

**MINISTÉRIO DA DEFESA
EXÉRCITO BRASILEIRO
DEPARTAMENTO DE CIÊNCIA E TECNOLOGIA
INSTITUTO MILITAR DE ENGENHARIA
CURSO DE MESTRADO EM CIÊNCIA DOS MATERIAIS**

CIRENE DE ANDRADE PRATA DA SILVA

**PRODUÇÃO DE FILMES FINOS DE KANTHAL ABSORVEDORES DE
MICRO-ONDAS**

Rio de Janeiro
2014

INSTITUTO MILITAR DE ENGENHARIA

CIRENE DE ANDRADE PRATA DA SILVA

**PRODUÇÃO DE FILMES FINOS DE KANTHAL ABSORVEDORES DE
MICRO-ONDAS**

Dissertação de Mestrado apresentada ao Curso de Mestrado em Ciência dos Materiais do Instituto Militar de Engenharia, como requisito parcial para a obtenção do título de Mestre em Ciência dos Materiais.

Orientador: Prof. Carlos Luiz Ferreira - D.C.

Co-orientador: Prof. Samuel Machado Leal da Silva - D.C.

Rio de Janeiro

2014

c2014

INSTITUTO MILITAR DE ENGENHARIA

Praça General Tibúrcio, 80 – Praia Vermelha

Rio de Janeiro – RJ CEP 22290-270

Este exemplar é de propriedade do Instituto Militar de Engenharia, que poderá incluí-lo em base de dados, armazenar em computador, microfilmар ou adotar qualquer forma de arquivamento.

É permitida a menção, reprodução parcial ou integral e a transmissão entre bibliotecas deste trabalho, sem modificação de seu texto, em qualquer meio que esteja ou venha a ser fixado, para pesquisa acadêmica, comentários e citações, desde que sem finalidade comercial e que seja a referência bibliográfica completa.

Os conceitos expressos neste trabalho são de responsabilidade do autor e dos orientadores.

620.11 Silva, Cirene de Andrade Prata da

5586p Produção de filmes finos de kanthal absorvedores de micro-ondas/ Cirene de Andrade Prata da Silva; orientada por Carlos Luiz Ferreira – Rio de Janeiro. Instituto Militar de Engenharia, 2014.

71p.: il.

Dissertação (mestrado). – Instituto Militar de Engenharia. – Rio de Janeiro, 2014

INSTITUTO MILITAR DE ENGENHARIA

CIRENE DE ANDRADE PRATA DA SILVA

**PRODUÇÃO DE FILMES FINOS DE KANTHAL ABSORVEDORES DE
MICRO-ONDAS**

Dissertação de Mestrado apresentada ao Curso de Mestrado em Ciência dos Materiais do Instituto Militar de Engenharia, como requisito parcial para a obtenção do título de Mestre em Ciência dos Materiais.

Orientador: Prof. Carlos Luiz Ferreira - D.C.

Co-orientador: Prof. Samuel Machado Leal da Silva – D.C.

Aprovada em 21 de Fevereiro de 2014 pela seguinte Banca Examinadora:

INSTITUTO MILITAR DE ENGENHARIA

CIRENE DE ANDRADE PRATA DA SILVA

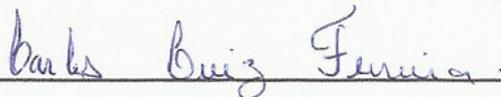
**PRODUÇÃO DE FILMES FINOS DE KANTHAL ABSORVEDORES
DE MICRO-ONDAS**

Dissertação de Mestrado apresentada ao Curso de Mestrado em Ciência dos Materiais do Instituto Militar de Engenharia, como requisito parcial para a obtenção do título de Mestre em Ciência dos Materiais.

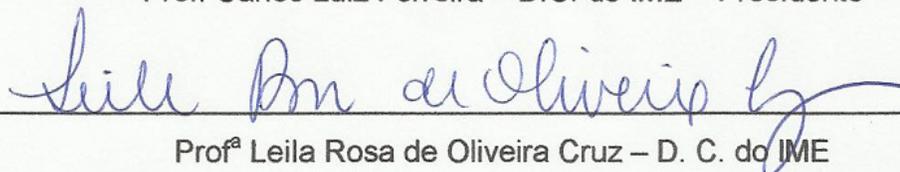
Orientador: Prof. Carlos Luiz Ferreira - D.C.

