentração de portadores quando o material sofre deformações, em conformidade com Smith (1954)<sup>53</sup>. Neste tipo de curva mostrada verifica-se que a sensibilidade do material não é constante em toda a faixa de deformação mecânica mas, mesmo assim, o material apresenta efeito piezoresistivo com alguma magnitude e sinal.

Huang et al.  $(2000)^{99}$  e Johns et.al.  $(2008)^{100}$  é mostrado que o sinal do gauge factor se deve a uma complexa competição entre a relação de Poisson, a função de sobreposição de onda e a energia de ativação e é uma característica que se deve a natureza do material semicondutor, no caso, tipo N. Assim, a energia de ativação para esta amostra livre de oxigênio foi analisada para um coeficiente de Poisson correspondente a u = 0,25 a 0,35 e os resultados são mostrados na figura 78.



Figura 78. Gauge factor em função da energia de ativação para um filme de ITO 100 % argônio.

Todos os modelos teóricos descrevendo a condução em filmes descontínuos (amorfos) envolvem a energia de ativação de elétrons seguidos pelo tunelamento através da barreira de potencial ou pela emissão termiônica sobre a barreira de potencial<sup>47,101</sup>. Desse modo, na curva mostrada na figura 78 observa-se que a sensibilidade do filme segue um comportamento exponencial e não linear. Este comportamento justifica, de certo modo, a ampla faixa de GF encontrado.

A sensibilidade das amostras de filme de ITO 5 %  $O_2$  submetidas a uma força máxima equivalente a 9,5 N é mostrada na figura 79.



Figura 79. Sensibilidade mecânica média de filme de ITO 5 % O<sub>2</sub> com a deformação mecânica.

O coeficiente piezoresistivo de mais baixo valor encontrado para esta amostra é - 1,36496 x  $10^{-12}$  Pa<sup>-1</sup> e o de mais alto valor é - 3,68496 x  $10^{-12}$  Pa<sup>-1</sup> os quais equivalem a um gauge factor de - 0,06771 e - 0,18279, respectivamente. Apesar desta amostra apresentar um valor aparentemente mais linear e manter a característica tipo N verifica-se que ela é menos sensível do que a amostra livre de oxigênio analisada anteriormente.

A partir da obtenção do GF a variação da energia de ativação para esta amostra com 5% de oxigênio também foi encontrada para uma faixa de u = 0,25 a 0,35. Os resultados são mostrados na figura 80.



Figura 80. Gauge factor em função da energia de ativação para um filme de ITO 5 % oxigênio.

Amostras de filme de ITO 10 %  $O_2$  também foram submetidas a uma força máxima equivalente a 9,5 N e os efeitos de sensibilidade a esta carga é mostrada na figura 81.



Figura 81. Sensibilidade mecânica média de filme de ITO 10 %O<sub>2</sub> com a deformação mecânica.

O coeficiente piezoresistivo de mais baixo valor encontrado para esta amostra é -  $3,07012 \times 10^{-12} \text{ Pa}^{-1}$  e o de mais alto valor é -  $1,82092 \times 10^{-11} \text{ Pa}^{-1}$  os quais equivalem a um gauge factor de - 0,15237 e - 0,90333, respectivamente.

A curva de variação da energia de ativação para amostras de filme de ITO com 10 % de oxigênio são mostradas na figura 82.



Figura 82.Gauge factor em função da energia de ativação para um filme de ITO 10 % oxigênio.

Nas figura 78, figura 80 e figura 82 mostram-se que o comportamento do GF segue uma função exponencial e não deve ser considerado constante em todos os casos analisados. Filmes livres de oxigênio apresentam um fator de sensibilidade maior do que filmes com oxigênio.

#### 4.7.3 Resposta Elétrica e Térmica dos Filmes de ITO com a Temperatura

Após os testes mecânicos o conjunto montado foi aquecido (25 °C até 240 °C), em ambiente de nitrogênio, em uma câmara climática com controle de temperatura, conforme descrito no capítulo 3. Para esta faixa de temperatura verificou-se que a amostra de filme ITO livre de oxigênio aumenta abruptamente a resistência elétrica com o aumento da temperatura devido ao grande fluxo de portadores de carga térmicos e, provavelmente, devido também a presença residual

de oxigênio fracamente ligado na amostra. Quando a temperatura é aumentada acima de 39 °C, a resistência diminui de forma suave até 210 °C como pode ser visto na figura 83. Esta figura mostra, ainda, o arranjo experimental da amostra sobre uma viga de inox e com os fios dos contatos elétricos.



Figura 83. Variação da resistência elétrica com a temperatura para filmes de ITO livre de oxigênio.

O coeficiente de variação da resistência elétrica para a faixa de temperatura analisada é mostrado na figura 84.



Figura 84. TCR em filme de ITO livre de oxigênio.

Verifica-se através da figura 84 que o coeficiente de variação de temperatura médio para a amostra de filme ITO livre de oxigênio na faixa de temperatura entre 150 °C a 240 °C é da ordem de 1063,54 ppm/°C. Para a faixa de temperatura entre 100 °C a 149 °C o TCR médio é da ordem de 4909,03 ppm/°C. Porém, para a faixa que se entende da temperatura ambiente (25 °C) até 99 °C o TCR médio varia muito bruscamente.

A variação da resistência elétrica com a temperatura para um filme ITO com um conteúdo de 5 % e 10 % de oxigênio no plasma é mostrada na figura 85.



Figura 85. Resistência elétrica em função da temperatura em filmes de ITO.

Observa-se na figura 85 que na faixa da temperatura ambiente até próxima de 100 °C a amostra com 5 % de oxigênio diminui a resistência de forma mais suave e menos abrupta do que a amostra com 10 % de oxigênio. A partir desta temperatura, a primeira amostra sofre um acréscimo abrupto no valor da resistência elétrica atingindo um valor máximo ao redor de

150 °C. Após isto a resistência elétrica começa a sofrer um decréscimo muito acentuado e, próximo de 170 °C, seu comportamento, novamente, começa a suavizar assemelhando-se ao comportamento da amostra com 10 % de oxigênio. O aumento no valor da resistência e, consequentemente, na resistividade nesta faixa de temperatura se deve a contaminações do filme ou a efeitos do substrato ou mesmo aos processos de deposição em baixas temperaturas ou ainda por resíduos de nitrogênio na câmara climática. As contaminações podem estar relacionadas a ions alcalinos ou o filme, nesta temperatura, pode ter sofrido um ajuste em sua estequiometria. Apesar destas hipóteses serem levantadas acredita-se que seja este o efeito apresentado conforme indica o abrupto aumento da resistência e depois a aparente estabilização e diminuição à medida em que a temperatura aumenta. Este

último efeito é o que estava sendo indicado pelas medidas e é o que se espera para este tipo de material.

A amostra com 10 % de oxigênio diminui a sua resistência de forma mais acentuada e mais constante apresentando um pequeno pico de variação ao redor de 150 °C e, então, continua a diminuir de modo muito semelhante ao comportamento apresentado pela primeira amostra.

Dyer et al. (1996)<sup>4</sup> mostra que materiais semicondutores de grande banda de energia apresentam um amplo TCR negativo, enquanto que semicondutores altamente dopados e metais apresentam um TCR muito pequeno e positivo. Portanto, nesta faixa de temperatura estudada verifica-se que o comportamento das amostras, quando a temperatura varia, apresenta ambos os comportamentos para o TCR sugerindo que devem existir dois diferentes tipos de portadores de cargas ativados termicamente e responsáveis pela condução nestes filmes.

Na figura 86 e figura 87 são mostrados os TCRs para ambas as amostras analisadas.



