

## CONFEÇÃO DE UMA CÂMARA MPECVD DE MICRO-ONDAS PARA DEPOSIÇÃO DE ÓXIDO DE SILÍCIO

OZONO, E. M.

Faculdade de Tecnologia de São Paulo - Departamento de Ensino Geral  
edson.ozono@fatec.sp.gov.br

*Deposition of Thin Film of SiO<sub>2</sub> on MPECVD Chamber by Plasma Microwave Cavity*

Eixo Tecnológico: Controle e Processos Industriais.

### Resumo

Neste trabalho foram produzidas deposições de filme fino de SiO<sub>2</sub> por plasma de microondas sobre uma área de uma lâmina padrão (100) de silício dentro da câmara *Microwave Plasma Enhanced Chemical Vapour Deposition - MPECVD*. Tem havido muitas contribuições científicas usando sistemas de microondas que resultaram no desenvolvimento de novos materiais de eletrônica e dispositivos opto-eletrônicos. Este método tem a vantagens de gerar plasma de microondas afastada da região do substrato, evitando-se a exposição do filme fino com radiação emanado do plasma. Isto permite a formação cristalina do filme fino com baixa temperatura, mas de alta densidade e elevada ionização intensificando o processo. É utilizado o precursor *Tetraortossilicato - TEOS* pela sua segurança de uso e por apresentar excelentes propriedades de adesão e estabilidade. O fluxo gás Oxigênio passa por um dedo frio, que arrasta o precursor TEOS, e se mistura com o gás Argônio com fluxo total de 1 litro por minuto sendo conduzido para dentro de uma tocha de plasma de MPT com pressão de 250 Pa. Dentro da câmara MPECVD o jato de plasma alcança coloração esbranquiçada para deposição de filme fino de SiO<sub>2</sub>, com taxa de 1 Å/s sobre uma área maior do que 10cm<sup>2</sup>. Foi possível obter o depósito de um filme fino de cor metálica azul de filme fino de Óxido de Silício sobre a lâmina de Silício (100). As análises de elipsometria indicaram uma espessura de 109 nm e o índice de refração de 1,433. A espectroscopia FTIR indicou a ocorrência de ligações Silício com O e OH em 443cm<sup>-1</sup> e 937 cm<sup>-1</sup>, respectivamente, como também presença de impurezas de Hidrogênio. A superfície de filme fino de Óxido de Silício SiO<sub>2</sub> tem a finalidade de servir de base para depositar os nanotubos de carbono numa área maior, e com direcionamento perpendicular ou horizontal. Ainda falta de estudos sobre este método de descarga de plasma de microondas por cavidade ressonante usando uma câmara MPECVD, a fim de avaliar parâmetros físicos e químicos do filme fino depositado

**Palavras-chave:** *Micro-ondas, Ressonante, Deposição, Filme fino.*

### Abstract

In this work was studied the deposition thin film of Silicon Oxide, SiO<sub>2</sub>, through of the microwave plasma torch - MPT above pattern Silicon layer (100) performed inside a vacuum Microwave Plasma Enhanced Chemical Vapour Deposition - MPECVD chamber. There have been many scientific contributions using microwave system results in significant technical successful improvements of new materials in the electronic and optoelectronic devices. This is fact of advantage of use is generate microwave plasma far from the reaction chamber, avoid directly exposition of substrate from plasma radiation. It promote the crystalline of a thin film built at relatively low temperatures but to a high electron density and high ionization efficiency, therefore, the process is intensified. It is used Tetraethylorthosilicate - TEOS reagents, because it is very safe to use, and It has excellent adhesion and stable properties. The flow of Oxygen gas pass through bubbler to drag and vaporize TEOS reagentes so that they mix with main argon gas of total flux 1 litter per minute and go into plasma torch with pressure of 250 Pa. Inside MWCVD chamber reach a homogeneous white color plasma jet to deposit a thin film of silicon Oxide SiO<sub>2</sub> with rate of 1 Å/s on large area more than 10cm<sup>2</sup>. And the end is possible to see by naked eye of a uniform thin film of Silicon Oxide, SiO<sub>2</sub>, with blue metal color deposited above substrate of Silicon layer surface (100). The results of the elipsometry techniques indicates the thin film thicknesses was about 109 nm and the refractive index of 1,433. The Fourier Transform Infrared Spectrometry - FTIR, indicated