Co-orientador: Prof. Samuel Machado Leal da Silva – D.C.

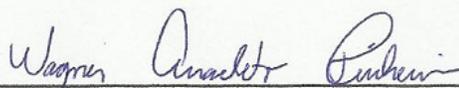
Aprovada em 21 de Fevereiro de 2014 pela seguinte Banca Examinadora:



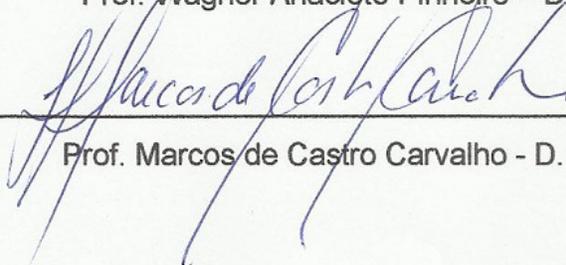
Prof. Carlos Luiz Ferreira – D.C. do IME – Presidente



Profª Leila Rosa de Oliveira Cruz – D. C. do IME



Prof. Wagner Anacleto Pinheiro – D. C. do IME



Prof. Marcos de Castro Carvalho - D. C. do CBPF

Rio de Janeiro

2014

A Deus, por me permitir completar mais uma etapa da minha vida.

AGRADECIMENTOS

Agradeço a Deus e a todas as pessoas que me incentivaram, apoiaram e possibilitaram esta oportunidade de ampliar meus horizontes.

A minha família e principalmente meus pais e meu marido, que entenderam a minha dedicação e mostraram-se pacientes a todo o momento.

Ao meu Orientador, Professor Carlos Luiz Ferreira, e ao meu Co-orientador, T.C. Samuel Machado Leal da Silva, pela disponibilidade, atenção e oportunidade de compartilhar conhecimentos para que fosse possível a construção de mais este sonho nesta trajetória acadêmica.

A todos os professores do Laboratório de Filmes Finos do Instituto Militar de Engenharia, em especial à Prof^a Leila Rosa de Oliveira Cruz, por sua contribuição nas discussões a respeito das deposições e pelo apoio incansável.

Aos colegas que me apoiaram ao longo desta jornada, assim como ao Instituto Militar de Engenharia, a CAPES e ao Centro Tecnológico do Exército, pelo apoio financeiro e acadêmico para que fosse possível realizar este trabalho.

SUMÁRIO

LISTA DE ILUSTRAÇÕES.....	08
LISTA DE TABELAS.....	10
LISTA DE ABREVIATURAS E SÍMBOLOS.....	11
LISTA DE SIGLAS.....	13
1 INTRODUÇÃO.....	16
1.1 Histórico.....	16
1.2 Posicionamento do Trabalho e Motivação.....	17
1.3 Objetivo.....	17
2 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA.....	18
2.1 Resistividade Elétrica.....	18
2.2 Teoria Eletromagnética.....	20
3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	28
3.1 Resistividade Elétrica dos Filmes Finos.....	39
3.2 Absorção da Radiação Eletromagnética na Faixa de Frequência de Micro-ondas.....	30
3.3 Classificação dos Filmes Finos Absorvedores de Micro-ondas.....	31
3.3.1 Filmes Finos Resistivos.....	32
3.3.2 Filmes Finos Magnéticos.....	32
3.4 Deposição de Filmes Finos Absorvedores de Micro-ondas em Diferentes Substratos.....	33
3.5 Deposição de Filmes Finos Absorvedores de Micro-ondas em Diferentes Temperaturas de Substrato.....	36
3.6 Deposição de Filmes Finos Absorvedores de Micro-ondas com Diferentes espessuras.....	38