Figura 86. TCR em função da temperatura para amostras com 5 % de oxigênio.



Figura 87. TCR em função da temperatura para amostras com 10 % de oxigênio.

Os resultados do TCR da amostra com 5 % de oxigênio parecem indicar que existem dois mecanismos de condução nestes filmes. Entretanto, os valores encontrados para a temperatura estão bem abaixo daqueles reportados por Yeung e Ong (2007)<sup>78</sup> que fica ao redor de 400 °C e os valores do TCR oscilam entre positivos e negativos.

As amostras de filme ITO analisadas neste trabalho apresentaram um fator de sensibilidade mecânica condizente com aqueles reportados por Yeung e Ong  $(2007)^{78}$ . Estes autores mostraram que a resistividade dos filmes de espessura entre 207 a 430 nm que foram depositados por pulverização catódica sofrem uma variação significativa da resistividade, ou seja, entre 370 a 2,3 x10<sup>-2</sup>  $\Omega$ .cm quando a temperatura de substrato varia entre ambiente e 400 °C. A explicação para esta variação se deve a incorporação de ions de Sn<sup>4+</sup> dentro dos sitios dos ions de In<sup>3+</sup> induzindo uma desordem na microestrutura. A incorporação destes ions faz com que a mobilidade seja reduzida e altere os valores da resistividade para a faixa de

4,0 x10<sup>-3</sup> – 6,0 x 10<sup>-3</sup> Ω.cm comparativamente aos resultados de 10<sup>-2</sup> a 10<sup>-3</sup> Ω.cm apresentados por Dyer et al. (1996)<sup>4</sup>. Yeung e Ong (2007)<sup>78</sup> mostram também que os filmes obtidos em temperaturas abaixo de 400 °C (300K e 523 K) e que não foram recozidos termicamente não apresentam valor significativo para os coeficientes piezoresistivos longitudinais e para o GF. A excessão é de uma amostra que na temperatura de 400 °C apresentou um  $\pi_l = -7,2x10^{-11}Pa^{-1}$  e um GF = -5,7. Todas as amostras apresentadas pela literatura sofreram alterações nos coeficientes piezoresistivos e nos gauge factors após recozimento térmico de 30 min em temperatura de 400 °C em forno aberto. A amostra descrita anteriormente teve o seu fator de senbilidade alterado para  $\pi_l = -6,0x10^{-11}Pa^{-1}$  e GF = -4,8 e as demais apresentaram alguma ordem de magnitude de sensibilidade comprendida entre  $\pi_l = -4,3x10^{-11} a - 7,2x10^{-11} Pa^{-1}$  e GF = -2,8a - 5,7, respectivamente.

Dyer et al. (1996)<sup>4</sup> mostra que um aumento do conteúdo de oxigênio no plasma faz com que a resistividade aumente devido, provavelmente, a um aumento na concentração das vacâncias de oxigênio nestes filmes. Parece ser este o mecanismo responsável pela condução no ITO porém o Sn pode atuar como um doador de cargas e contribuir para os mecanismos de condução.

Neste trabalho as medidas obtidas para a resistividade em filmes de ITO livres e com algum percentual de oxigênio são muito coerentes com as apresentadas pela literatura apesar da temperatura de substrato ser muito inferior as reportadas e não serem feitos processos de recozimento térmico. As amostras livres de oxigênio apresentaram um coeficiente piezoresistivo  $\pi_l = -4.8 \times 10^{-10} \text{ a} \cdot 8.7 \times 10^{-10} Pa^{-1}$  e um gauge factor GF = -12a - 23.8, respectivamente. Amostras com 5 % de oxigênio mostram coeficiente um piezoresistivo е um gauge factor muito pequeno  $\pi_l = -1.4x10^{-12} \text{ a} - 3.7x10^{-12} Pa^{-1} \text{ e} GF = -0.07 \text{ a} - 0.18$ , respectivamente. Amostras com 10 % de oxigênio apresentam um gauge factor maior, em valores absolutos, do que as amostras contendo 5 % de oxigênio. Para estas amostras foram encontrados os seguintes valores para o coeficiente piezoresistivo  $\pi_1 = -3.0x10^{-12} \text{ a} \cdot 1.8x10^{-11} Pa^{-1}$  e para o gauge factor GF = -0.15 a - 0.9, respectivamente.

Os resultados obtidos neste trabalho para o GF das amostras contendo oxigênio são aproximadamente 10 ordens de grandezas menores do que os resultados reportados pela literatura<sup>4</sup> a qual fez um recozimento nos filmes durante

1h na temperatura de 450 °C em ambiente de ar. A resistividade diminui de forma significativa e os gauge factors ficaram na faixa de GF = -3,83 a - 9,85 para deformações mecânicas da ordem de  $\varepsilon = 700 \mu Strain$ . Algumas amostras após recozimento térmico em ambiente de nitrogênio apresentaram elevados fatores de sensibilidade da ordem de GF = -77.

O comportamento da resistência elétrica com o aumento da temperatura e portanto o TCR obtidos neste trabalho são coerentes em valores e sinais aos coeficientes de variação da resistência elétrica obtidos para uma ampla faixa de temperatura mostradas por Dyer et al. (1996)<sup>4</sup> que analisou amostras em ambiente de nitrogênio e verificou que ocorrem picos abruptos de aumento da resistência elétrica em temperaturas da ordem de 500 ºC. Nesta temperatura o TCR passa a ser positivo e da ordem de 3600 ppm /° C, acima desta temperatura o TCR começa a diminuir e atinge valores negativos e da ordem de  $-2600 ppm l^{\circ}C$  e em temperaturas menores de 500 ºC os valores dos TCRs alternaram entre a faixa de 230 a-469 ppm/°C. Amostras medidas em ambiente de oxigênio apresentam um comportamento elétrico com a temperatura muito diferente das amostras medidas em ambiente de nitrogênio. Na faixa de temperatura compreendida entre  $200^{\circ}C < T < 600^{\circ}C$  o TCR apresentou um valor da ordem  $-429 ppm/^{\circ}C$  e, em temperaturas mais elevadas o TCRs foi da ordem de -1560 ppm /°C. Em ambiente de oxigênio parece que os TCRs permanecem mais estáveis guando comparados com as medidas efetuadas em ambiente de nitrogênio.

Desta análise conclui-se que os parâmetros de processo de obtenção dos filmes são muito importantes para a obtenção de fatores de sensibilidades adequados para aplicações de filmes ITO em dispositivos sensores de esforços mecânicos.

#### **5 CONCLUSÕES**

Neste trabalho filmes de DLC amorfo (a-C:H) e com 40 % e 60 % do conteúdo de nitrogênio (a-CH:H:N) foram depositados e caracterizados elétrica, térmica e mecanicamente para serem usados como dispositivos sensores de esforços mecânicos em sensores piezoresistivos de pressão.

Curvas I x V características de filmes do tipo a-C:H foram obtidas para piezoresistores de diferentes comprimentos e largura fixa. A análise desta caracterização mostrou que estes filmes apresentam um mecanismo de condução muito complicado devido a sua diversidade de microestruturas relacionadas com os processos de deposição. Os resultados obtidos mostram que parecem existir dois tipos de portadores de carga elétrica responsáveis pela mobilidade média e, consequentemente, pela resistividade dos filmes. As análises feitas são um parâmetro muito importante para se conhecer como um elemento sensor para esforços mecânicos se comporta elétrica nestes filmes. Isto possibilita otimizar um dispositivo sensor piezoresistivo, uma vez que o efeito piezoresistivo em semicondutores sejam eles monocristalinos, policristalinos ou amorfos estão diretamente relacionados à variação da resistividade elétrica com os esforços mecânicos aplicados.