### *Anais da VII Mostra de Docentes em RJI*

that occur Si-O and Si-OH bonds at  $443\text{cm}^{-1}$  and  $937\text{cm}^{-1}$  in the samples, respectively, and indicates presence the Hydrogen as impurities. This thin film of SiO<sub>2</sub> can be used as base to deposit carbon nanotubes on a surface which it gives them some direction. Still there is a lack of studies about the use of microwave plasma discharge by resonant cavity method using MPECVD vacuum chamber in order to obtain physics and chemistry parameters.

**Keywords:** *Microwave, Resonance, Deposition, Thin film.*

## 1. Introdução

Temos uma meta de aumentar a produção de nanotubos de carbono por plasma de microondas que apresente uma pureza como também apresente uma uniformidade no diâmetro em relação aos processos anteriores [1, 2, 3]. Portanto será necessário aumentar a área de deposição de nanotubos de carbono dentro da câmara MPECVD de vácuo. A superfície onde os nanotubos CNT serão depositados podem ser realizada sobre um filme fino de Óxido de Silício realizados dentro da câmara MPECVD a partir do arraste de reagentes adequados. Portanto o Laboratório de Plasma da FATEC-SP em parceria com o laboratório LSI-EDUSP da USP, tem interesse em prosseguir com as caracterizações de filmes finos de SiO<sub>2</sub> e pretende idealizar uma nova arquitetura que permita vislumbrar uma nova rota de produção de nanotubos de carbono.

## 2. Materiais e Metodologia

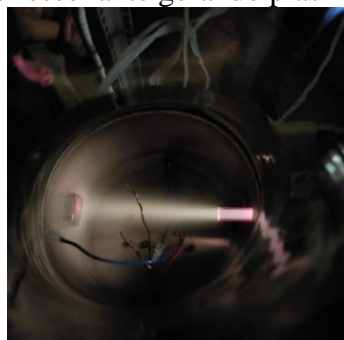
### 2.1. Cavidade ressonante e a Câmara de vácuo MPECVD

A cavidade ressonante cilíndrica foi construída de um tubo de aço inox 316L fechada por dois tampões de aço inox 316L encerrando um volume interno de 100,75 mm de diâmetro por 84,5 mm de comprimento. A cavidade cilíndrica foi equipada com uma fonte de magnetron, montada transversalmente, com 800 watts de potência e que gera uma frequência de 2,45 GHz, alimentado por uma fonte de 4 KV que desenvolve uma corrente elétrica máxima de 8 A. A cavidade entra em ressonância com confinamento de uma onda estacionária de modo transversal elétrico fundamental TE<sub>111</sub> de 12 cm de comprimento de onda [4,5].

O plasma da tocha de microondas MPT foi gerada no interior de uma barreira dielétrica de um tubo de quartzo, de 4mm de diâmetro interno e 30 cm de comprimento, por onde é conduzido um fluxo de gás argônio puro N6,0 de 1 litro por minuto misturado com o gás oxigênio que arrasta o componente TEOS para o interior da cavidade ressonante. A coluna de plasma gerado tem uma coloração esbranquiçada, conforme a **Figura 1**. O tubo de quartzo impede a geração de impurezas proveniente da cavidade cilíndrica para o plasma.