4	MATERIAIS E MÉTODOS.....	40
4.1	Materiais.....	40
4.2	Método de Deposição.....	40
5	TÉCNICAS DE CARACTERIZAÇÃO DOS FILMES DEPOSITADOS.....	43
5.1	Caracterização por Perfilometria.....	43
5.2	Caracterização Elétrica.....	43
5.3	Caracterização por Medidas de Absorção de Micro-ondas.....	45
6	RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	48
6.1	Medida de Espessura dos Filmes Finos de Kanthal.....	48
6.2	Resistividade Elétrica dos Filmes Finos de Kanthal.....	48
6.3	Percentual de Absorção de Micro-ondas dos Filmes Finos de Kanthal.....	54
7	CONCLUSÃO.....	64
8	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	65

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

FIG.2.1	Modelo de bandas de energia.....	18
FIG.2.2	Campos elétrico e magnético de uma onda eletromagnética.....	20
FIG.2.3	Espectro eletromagnético.....	21
FIG.2.4	Energia de uma onda eletromagnética incidente sobre um material.....	26
FIG.4.1	Sistema de deposição.....	41
FIG.4.2	Substratos de vidro, Mylar e Kapton.....	41
FIG.4.3	Máscaras de deposição.....	42
FIG.4.4	Fonte de evaporação flash.....	42
FIG.5.1	Perfilômetro usado nas medidas de espessura.....	43
FIG.5.2	Geometria da amostra utilizada para as medidas de resistividade.....	44
FIG.5.3	Equipamento Hall utilizado nas medidas de resistividade.....	44
FIG.5.4	Diagrama esquemático de um dispositivo de duas portas representado pelos parâmetros S.....	45
FIG.5.5	Esquema do equipamento de medida para absorção de micro-ondas.....	47
FIG.5.6	Analisador de rede vetorial modelo 37247D Anritsu.....	47
FIG.6.1	Resistividade versus espessura de filmes finos de Kanthal depositados à temperatura ambiente sobre diferentes substratos.....	53
FIG.6.2	Resistividade versus espessura de filmes finos de Kanthal depositados a 100°C sobre diferentes substratos.....	53
FIG.6.3	Resistividade versus espessura de filmes finos de Kanthal depositados a 300°C sobre diferentes substratos.....	54

FIG.6.4	Absorção de micro-ondas dos substratos, do guia de onda e do conjunto filme/substrato para filmes de Kanthal com 116Å depositados à temperatura ambiente.....	55
FIG.6.5	Absorção de micro-ondas de filmes de Kanthal com 116Å depositados a temperatura ambiente sobre diferentes substratos.....	56
FIG.6.6	Absorção de micro-ondas de filmes de Kanthal com 150Å depositados à temperatura ambiente sobre diferentes substratos.....	56
FIG.6.7	Absorção de micro-ondas de filmes de Kanthal com 180Å depositados à temperatura ambiente sobre diferentes substratos.....	57
FIG.6.8	Absorção de micro-ondas de filmes de Kanthal com 290Å depositados à temperatura ambiente sobre diferentes substratos.....	57
FIG.6.9	Percentual máximo de absorção de micro-ondas a 8GHz em filmes de Kanthal depositados à temperatura ambiente em função da espessura.....	61
FIG.6.10	Percentual máximo de absorção de micro-ondas a 8GHz em filmes de Kanthal depositados a 100°C em função da espessura.....	61
FIG.6.11	Percentual máximo de absorção de micro-ondas a 8GHz em filmes de Kanthal depositados a 300°C em função da espessura.....	62
FIG.6.12	Percentual máximo de absorção de micro-ondas a 8GHz em filmes de Kanthal com espessura entre 100-125Å em função da temperatura.....	62
FIG.6.13	Percentual máximo de absorção de micro-ondas a 8GHz em filmes de Kanthal com espessura entre 170-200Å em função de temperatura.....	63

LISTA DE TABELAS

TAB.6.1	Resistividade elétrica de filmes finos de Kanthal com diferentes espessuras depositados sobre vidro em diferentes temperaturas de substrato.....	50
TAB.6.2	Resistividade elétrica de filmes finos de Kanthal com diferentes espessuras depositados sobre Mylar em diferentes temperaturas de substrato.....	51
TAB.6.3	Resistividade elétrica de filmes finos de Kanthal com diferentes espessuras depositados sobre Kapton em diferentes temperaturas de substrato.....	52
TAB.6.4	Percentual máximo de absorção em filmes finos de Kanthal crescidos com diferentes espessuras e temperaturas de substrato, ensaiados nas frequências de 8, 10 e 12GHz.....	60