Os diferentes filmes de DLC caracterizados e analisados mostraram o efeito piezoresistivo com alguma ordem de magnitude ( $GF_{a-C:H} = +9 = +12$ ,  $GF_{a-C:H:N40\%} = -92,80 = -34,24 = GF_{a-C:H:N60\%} = -7,4 = -2,3$ ) e apresentaram um sinal de sensibilidade condizente com as características esperadas para estes tipos de filmes, conforme sugere a literatura. Amostras amorfas e livres de dopantes apresentaram um fator de sensibilidade positivo enquanto que amostra com 40 % e 60 % de nitrogênio apresentou valores negativos. Isto mostra que os filmes ora se comportam como material tipo P e ora se comportam como material tipo N, dependendo do tipo e nível de dopantes usados.

Caracterizações térmicas também foram realizadas visando entender como estes filmes amorfos respondem as variações da temperatura. Constatou-se que os filmes respondem de forma muito linear aos efeitos de altas temperaturas (227 °C) e

também, próximos e acima de 100°C, de modo que o TCR foi obtido refletindo tanto a magnitude (TCR <sub>a-C:H</sub> = - 1605 ppm/°C, TCR <sub>a-C:H:N40%</sub> = - 9671,7 ppm/°C e TCR <sub>a-C:H:N60%</sub> = - 4988,1 ppm/°C ) como a direção da dependência da resistência elétrica com a temperatura, como se esperava para este tipo de material. Os filmes com maior conteúdo de nitrogênio são mais estáveis termicamente apesar da literatura indicar que as características de corrente e tensão elétrica são fortemente influenciadas pelas armadilhas de cargas existentes na estrutura do material de modo que é difícil de se obter resultados reproduzíveis, em filmes amorfos.

Filmes de oxido de índio e estanho (ITO) livres de oxigênio e com 5 % e 10 % de oxigênio no plasma foram também depositados por pulverização catódica reativa a partir de um alvo comercial e investigados para aplicações em transdutores pressão. Os diferentes filmes piezoresistivos de analisados apresentam características de diminuição da resistência elétrica com a aplicação de uma tensão mecânica e exibem propriedades piezoresistivas quando investigados através do método da viga engastada em regime de pequenas deflexões mecânicas. Um grande valor para o GF na faixa de - 12 a - 23 para amostra livres de oxigênio e um pequeno valor entre - 0.07 e - 0.18 para amostras com 5 % de oxigênio na temperatura ambiente foram encontrados. Amostras com 10 % de oxigênio apresentaram um GF na faixa de - 0.15 e - 0.90. Estas duas últimas amostras são menos estáveis elétrica e térmicamente do que a amostra livre de oxigênio. Entretanto, este material pode ser usado em determinadas aplicações tipo "strain gage" ou mesmo em sensores de pressão piezoresistivos após a adequação do processo de deposição e tratamentos térmicos porque a resistência elétrica apresenta-se muito linear com o esforço mecânico de tensão.

Em síntese, este trabalho descreveu uma metodologia adequada para caracterizar diferentes tipos de materiais semicondutores amorfos, dopados e não dopados e com com características elétricas extremamente opostas. Filmes de DLC são praticamente isolantes enquanto que filmes de ITO são praticamente degenerados e muito condutivos. Foi mostrado também que o fator de sensibilidade mecânica e térmica de ambos os filmes nem sempre apresenta um comportamento linear. Esta análise é importante para projetos otimizados de dispositivos sensores de esforços mecânicos ou mesmo de dispositivos sensores de pressão.

Finalmente, conclui-se que usando um processo de deposição em baixas temperaturas e empregando a metodologia descrita neste trabalho obtêm-se

resultados muito coerentes com aqueles apresentados pela literatura. Portanto, o procedimento adotado e descrito é prático, de baixo custo e permite caracterizar de forma rápida e eficiente materiais semicondutores para aplicações em dispositivos sensores.

### 6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

No presente trabalho foram fabricadas algumas estruturas de teste, baseadas em filmes finos de a-C:H, a-C:H:N e ITO obtidos pela técnica de pulverização catódica reativa. As estruturas de testes foram clivadas em pequenos pedaços e com o uso direto de cola prata foram fabricados diferentes resistores. Estes resistores foram colados com cola epoxy diretamente sobre uma viga de aço inoxidável possibilitando testar e avaliar as funcionalidades elétricas, térmicas e mecânicas destes filmes para aplicações em dispositivos sensores de esforços mecânicos uma vez que apresentaram o efeito piezoresistivo. Os resultados obtidos são comparáveis aqueles apresentados pela literatura para diferentes condições de obtenção e teste dos filmes e isto motiva e indica um modo rápido e prático para testar estes filmes usando o princípio da viga engastada e a teoria das pequenas deflexões. Assim, como continuidades deste trabalho são apresentadas algumas propostas.

- Desenvolver um arranjo experimental de fácil adaptação e de baixo custo incluíndo dispositivos de aquecimento e resfriamento, troca de atmosferas (oxigênio e nitrogênio) e controle automático de aquisição de dados;
- Testar estruturas simples na forma de resistores, já com contatos de alumínio ou outro metal, baseados em DLC ou ITO depositados diretamente sobre silício ou outros materiais alternativos que suportam processos de baixa temperatura;
- Testar estruturas variando a espessura dos filmes em diferentes ambientes de oxigênio e nitrogêniio e em diferentes temperaturas;

- Testar estruturas feitas com estes filmes antes e após recozimentos térmicos;
- Investigar outros filmes com características amorfas para obter efeitos piezoresistivos;
- Fazer um dispositivo sensor de esforços mecânicos completo incorporando termistores feitos de ITO como elementos de compensação térmica.

# **REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS**

1. RASIA, L.A. **Elementos piezoresistivos para sensores de pressão piezoresistivos usando tecnologia CMOS**. 1997. 111 p. Dissertação (Mestrado) -Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, São Paulo, 1997.

2. EICKHOFF, M.; KROETZ, G.; STUTZMANN, M.; MÖLLER, M. **Piezoresistive properties of single crystalline, polycristalline, and nanocrystalline n-Type 3C-SiC**. Journal of Applied Physics, v.96, n.5, p. 2872-2877, September. 2004.

3. GRILL, A. **Diamond-like carbon: state of the art**. Diamont and Related Materials, n 8, p. 428-434, 1999.

4. DYER, S. E.; GREGORY, O. J.; AMONS, P. S.; SLOT, A. B. **Preparation and piezoresistive properties of reactively sputtered indium tin oxide thin films.** Thin Solid Films 288 p.279-286, 1996.

5. GREGORY, O. J.; LUO, Q. A self-compensated ceramic strain gage for use at elevated temperatures. Sensors and Actuators A 88 p. 234-240, 2001.

6. FANG, H.; MILLER, T.; ROGERS, B. R.; MAGRUDER III, R. H.; WELLER, R. A. Effect of oxygen content on piezoresistivity of indium tin oxide thin films prepared by pulsed laser deposition. Journal of Applied Physics 97, 083502, 2005.

7. KIMA, H.; GILMORE, C. M. Electrical, optical, and structural properties of indium-tin-oxide thin films for organic light-emitting devices. Journal of Applied Physics v. 86, n.11, 1999.

8. MILLER T. M.; FANG, H.; MAGRUDER, R. H.; WELLER, R. A. Fabrication of a micro-scale, indium-tin-oxide thin film strain-sensorby pulsed laser deposition and focused ion beam machining. Sensors and Actuators A 104, p. 162–170, 2003.