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

**Figura 1** - Cavidade ressonante gerando plasma de micro-ondas.

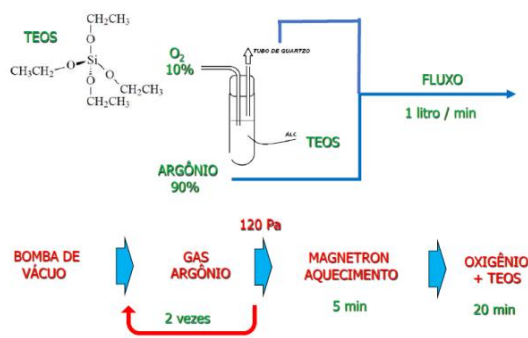


Fonte: Elaboração própria.

## 2.2. Processo deposição de Filme Fino de SiO<sub>2</sub>

Para a geração de plasma de micro-ondas, a bomba de vácuo é ligada até que a pressão atmosférica seja reduzida com gás argônio chegue a uma pressão de 120P, conforme a **Figura 2**, efetuar os primeiros disparos da tocha de plasma sendo mantida com um fluxo de 1 litro por minuto. O fluxo de gás argônio passa pelo misturador conectado com um segundo fluxo de gás oxigênio que atravessa um compartimento de dedo frio onde está depositado o Tetraortosilicato - TEOS. Quando a válvula agulha do oxigênio é liberada, ocorre a mistura dos dois fluxos de argônio e do fluxo de oxigênio com arraste de uma proporção muito pequena do precursor TEOS. A mistura balanceada de Ar + O<sub>2</sub> + TEOS é conduzida para dentro da tocha de micro-ondas, dentro da cavidade, cujo jato de plasma é conduzido para a câmara MECVD. Este estado é mantido durante 12 minutos quando o plasma de micro-ondas próximo do cátodo apresenta uma coloração esbranquiçada. Ao final do intervalo de operação, ocorreu uma deposição de filme fino de coloração azul metalizada sobre a placa de silício 100. O procedimento foi repetido pela segunda vez, desta vez com intervalo de tempo de 20 minutos. A descarga de plasma tem duração de 5 minutos e apresenta uma coloração branca e azulada quando alcança um regime de aquecimento.

**Figura 2** - Rota para deposição de SiO<sub>2</sub>.



Fonte: Elaboração própria.

### 3. Resultados e Discussão

O sistema da cavidade ressonante com a câmara de vácuo MPECVD funcionalidade de depositar filmes finos sobre uma lâmina de silício, em que o plasma foi conduzido até alcançar e eletrodo cátodo onde será depositado o filme fino de  $\text{SiO}_2$ . Foi possível visualizar a olho nu, um indício de deposição de óxido de silício de coloração azul metálico e uniforme sobre a lâmina de silício na Amostra, conforme a **Figura 3**.

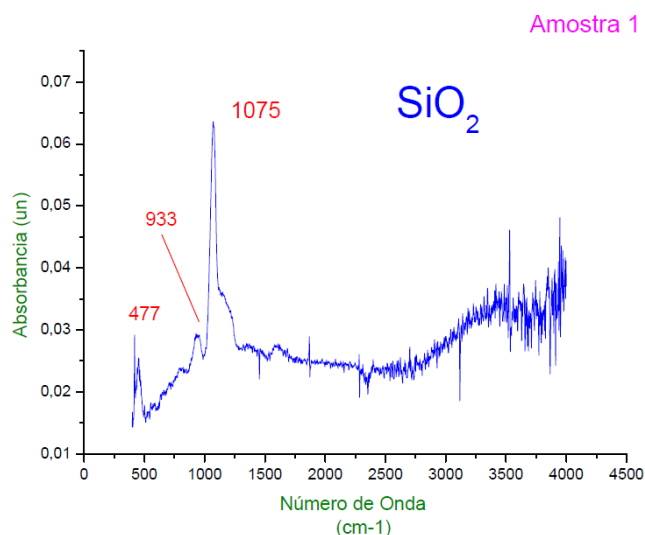
**Figura 3** - Resultado da deposição de filme fino de  $\text{SiO}_2$  da Amostra.