LISTA DE ABREVIATURAS E SÍMBOLOS

E_0	-	amplitude do campo elétrico da onda incidente
R	-	coeficiente de reflexão
T	-	coeficiente de transmissão
L	-	comprimento da amostra
σ	-	condutividade elétrica do meio
β	-	constante de fases
α	-	constante de perdas
γ	-	constante de propagação
ρ	-	densidade volumétrica de carga
D	-	densidade de corrente de deslocamento
B	-	densidade de fluxo magnético
$\frac{\partial}{\partial t}$	-	derivada em relação ao tempo
U	-	distância de penetração da onda na direção normal a superfície
E_a	-	energia da onda eletromagnética absorvida
E_r	-	energia da onda eletromagnética refletida
E_t	-	energia da onda eletromagnética transmitida
t''	-	espessura do filme fino
ω	-	frequência angular
f	-	frequência de propagação da radiação eletromagnética
Z	-	impedância intrínseca
Z_0	-	impedância intrínseca do espaço livre
Z_L	-	impedância superficial do condutor
W	-	largura da amostra
λ_0	-	livre caminho médio dos elétrons
i	-	operador complexo
$i\varepsilon''(\omega)$	-	parte imaginária da permissividade elétrica
$\varepsilon''(\omega)$	-	parte real da permissividade elétrica
ε_0	-	permissividade elétrica
μ_0	-	permeabilidade magnética
P	-	probabilidade de espalhamento dos elétrons por reflexão

δ	-	profundidade de penetração pelicular
R_s	-	resistência de folha
r	-	resistência do filme fino
R_{sup}	-	resistência superficial do meio
ρ	-	resistividade volumétrica
ρ_d	-	resistividade por influência de deformações plásticas
ρ_i	-	resistividade dependente da presença de impurezas
ρ_t	-	resistividade dependente da temperature
ρ_{total}	-	somatório das resistividades residuais
t	-	tempo
\vec{B}	-	vetor densidade de fluxo magnético
\vec{D}	-	vetor densidade de corrente de deslocamento
\vec{E}	-	vetor campo elétrico
\vec{H}	-	vetor campo magnético
\vec{j}	-	vetor densidade de corrente de condução

LISTA DE SIGLAS

CVAD	Deposição a Vácuo por Arco Catódico
ECR-MOCVD	Deposição Química Organometálica - Ressonância de Ciclotron de elétrons
MARE	Materiais Absorvedores de Radiação Eletromagnética
RAM	Materiais Absorvedores na frequência Radar
PET	Poli Tereftalato de Etileno

RESUMO

Os materiais absorvedores de micro-ondas apresentam um grande potencial tecnológico para a indústria de telecomunicações, automóveis, medicina e defesa. Eles são capazes de transformar a energia da onda eletromagnética em energia térmica e dissipá-la. Estes materiais absorvedores de micro-ondas na forma de filmes finos são muito empregados como revestimento de antenas e torres de telecomunicações, pois apresentam a vantagem de serem de pequena espessura e, conseqüentemente, de baixo peso.

Neste trabalho foram produzidos filmes finos de kanthal por evaporação térmica resistiva, tipo "flash", com diferentes espessuras, sobre diferentes substratos e com diferentes temperaturas de substrato. Os filmes foram caracterizados por medidas de espessura, resistividade elétrica e absorção de radiação eletromagnética, de maneira a comprovar a viabilidade de seu uso como absorvedores de micro-ondas.

Os resultados mostraram que é possível produzir filmes finos de kanthal para aplicação como absorvedores de micro-ondas, utilizando o método de deposição por evaporação térmica resistiva. Os filmes finos mostraram ter até 49,9% de capacidade de absorção, quando depositados à temperatura ambiente. Por outro lado, a capacidade de absorção dos filmes não foi muito influenciada pela temperatura do substrato, mas sim pela espessura do filme e pelo tipo de substrato utilizado.