9. CARRENO, M. N. P.; PEREYRA, I. **P-type doping in a-Si<sub>1-x</sub>C<sub>x</sub>:H obtained by PECVD**. Superficies y Vacio, v. 9, p. 119-122, 1999.

10. FORHAN, N. A. E.; FANTINI, M. C. A.; PEREYRA, I. **Nano-crystalline Si<sub>I-x</sub>C<sub>x</sub>:H thin films deposited by PECVD for SiC-on-insulator application**. Journal of Non-Crystalline Solids, p. 119-122, 2004

11. NYE, J. F.; F.R.S. **Physical properties of crystals**. Ed. Oxford University Press, 1993.

12. WALTON, A. J. **Microelectronic test structures**. Edinburgh Microfabrication Facility Department of Electrical Engineering Kings Buildings. UK.

13. SHOR, J. S.; GOLDSTEIN, D.; KURTZ, A.; D. Characterization of n-type  $\beta$ -SiC as a piezoresistor. IEEE Transaction on Electron Device, v.40, n.6, p.1093-1099, June. 1993.

14.HERRING, C.; VOGT, E. Transport and deformation-potential theory for many-valley semiconductor with anisotropic scattering. Physical Reviews. 101, 944, 1956.

15. BENNICI, E.; COCUZZA,M.; GIOGIS, F.; MANDRACCI, P.; RICCIARDI, C.; BICH, D.; GUGLIELMETTI, V.; SCHIN, P.; TARONI, A.; CRESCINI, D. **Silicon carbide for application in mems technology and sensors**. Il Workshop SiC. March, 18-19, 2002. Disponível em: <<u>http://www.imem.cnr.it/news/IISiC/poster.html</u>>. Acesso em: 12 Jan. 2007.

16 FANG, L.; WANG, W. L.; DING, P. D.; LIAO K. J.; WANG, J. Study on the piezoresistive effect crystalline and polycristalline diamond under uniaxial strain. Journal of Applied Physics. v. 8, n. 9, Novembre. 1999.

17. PRADO, R.J. **Propriedades químicas e morfológicas de filmes hidrogenados de carbeto de silício amorfo**. 1997. 110 p. Dissertação (Mestrado) - Instituto de Física, Universidade de São Paulo, São Paulo, 1997.

18. DEGUCHI, M.; HASE, N.; KITABATAKE, M.; KOTERA, H.; SHIMA, S.; KITAGAWA, M. **Piezoresitive property of CVD diamond films.** Diamond and Related Materials 6, p. 367-373, 1997.

19. GNIAZDOWSKI, Z.; KOWALSKI, P. **Practical approach to extraction of piezoresistânce coefficient**. Sensors and Actuators. A 68, p. 329-332, 1998.

20. EICKHOFF, M.; STUTZMANN, M. Influence of crystal defects on the piezoresistive properties of 3C-SiC. Journal of Applied Physics. v. 96, n. 5, 1 September. 2004.

21. TIMOSCHENKO, S.; WOINOWSKY-KRIEGER, S. **Theory of plates and shells**. Ed. McGraw-Hill, New York, 2 th edition, 2001.

22. FRAGA, M. A.; RASIA, L.A.; KOLBERSTEIN, L.L.; CHARRY, E. Método analítico para dimensionamento do diafragma de um sensor de pressão piezoresistivo. In: X Workshop Iberchip – IWS 2004, Cartagena de Índias, Colômbia, 2004. p. 561 – 564.

23. WU, C.H.; STEFASNESCU, S.; KUO, I.K.; ZORMAN, C.A.; MEHREGANY, M. **Fabrication and testing of single crystalline 3C-SiC piezoresistive pressure sensors**. Transducer '01. Eurosensors XV. The 11<sup>th</sup> International Conference on Solid-State Sensors and Actuators, p. 10-14. Munich, Germany, 2001.

24. TONG, L.; MEHREGANY, M. Silicon carbide as a new micromechanics material. IEEE. p.198-201, 1992.

25. WERNER, M.; LOCHER, R. Growth and application of undoped and doped diamond films. Rep. Prog. Phys. v. 61, p.1665-1710, 1998.

26. SZE, S. M.; **Physics of semiconductor device**. 2<sup>nd</sup> Ed., John Wiley & Sons.Inc, p.850-851, 1959.

27. TRIPPE, S.C.; MANSANO, R.D. Study of fluorine addition influence in the dielectric constant of diamond-like carbon thin film deposited by reactive sputtering. Modern Physics Letters B, v.16.n.15 & 16. p.577-582, 2002.

28. FRENCH, P.J. **Polysilicon: a versatile Material for Microsystems**. Sensors and Actuators A, v.99. p.3-12, 2002.

29. SARRO, P.M. **Silicon carbide as a new MEMS technology**. Sensors and Actuators, v.82. p.210-218, 2002.

30. MABOUDIAN, R.; et al. **Transformer coupled plasma etching of 3C-SiC films using fluorinated chemistry for microelectromechanical systems applications**. J. Vac.Sci. Tchnol. B 22(2), Mar/Apr., 2004.

31. JACOBI, C.; PIROUZ, P.; KUO, I.H.; MEHREGANY, M. **High Temperature Ohmic Contacts to 3C-Silicon Carbide Films**. Solid-State Electronic.v. 42, nº12, pp. 2329-2334, 1998.

32. JAMES, D. W.; WILLIAM, R. F. **Experimental stress analysis**, Ed. MC Graw-Hill Kogakusha, Itda., 1978.

33. SHOR, J.S.; BEMIS, L.; KURTZ, A.D.**Characterization of monolithic n-type** 6H-SIC piezoresistive sensing elements. IEEE Transctions on Electron Devices, v.1, n<sup>o</sup>5, May, 1994.

34. KUO, H.I.; ZORMAN, C.A.; MEHREGANY, M. **Fabrication and testing of single crystalline 3C-SiC devices using a novel SIC-on-insulator substrate**. 12<sup>th</sup> International Conference on Solid State Sensors, Actuators and Microsystems, p. 741-745. Boston, June 8-12, 2003.

35. NOH, S.; FU, X.; CHEN, L.; MEHREGANY, M. Deposition and properties of polycrystalline  $\beta$ -SiC filme using LPCVD with different dopant amount. 22<sup>nd</sup> Electronics Letters, v. 42, N<sup>o</sup>. 13, June 2006.

36. ZAMBRANO, G.; RIASCOS, H.; PRIETO, P.; RESTREPO, E.; DEVIA, A.; RINCÓN, C. Optical emission spectroscopy study of r.f. magnetron sputtering discharge used for multilayers thin film deposition. Surface and Coatings Technology 172. p.144–149, 2003.

37. TIBREWALA, A.; PEINER, E.; BANDORF, R.; BIEHL, S.; LÜTHJE, H. **Piezoresistive gauge factor of hydrogenated amorphous carbon films**. J. Micromech. Microeng. nº 16, p. S75-S81, 2006.

38. LIFSHITZ, Y. **Hidrogen-free amorphous carbon films: correlation between growth condition and properties**. Diamont and Related Materials, n<sup>o</sup>.5.p. 388-400, 1996.

39. MANDRACCI, P. Growth and characterization of SiC thin films by a plasma assited technique for electronic applications. 2001. 105 p. Tesis (Ph.D.) - Politecnico di Torino, 2001.

40. ZENG, A.; LIU, E.; ZHANG, S.; TAN, S.N.; HING, P.; ANNERGREN, F.; GAO, J. **Impedance study on electrochemical characteristics of sputtered DLC films**. Thin Solid Films, 426, p. 258-264, 2003.