Fonte: Elaboração própria.

A técnica de elipsometria das deposições das **Amostra 1** do filme fino de  $\text{SiO}_2$  sobre uma lâmina de silício 100 indicou espessura de 109nm com índice de refração de 1,433, respectivamente. Entretanto houve uma influência dos contaminantes presentes. As medições de espectrometria FTIR, sob uma curva do espectro construído a partir de um aplicativo Orige 6.0 conforme **Figura 4**, demonstrou a presença de ligações Si-O com algumas influência da presença de contaminantes com hidrogênio que pode influenciar negativamente no aspecto elétrico [6].

**Figura 4** - Os espectros FTIR do filme de SiO<sub>2</sub> indicaram as bandas da Amostra 1



Fonte: Elaboração própria.

#### 4. Conclusões

Foi satisfatório gerar o plasma de micro-ondas sendo conduzido da cavidade ressonante para interior de uma câmara de MPECVD num ambiente de vácuo.

A descarga de plasma gerado de micro-ondas foi realizado de um reagente TEOS com arraste de oxigênio puro misturado com gás argônio com fluxo de um litro por minuto.

Foram obtidos amostras de deposições filmes finos de Óxido de silício SiO<sub>2</sub> sobre a lâmina de silício de orientação 100. A técnica de elipsometria mostrou maior uniformidade na amostra. E a técnica de Espectroscopia no Infravermelho por Transformada de Fourier - FTIR indicou a ocorrência de ligações Si-O em três tipos de frequências, porém com algumas ligações com hidrogênio, deste modo, sendo promissor para o sistema na faixa de micro-ondas.

#### Agradecimentos

O laboratório de plasma da Faculdade de Tecnologia de São Paulo tem parceria com o do Prof Dr Ronaldo Domingues Mansano do Laboratório de Sistemas Integrados da LSI-Poli e com o Prof Dr Maurício Isoldi, do Instituto Tecnológico Federal de São Paulo, da unidade de Carapicuíba.

#### Referências

- [1] KUMAR, M, ANDO Y.: **Chemical Vapor Deposition of Carbon Nanotubes: A Review on Growth Mechanism and Mass Production**, J. Nanoscience. Nanotechnology, v10, Art. n3739 - 2010
- [2] SHAH, K A, TALI, B A: **Synthesis of Carbon Nanotubes by Catalytic Chemical Vapour Deposition: A Review on Carbon Sources, catalysts and substrates**, Mat. Sci. Semi. Process, ELSEVIER, v41, n41, p67-82 - 2016.

*Anais da VII Mostra de Docentes em RJJ*

[3] DRESSELHAUS, M S, ADO, J, HOFMANN, *et al*: **Perspectives on Carbon Nanotubes and Graphene Raman Spectroscopy**, Nano Lett., v10, p751–758 - 2010.

[4] LEBEDEV, Y A: **Microwave Discharges, Generation and Diagnostics**, Journal of Physics, Conference Series 257, 25th Summer School and International Symposium on the Physics of Ionized Gases - 2010.

[5] ISOLDI, M; OZONO, E M; MANSANO, E D: **Replacement of Waveguides by a Resonant Cavity in a Microwave CVD Reactor** - Lab LSI -EPUSP, São Paulo - 2021 em: 24/08/2021 <https://ieeexplore.ieee.org/document/9520665>.

[6] VIANA, C E; SILVA, A N R; MORIMOTO, N I; BONNUD O : **Analysis of SiO<sub>2</sub> Thin Films Deposited by PECVD Using an Oxygen-TEOS-Argon Mixture**, Laboratório LSI - EPUSP, SãoPaulo - 2000. <https://www.scielo.br/j/bjp/a/HW8PStxpzWpZV3YRwgjBdMM/?lang=en#>> em 17/06/2021