41. RAJAB, S.M.; OLIVEIRA, I.C.; MASSI, M.; MACIEL, H.S.; SANTOS FILHOS, S.G.; MANSANO, R.D. Effect of the thermal annealing on the electrical and physical properties of SiC thin films produced by RF magnetron sputtering. Thin Solid Films, 515, p. 170-175, 2006.

42. LATTEMANN, M.; NOLD E.; ULRICH S.; LEISTE, H.; HOLLECK, H. **Investigation and characterisation of silicon nitride and silicon carbide thin films**. Surface and Coatings Technology, 174 –175, p. 365–369, 2003.

43. BABA, K.; HATADA, R. **Preparation and properties of metal containing diamond-like carbon films by magnetron plasma Source Ion Implantation**. Surface Coatings Technology, 158-159, p. 373- 376, 2002.

44. SCHULTS, G.; FREY, P.; GOETTEL, D.; WEBER, O. F. Strain sensitivity of nickel – containing amorphous hidrogenated carbon (Ni:a-C:H) thin films prepared by RF sputtering using substrate bias conditions. Diamond & Related Materials, 15, p. 80-89, 2006.

45. TIBREWALA, A.; PEINER, E.; BANDORF, R.; BIEHL, S.; LÜTHJE, H. **The piezoresistive effect in diamond-like carbon films**. J. Micromech. Microeng. 17, p. S77 – S82, 2007.

46. BOUKABACHE, A.; PONS, P.; BLASQUEZ, G.; DIBI, Z. Characterisation and modelling of the mismatch of TCRs and their effects on de drift of the offse voltage of piezoresistive pressure sensors. Sensors and Actuators. 84, p. 292 - 296, 2000.

47. TIBREWALA, A.; PEINER, E.; BANDORF, R.; BIEHL, S.; LÜTHJE, H. **Transport** and optical properties of amorphous carbon and hydrogenated amorphous carbon films. Applied Surface Scince, 252, p. 5387 – 5390, 2006.

48. **History and Current Status of Silicon Carbide Research**. Disponível em: < <u>http://www.ecn.purdue.edu/WBG/Introduction/exmatec.html</u>> Acesso em: 14 Fev. 2007.

49. TIBREWALA, A.; PEINER, E.; BANDORF, R.; BIEHL, S.; LÜTHJE, H. **Piezoresistive effect in amorphous carbon thin films**. Materials Science and Technology, vol. 23, n.3, p. 362-367, 2007.

50. GRIMALDI, C.; RYSER, P.; STRÄSSLER, S. Gauge factor enhancement driven by heterogeneity in thick-film resistor. J. Appl. Phys. v. 90, n. 1, p.322 – 327, 2001.

51. CHIVUKULA, V.; WANG, M.; JI H. F.; KHALIQ, A.; FANG, J.; VARAHRAMYAN, K. **Simulation of SiO₂ based piezoresistive microcantilevers**. Sensors and Actuators A, v.125, p.526-536, 2006.

52. WIECZOREK, G. **Dependence of the elastic properties of thin 3C-SiC films on their crystallinity and he deposition conditions**. Disponível em: < <u>http://www-mat.ee.tu-berlin.de/research/sic\_elast/sic\_elas.htm</u>> Acesso em 07 Nov. 2008.

53. SMITH, C.S. **Piezoresistance effect in germanium and silicon**. Phys. Rev. v. 94, p. 42-49, 1954.

54. WESCH, W. **Silicon carbide: synthesis and processing**. Nucl. Instr. and Meth. in Phys. Res. B. 116, p. 305-321, 1996.

55. PENG, X.L.; CLYNE, T.W. **Mechanical stability of DLC films on metallic substrates: Part I—Film structure and residual stress levels**. Thin Solids Films. 312, p. 207-218, 1998.

56. WNG, X.; LI, B.; RUSSO, L. O.; ROMAN, H.T.; CHIN, K.K.; FARMER, K. R. **Diaphragm design guidelines and an optical pressure sensor based on MEMS tchenique**. Microelectronics Journal, 37, p. 50-56, 2006.

57. DAVIDSON, J. L.; WUR, D. R.; KANG, W. P.; KINSER D. L.; KERNS D.V. **Polycrystalline diamond pressure microsensor**. Diamond and Related Materials, 5, p. 86-92, 1996.

58. YAMAMOTO, A.; NAWACHI N.; TSUTSUMOTO, T.; TERAYAMA A. **Pressure sensor using p-type polycrystalline diamond piezoresistors**. Diamond and Related Materials, 14, p. 657-660, 2005.

59. DEGUCHI, M.; HASE, N.; KITABATAKE, M.; KOTERA, H.; SHIMA, S.; KITAGAWA, M. **Piezoresistive property of CVD diamond films**. Diamond and Related Materials, 6, p. 367-373, 1997.

60. KROETZ, G. H.; EICKHOFF, M. H.; MOELLER, H. **Silicon compatible materials for harsh environment sensors**. Sensors and Actuators,74. p.182–189, 1999. 61. EICKHOFF, M.; MÖLLER, H.; STOEMENOS, J.; ZAPPE, S.; KROETZ, G.; STUTZMANN, M. Influence of crystal quality on the electronic properties of ntype 3C-SiCgrown by low temperature low pressure chemical vapor deposition. J. Appl. Phys., v. 95, n. 12, 15, 2004.

62. DESHPANDE, C. V.; BUNSHAH, R. F. **Diamond and diamondlike films:** depositions processes and properties. J. Vac. Sci. Technol. A7, (3), p. 2294-2302, 1989.

63. TIBREWALA, A.; PEINER, E.; BANDORF, R.; BIEHL, S.; LÜTHJE, H. Longitudinal and transversal piezoresistive effect in hydrogenated amorphous carbon films. Thin Solid Films 515, p. 8028–8033, 2007.

64. MEDEIROS, M. S.; MANSANO; R. D.; MOUSINHO; A. P.; VERDONCK, P. **Corrosão por plasma de filmes de carbono tipo diamante**. Revista Brasileira de Aplicações de Vácuo, v. 24, n. 2, p.121-124, 2005.

65. LIBARDI, J.; GRIGOROV, K.; MASSI, M.; OTANI, C.; RAVAGNANI, S.P.; MACIEL, H. S.; GUERINO, M.; OCAMPO, J. M. J. **Comparative studies of the feed gas composition effects on the characteristics of DLC films deposited by magnetron sputtering**. Thin Solid Films, 459, p. 282–285, 2004.

66. MOUSINHO, A. P.; MANSANO, R. D.; MASSI, M.; .JARAMILLO, J. M. **Micro-machine fabrication using diamond-like carbon films**. Diamond and Related Materials, 12. p. 1041–1044, 2003.

67. GUERINO, M.; MASSI, M.; MACIEL, H. S.; OTANI, C. R.; MANSANO, D.; VERDONCK, P.; LIBARDI, J. The influence of nitrogen on the dielectric constant and surface hardness in diamond-like carbon (DLC) films. Diamond and Related Materials 13, p316–319, 2004.

68. GUERINO, M.; MASSI M.; MANSANO, R. D. The Infuence of nitrogen and fluorine on the dielectric constant of hydrogenated amorphous carbon (a-C:H) films. Microelectronics Journal 38, p. 915–918, 2007.

69. MASSI, M.; MANSANO, R. D.; MACIEL H. S.; OTANI, C.; VERDONCK, P.; NISHIOKA, L. N. B. M. **Effects of plasma etching on DLC films**. Thin Solid Films 343-344 p.381-381, 1999.

70. MUTHU, D. G.; WIJESUNDARA, B. J.; CARRARO, C.; HOWE, R. T.; MABOUDIAN, R. Recent progress toward a manufacturable polycrystalline SiC surface micromachining technology. IEEE SENSORS JOURNAL, v. 4, n. 4, p.441-448, 2004.

71. MOUNIE, E.; PAULEAU, Y. **Mechanisms of intrinsic stress generation in amorphous carbon thin films prepared by magnetron sputtering**. Diamond and Related Marerials 6, p.1182-1191, 1997.

72. MOUSINHO, A. P.; MANSANO, R. D. Influence of the plasma parameters and nitrogen addition on the electrical characteristics of DLC films deposited by inductively coupled plasma deposition. Applied Surface Science 254, p. 189–192, 2007.

73. CHO, S. J.; LEE, K. R.; EUN, K. Y.; HAHN, J. H.; KO D. H. **Determination of elastic modulus and poisson's ratio of diamond-like carbon films**. Thin Solid Films 341 p. 207-210, 1999.

74. MEDEIROS, M. S.; MANSANO, R. D.; MOUSINHO, A. P. **Photoelectric effects** of nanostructured amorphous carbon films. Microelectronics Journal 36 p. 981 - 984, 2005.

75. BHAGWAT, S.; HOWSON, R. P. **Use of the magnetron-sputtering technique for the control of the properties of indium tin oxide thin films**. Surface and Coatings Technology 111 p. 163 – 171, 1999.

76. GUERINO, M.; MASSI, M.; MACIEL, H. S.; OTANI, C.; MANSANO, R. D. The effect of the nitrogen on the electrical and structural properties of the diamond-like carbon (DLC) films. Microelectronics Journal 34 p. 639 – 641, 2003.

77. CHOPRA, K. L.; MAJOR, S.; PANDYA, D. K. **Transparent conductors - a status review**. Thin Solid Films, 102 p. 1-46, 1983.

78. YEUNG, K. W.; ONG, C. W. **Micro-pressure sensors made of indium tin oxide thin films**. Sensors and Actuators A 137 p. 1–5, 2007.

79. ZENG K. Y. Investigation of mechanical properties of transparent conducting oxide thin films. Thin Solid Films 443 p. 60–65, 2003.

80. STARYGA, E.; BAK, G. W. **Relation between physical structure and electrical properties of diamond-like carbon thin films**. Diamond and Related Materials 14 p. 23 – 34, 2005.

81. MASSI, M.; MACIEL, H. S.; OTANI, C.**Electrical and structural** characterization of DLC films deposited by magnetron sputtering. Journal of Materials Science: Materials in Electronics 12 p. 343 – 346, 2001.

82. GRILL, A.**Electrical and optical properties of diamond-like carbon**. Thin Solid Films 355 - 356 p. 189 – 193, 1999.

83. KANDA, Y. A graphical representation of the piezoresistance coefficients in silicon. IEEE transactions on electron devices, v. Ed-29, n.1, 1982.

84. KANDA, Y. **Piezoresitance effect of silicon**. Sensors and Actuators A, 28 p. 83-91, 1991.

85. SETO, J. Y. W. **The electrical properties of polycrystalline silicon films**. J. Appl. Phys., v. 46, n. 12, p. 5247 – 5254, 1975.

86. FRENCH, P. J.; EVANS, G. R. **Piezoresistance in polysilicon and its applications to strain gauges**. Solid-State Electronics, v. 32, n. 1, p. 1-10, 1989.

87. PEINER, E.; TIBREWALA, A.; BANDORF, R.; LÜTHJE, H.; DOERING, L.; LIMMER, W. **Diamond-like carbon for MEMS**. J. Micromech. Microeng. 17, p. S83 – S90, 2007.

88. SETO, J. Y. W. **Piezoresistive properties of polycrystalline silicon**. J. App.Phys., v. 47, n.11 p. 4780 – 4783, 1976.
89. GRIDCHIN, V.A.; LUBMSKY, V. M.; SARINA, M. P. **Piezoresistive properties of polysilicon films**. Sensors and Actuators A 49 p. 67 – 72, 1995.

90. PEINER, E.; TIBREWALA, A.; BANDORF, R.; BIEHL, S., LÜTHJ, H.; DOERING, L. **Micro force sensor with piezoresistive amorphous carbon strain gauge**. Sensors and Actuators A 130–131 p. 75–82, 2006.

91. MOUSTAFA, S. H.; KOO'S, M.; PÓCSIK, M., I. **DC electrical properties of amorphous carbon with different bonding hybridization**. Journal of Non-Crystalline Solids 227–230, p. 1087–1091, 1998.

92. MYCIELSKI, W.; STARYGA, E.; LIPIFLSKI, A.; MITURA, S.; SOKOTOWSKA, A. **Open-circuit mode drift mobility measurements in DLC films**. Diamond and Related Materials, 3 p. 858-860, 1994.

93. ROBERTSON, J. **Properties of diamond-like carbon**. Surface and Coatings Technology, 50 p. 185-203, 1992.

94. KONOFAOS, N.; THOMAST, C. B. Electronic transport phenomena in devices containing amorphous diamond-like films on silicon. Solid State Communications, v. 105, n. 4, p. 257-261, 1998.

95. LUTHJE, H.; BIEHL S.; BANDORF, R.; SICK, J. H.; PEINER, E.; TIBREWALA, A. **Preparation and characterization of multifuncional thin film sensors based on amorphous diamond-like carbon**. The 13th International Conference on Solid-State Sensors, Actuators and Microsystems, Seoul, Korea, June 5-9,2005.

96. YANG, Z.; HAN, S.; YANG, T.; YE, L.; MA, H.; CHEBG, C. **ITO films deposited on water-cooled flexible substrate by bias RF magnetron sputtering**, Applied Surface Science 161, p. 279–285, 2000.

97. GORJANC, T. C.; LEONG, D.; PY, C.; ROTH, D. **Room temperature deposition** of ITO using r.f. magnetron sputtering, Thin Solid Films 413, p. 181–185, 2002.

98. ZENG, K.Y. Investigation of mechanical properties of transparent conducting oxide thin films, Thin Solid Films 443, p. 60–65, 2003.

99. HUANG, Q. F.; YOON, S. F.; RUSLI, Y.; GAN, B.; CHEW, K.; AHN, J. Conduction mechanism in molybdenum-containing diamond-like carbon deposited Using electron cyclotron resonance chemical vapor deposition, J. Appl. Phys.,v. 88, n. 7, p. 4191-4195, 2000.

100. JOHNS, G. K. HOWELL, L. L.; JENSEN, B. D.; McLAIN, T. W. A model for predicting the piezoresistive effect in microflexures experiencing bending and tension loads, Journal of Microelectromechanical Systems v. 17, n. 1, p. 226-235, 2008.

101. HAGWAT, B.; HOWSON, R. P. Use of the magnetron-sputtering technique for the control of the properties of indium tin oxide thin films. Surface and Coating Technology, 111, p. 163-171, 1999.

102. AKBAR, M.; SHANBLATT, M. A. **Temperature compensation of piezoresistive pressure sensors**, Sensors and Actuators A, 33, p. 155-162, 1992.

103. BOUKABACHE, A.; BLASQUEZ, G.; PONS, P.; Z DIBI. **Study of the thermal drift of the offset voltage of silicon pressure sensor.** in: Electronics, circuits and systems. Proceedings of ICECS '99. The 6th IEEE International Conference on v. 2, p. 1051 – 1054, 5-8 Sept. 1999.

104. SUN, Y.; SUN, X.; SUN, B.; MENG, Q. Electric drift of the bridge offset for pressure sensors and its utilization, Sensors and Actuatos, A 58, p .249 –256, 1997.

105. MICHELUTTI, L.; CHOVET, A.; STOEMENOS, J.; TERROT, J. M.; IONESCU, M. A. **Polycrystalline silicon thin films for microsystems: correlation between technological parameters, film structure and electrical properties**. Thin Solid Films 401, p. 235–242, 2001.

106. MOSSER, V.; SUSKI, J.; GOSS, J. **Piezoresistive pressure sensors based on polycrystalline silicon**. Sensors and Actuators, A 28, p. 113-132, 1991.

107. SHUWEN, G.; SONGSHEN, T.; WANG, W. **Temperature characteristics of microcrystalline and polycrystalline silicon pressure**. Sensors and Actuators A21-A23, p. 133-136, 1990.

# ANEXO A – Aplicação do Método de Análise Elétrica e Térmica em Piezoresistores de Silício Policristalino

#### A.1. Introdução

Neste anexo é usado o modelo de descasamento dos TCRs – coeficientes de variação da resistência com a temperatura para analisar a tensão de offset de uma configuração em ponte constituída de piezoresistores de silício policristalino tipo N e tipo P. O comportamento da tensão de offset é governado por uma lei quadrática e as derivas térmicas, desta ponte, é mostrada como sendo um dos braços de uma parábola. Neste estudo foi encontrada uma diferença nos coeficientes de temperatura dos quatro piezoresistores e foi mostrado que a variação térmica da voltagem de offset pode apresentar diferentes formas geométricas dependendo do valor dos TCRs. O conhecimento dos desvios térmicos é de fundamental importância para implementar circuitos de condicionamento de sinal eficiente e de baixo custo para sensores piezoresistivos de pressão.

Os sensores de pressão piezoresistivos semicondutores configurados em ponte de Wheatstone apresentam algumas vantagens em relação aos demais dispositivos sensores, uma vez que, apresentam uma alta sensibilidade e linearidade elétrica em resposta aos esforços mecânicos e térmicos a que são submetidos. Entretanto, devido aos diferentes parâmetros de processo os elementos sensores mostram divergências em seus valores porque são influenciados pela temperatura<sup>102,103</sup>. As influências da temperatura sobre um sensor piezoresistivo de pressão são exibidas por uma mudança na span e na voltagem de offset do sensor. A voltagem de offset também varia de forma não linear com a tensão elétrica de alimentação para uma dada temperatura. Neste caso, a variação da tensão elétrica é explicada pela não linearidade dos próprios piezoresistores<sup>104</sup>.

A opção pela configuração em ponte pode apresentar a vantagem de fornecer uma tensão elétrica de saída com termos de primeira ordem independente do valor absoluto dos piezoresistores. Entretanto, a desvantagem deste tipo de configuração é a discrepância inicial atribuída aos valores das piezoresistências em determinada temperatura, quando não se aplica pressão. Estes efeitos estão relacionados às características intrínsecas do material do qual os piezoresistores são feitos através dos coeficientes piezoresistivos os quais variam com a temperatura e com a concentração de dopantes<sup>83,84,86</sup>. Assim, cada piezoresistor individual possui um TCR – coeficiente de variação da resistência com a temperatura que pode ser entendido usando-se modelos teóricos de primeira ou segunda ordem. O TCR determina a faixa de trabalho dos sensores e dos atuadores no campo de microsistemas e, geralmente, são integrados em ferramentas de simulação matemática de dispositivos<sup>105</sup>.

Neste trabalho, empregam-se modelos de segunda ordem para explicar o comportamento dos TCRs e da Voffset de uma configuração em ponte completa obtida a partir de filmes de silício amorfo de ≈ 200 nm de espessura através de LPCVD a 550 °C. Estes filmes são tipo P e N, dopados in-situ, e foram cristalizado em fase sólida por 8 horas a

600  $^{\circ}$ C e a 10<sup>-3</sup>Pa de pressão. A resistividade apresentada é da ordem de 0,0018 Ω.cm.

#### A.2. Considerações teóricas e modelamento dos piezoresistores

Piezoresistores de silício policristalino apresentam alta sensibilidade mecânica quando comparados com piezoresistores metálicos e uma sensibilidade equivalente aquela apresentada por alguns piezoresistores de filme DLC – "Diamond-Like Carbon"<sup>45</sup>. As estruturas dos grãos dos filmes de polisilício governam o comportamento elétrico na maioria das aplicações práticas, enquanto que, a textura influencia fortemente os coeficientes piezoresistivos,  $\pi_s$ . Por outro lado, a variação da faixa de concentração de dopantes pode mudar de forma significativa o valor da resistividade devido ao armadilhamento dos portadores livres de cargas. Desse modo, a resistividade pode ser entendida como o resultado de três componentes: uma devida à barreira de potencial, outra a resistividade dos próprios grãos e uma terceira resultante das fronteiras dos grãos. Esta última componente é, normalmente, desprezível devido ao pequeno tamanho da área das fronteiras dos

grãos. Assim, a condutividade destes filmes são resultados de efeitos de emissão termiônica e emissão de campo através da barreira de potencial<sup>28,85</sup>.

A resistividade dos grãos pode ser aproximada, então, aos modelos empregados para descrever a resistividade macroscópica dos filmes de silício monocristalino<sup>106</sup> dados por,

$$\frac{\Delta R}{R} = \frac{\Delta \rho}{\rho} = GF\varepsilon \tag{A1}$$

onde, GF é o gauge factor associado as propriedades do material e  $\varepsilon$  é a deformação mecânica sofrida pela piezoresistência.

Em filmes de silício policristalino os TCRs variam de tal forma que para baixas concentrações de dopantes o filme é dominado pelos efeitos de barreira e para altas concentrações domina o efeito de substrato. A dependência da piezoresistência é mais acentuada para pequenas doses de dopantes a qual influencia os coeficientes piezoresistivos e provoca uma não linearidade nos mesmos além de um desvio nos TCRs individuais dos piezoresistores constituintes da ponte<sup>107,46</sup>. Por outro lado, o TCR depende diretamente do tamanho médio dos grãos do silício policristalino e da concentração de dopantes através da resistividade,  $\rho$ , conforme sugere a literatura<sup>105</sup>.

Visando minimizar os problemas, acima descritos, quando se emprega estes filmes em dispositivos sensores, assume-se um modelo de piezoresistor dado por,

$$R(\theta) = R_{\theta_{ref}} \left( 1 + \alpha \theta + \beta \theta^2 \right)$$
 (A2)

onde,  $R_{\theta_{ref}}$  é o valor do piezoresistor na temperatura ambiente de referência e  $\alpha_i$  e  $\beta_i$ , com (*i* = 1,2,3,4), são os TCRs de primeira e segunda ordem em função da temperatura,  $\theta$ . Esta lei quadrática é usada por<sup>105</sup> para explicar a influência da temperatura sobre a resistência dos filmes de polisilício altamente dopados.

A configuração mostrada na figura 1 pode ser descrita, então, pela equação (A3) a qual representa a tensão de offset da ponte completa e incorpora os coeficientes de variação da resistência com a temperatura, de acordo com<sup>46</sup>.

$$\frac{\Delta V_{out}(\theta)}{V_B} = \frac{R_1\left(\theta_{ref}\right)R_2\left(\theta_{ref}\right)}{\left[R_1\left(\theta_{ref}\right) + R_2\left(\theta_{ref}\right)\right]^2} \left[\left(\alpha_1 - \alpha_2\right)\theta + \left(\beta_1 - \beta_2\right)\theta^2\right] - \frac{R_3\left(\theta_{ref}\right)R_4\left(\theta_{ref}\right)}{\left[R_3\left(\theta_{ref}\right) + R_4\left(\theta_{ref}\right)\right]^2} \left[\left(\alpha_3 - \alpha_4\right)\theta + \left(\beta_3 - \beta_4\right)\theta^2\right]$$
(A3)

A tensão de offset é muito influenciada pelo desvio entre os piezoresistores incluindo aqueles resultantes dos erros de leiaute, alinhamentos de máscaras, irregularidades de deposição, variações na temperatura e outras alterações ambientais. Assim, mesmo que os piezoresistores estejam perfeitamente ajustados pode existir algum erro de "tracking" a eles associados<sup>102</sup>.

### A.3. Detalhes Experimentais

Neste trabalho, foram utilizadas três máscaras para fabricar piezoresistores de silício policristalino tipo N e tipo P com as seguintes dimensões geométricas: 40  $\mu$ m de largura e comprimentos variando de 40  $\mu$ m a 100  $\mu$ m configurados em ponte, conforme ilustra a figura 1.



Figura. 1 Fotografia da configuração dos piezoresistores mostrando a localização e os pontos de medidas.

A primeira máscara foi empregada para definir os motivos dos piezoresistores em silício policristalino, os quais foram corroídos com plasma de SF<sub>6</sub>. Uma camada de 300 nm de Al é depositada por evaporação térmica e uma segunda máscara é utilizada para definição das geometrias dos contatos elétricos (130  $\mu$ m x 130  $\mu$ m) usando uma solução padrão. Posteriormente, os filmes de Al são submetidos a uma etapa de sinterização a 430 °C durante 30min em ambiente inerte para melhorar as interconexões elétricas e ajustar a estrutura da rede cristalina do Al. A terceira máscara é usada, então, para definir as janelas de corrosão anisotrópica por KOH e obter diafragmas com dimensões de 570  $\mu$ m x 10  $\mu$ m e 410  $\mu$ m x 10 $\mu$ m, respectivamente.

Na caracterização elétrica e térmica foi usado um sistema HP 4145B com microprovadores e dispositivo de aquecimento e o monitoramento da temperatura foi feito através de um termopar tipo K acoplado a um multímetro modelo DMM 506 da Protek. As medidas da temperatura foram realizadas em intervalos de 10 °C a partir da temperatura ambiente de referência (27 °C) até 300 °C e as medidas elétricas foram realizadas em intervalos de 10 mV limitada em 2,5 V.

# A.4. Resultados e Discussões

Verificou-se, experimentalmente, que em cada meia ponte a tendência da curva é seguir a forma parabólica podendo alcançar um máximo ou mínimo valor em determinada temperatura,  $\theta$ . Isto ficou, claramente, evidenciado quando as equações (A3) foram empregadas para fazer esta análise. Estas equações mostram, ainda, que o desvio dos valores dos piezoresistores individuais, na temperatura de referência,  $R_{\theta_{ref}}$ , não afeta de modo significativo a magnitude das variações térmicas da voltagem de offset, porém, os efeitos produzidos pela variação dos coeficientes térmicos,  $\Delta \alpha_i$  e  $\Delta \beta_i$  indicam que as curvas obtidas podem assumir valores positivos ou negativos, uma vez que, as variações de processo dos piezoresistores estão presentes.

Para um material tipo N mostrado na figura 2 observa-se que a forma parabólica máxima desta curva é atingida quando o valor da temperatura é  $\theta \approx 121,52^{\circ}C$ .



Figura 2. Curva das variações térmicas da tensão de saída para a ponte completa tipo N.

Na figura 3 são mostradas as variações da saída da ponte em função da temperatura para um material tipo P. Nesta figura, a curva também apresenta uma tendência parabólica da tensão de saída ao longo da faixa de temperatura. Neste caso, o máximo valor ocorre na temperatura  $\theta \approx 377,58^{\circ}C$ .



Figura 3. Curva das variações térmicas da tensão de saída para a ponte completa tipo P.

As tabelas 1 e 2 mostram os valores obtidos dos TCRs para as amostras analisadas.

	$\left[{}^{o}C^{-1}\right]$	$\begin{bmatrix} \mathbf{\beta}_{\mathbf{i}} \\ {}^{o}C^{-2} \end{bmatrix}$	$\Delta \mathbf{\alpha_{ii}} \\ \begin{bmatrix} {}^{o}C^{-1} \end{bmatrix}$	$\Delta \boldsymbol{\beta}_{ii} \left[ {}^{\circ}C^{-2} \right]$
R <sub>1</sub>	0,1118	-3,2784E-4	Δα <sub>1,2 =</sub> -0,04229	$\Delta \beta_{1,2} = 1,5680E-4$
$R_2$	0,0695	-1,7103E-4		
R <sub>3</sub>	0,0486	-7,1775E-5	Δα <sub>3,4 =</sub> 0,01533	Δβ <sub>3,4 =</sub> -7,9587E-5
R <sub>4</sub>	0,0639	-1,5136E-4		

Tabela 1. TCRs para polisilício tipo N.

Tabela 2. TCRs para polisilício tipo P.

	α <sub>i</sub>	βi	$\Delta \alpha_{ii}$	Δβ <sub>ii</sub>
	$\begin{bmatrix} {}^oC^{-1}\end{bmatrix}$	$\begin{bmatrix} {}^oC^{-2} \end{bmatrix}$	$\begin{bmatrix} {}^oC^{-1} \end{bmatrix}$	$\begin{bmatrix} {}^{o}C^{-2} \end{bmatrix}$
R <sub>1</sub>	0,0356	-1,4774E-6	Δα <sub>1,2 =</sub> 0,0399	Δβ <sub>1,2 =</sub> -1,0566E-4
$R_2$	-0,0043	1,0419E-4		
R <sub>3</sub>	0,0882	-1,2655E-4	Δα <sub>3,4 =</sub> 0,0447	$\Delta\beta_{3,4} = -1,1206E-4$
R <sub>4</sub>	0,0435	-1,4483E-5		·

Observa-se nas tabelas 1 e 2 que o valor dos TCRs não são iguais, para cada um dos piezoresistores constituintes da ponte. Desse modo, é de se esperar que a saída da ponte apresente também uma deriva térmica como mostra as figuras 2 e 3. Entretanto, se os coeficientes térmicos de segunda ordem fossem exatamente iguais, ou seja,  $\beta_1 = \beta_2 = \beta_3 = \beta_4$ , a função deveria ter um máximo valor no infinito e a  $\Delta V_{out}(\theta)$  para uma faixa limitada de temperatura deveria ser semelhante a uma linha reta. De outro modo, quando os coeficientes térmicos de primeira ordem forem dois a dois iguais, ou seja,  $\alpha_1 = \alpha_2$  e  $\alpha_3 = \alpha_4$  a curva que representa o desvio térmico da voltagem de offset seria similar ao braço de uma parábola ascendente ou descendente, exatamente como sugere<sup>103</sup>.

## A.5. Conclusões

Na parte experimental deste trabalho é mostrado que existe uma diferença nos coeficientes de temperatura dos quatro piezoresistores que constituem a ponte completa e que a variação térmica da voltagem de offset pode apresentar diferentes formas geométricas dependendo do valor dos coeficientes  $\alpha_i$  e  $\beta_i$ , bem como, de suas respectivas variações. Nossa análise mostra que o material tipo N é mais estável com as variações da temperatura do que o material tipo P e fornece os parâmetros para a linearização dos efeitos da temperatura em dispositivos sensores.