ABSTRACT

Microwave absorbing materials have great technological potential for application in telecommunications, automotive, medicine, and defense industries. They transform electromagnetic energy into thermal energy and dissipate it. Microwave absorbing thin films are widely employed as coatings for telecommunications towers and antennas because they have small thickness and low weight.

In this work kanthal thin films were deposited by resistive flash thermal evaporation, with different thicknesses on different substrates and under different substrate temperatures. The films were characterized by means of electrical resistivity and microwave absorption measurements in order to verify its effectiveness as microwave absorbers.

The results showed that kanthal microwave absorber thin films can be grown by resistive flash thermal evaporation method. The films deposited at room temperature showed maximum absorption capacity of 49.9%. The absorption capacity of the films was much more influenced by the film thickness and the type of substrate than the substrate temperature.

1. INTRODUÇÃO

1.1. HISTÓRICO

Pouco antes da Segunda Guerra Mundial, observou-se um aumento acelerado do desenvolvimento de “sistemas” que trabalham na faixa de frequência de micro-ondas. Pode-se citar, como exemplo, os radares utilizados para identificação de veículos e equipamentos usados pelos soldados que se aproximavam nas frentes de batalha. Portanto, ao longo de décadas, muitas pesquisas na área de defesa e segurança avançaram com o objetivo de aperfeiçoar suas tecnologias para elaboração de outras estratégias de combate.

Atualmente, a atenção dos pesquisadores está voltada para “sistemas” que ofereçam proteção de equipamentos na chamada guerra eletrônica, evitando a interferência eletromagnética nos aparelhos eletroeletrônicos de comunicações (KHAN, 2012). De acordo com o Centro de Gestão e Estudos Estratégicos - CGEE, estes “sistemas” são constituídos de materiais elementares, materiais conjugados ou multicamadas e são absorvedores de micro-ondas. Geralmente são denominados MARE, Materiais Absorvedores de Radiação Eletromagnética, e são capazes de reduzir a refletividade da energia da onda eletromagnética incidente. Eles possuem inúmeras aplicações, tais como em: proteção contra descargas elétricas, blindagem de interferência eletromagnética de aparelhos eletrônicos e redução de detecção de alvos por radares. Esta proteção é realizada através de recobrimento de sua superfície como através de placas, mantas e tintas absorvedoras de micro-ondas e materiais na forma de filmes finos (CGEE, 2010).

1.2. POSICIONAMENTO DO TRABALHO E MOTIVAÇÃO

No setor de telecomunicações das Forças Armadas existe uma preocupação em como reduzir as interferências eletromagnéticas causadas por incidência de radiação eletromagnética, na faixa de micro-ondas, em sistemas de antenas de transmissão e recepção, e também em equipamentos automotivos e aeroespaciais. Visando a otimização dos projetos neste setor, torna-se necessário acompanhar a evolução tecnológica, onde estudos mostram que materiais absorvedores produzidos na forma de filmes finos apresentam uma capacidade maior de interação com as micro-ondas. Portanto, para atender a esta demanda, estão sendo desenvolvidos sistemas capazes de absorver esta radiação utilizando materiais que tenham como principais características o baixo peso, boa estabilidade térmica e resistência à corrosão. De acordo com todas estas características, justifica-se, portanto, a escolha da liga ternária kanthal (70% Fe, 25% Cr e 5% Al) como material para produção deste sistema.

1.3. OBJETIVO

Este projeto teve como objetivo a produção de filmes finos de kanthal que atuassem como absorvedores de radiação eletromagnética na faixa de micro-ondas. Para alcançar este objetivo, o trabalho seguiu o seguinte desenvolvimento:

- ✓ Produção dos filmes finos a partir do método de evaporação térmica resistiva do tipo flash;
- ✓ Estudo da absorção de micro-ondas em filmes finos depositados em diferentes substratos, com diferentes espessuras e depositados em diferentes temperaturas.

2. FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

2.1. RESISTIVIDADE ELÉTRICA

A resistividade elétrica é uma propriedade específica do material e depende fortemente das características microestruturais do material. Ela representa uma medida do grau de dificuldade que o material contrapõe ao fluxo da corrente elétrica.

Os elétrons presentes em um material se encontram distribuídos em bandas de energia, como apresentado na FIG. 2.1.

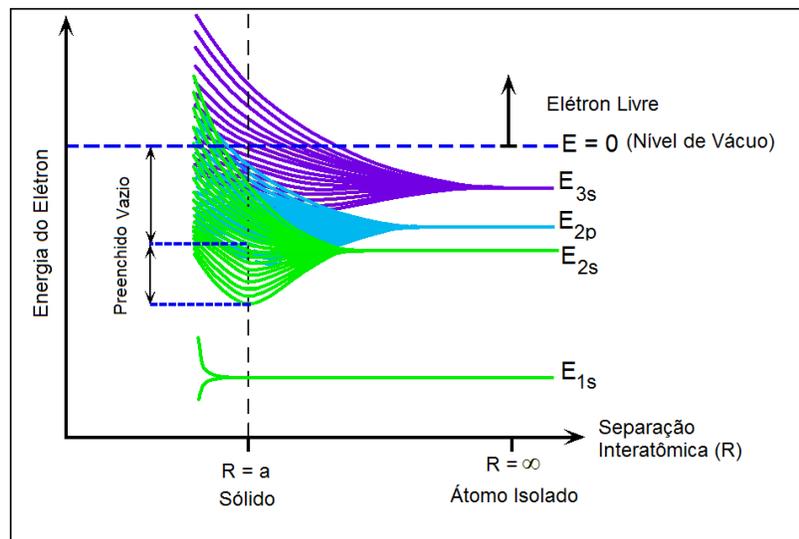


FIG. 2.1: Modelo de bandas de energia (Adaptado de KASAP, 2006).

Os elétrons da banda de condução encontram-se livres para fluir e são espalhados pelas inúmeras colisões entre eles e a rede cristalina. Este fluxo é descrito pela teoria de Drude que, em 1900, propôs um modelo que considerava os elétrons livres como um “gás eletrônico”. Quando se aplica uma diferença de potencial, esses elétrons são acelerados gerando uma corrente elétrica contínua, a qual atingirá um valor constante devido a várias interferências, tais como,

espalhamento por fônons, átomos de impureza, lacunas, átomos intersticiais, discordâncias e vibrações térmicas.

A resistividade elétrica dos materiais pode ser avaliada somando-se as contribuições de cada mecanismo mencionado anteriormente pela Regra de Mathiessen, apresentada pela EQ. 2.1.

$$\rho_{total} = \rho_T + \rho_i + \rho_d \quad (\text{EQ. 2.1})$$

Na EQ. 2.1, ρ_{total} é o somatório das resistividades residuais, ρ_T é a resistividade dependente da temperatura, ρ_i é a resistividade dependente da presença de impurezas e ρ_d é a resistividade por influência de deformações plásticas.

Porém, para os filmes finos metálicos é preciso considerar outros fatores como a dimensão do material. O estudo realizado por Fuchs e Sondheimer mostra que a condução elétrica é resultante da contribuição dos contornos de grão e da espessura que deve ser menor ou da mesma ordem de grandeza que o livre caminho médio dos elétrons (FUCHS, 1938; SONDHEIMER, 2001). A resistência de um filme fino é determinada em termos da resistência de folha, R_s , que tem unidade Ω/\square , e está relacionada com a resistividade de acordo com a EQ. 2.2.

$$R_s = \frac{\rho}{t''} = r \frac{L}{W} \quad (\text{EQ. 2.2})$$

onde: ρ – resistividade volumétrica

t'' – espessura do filme fino

r – resistência do filme fino

L – comprimento da amostra

W – largura da amostra

2.2. TEORIA ELETROMAGNÉTICA

O físico alemão Heinrich Hertz verificou experimentalmente a existência das ondas eletromagnéticas, provando que o campo eletromagnético se propaga no vácuo com velocidade $c \approx 3,0 \times 10^8$ m/s. Porém, vinte anos antes, Maxwell já havia previsto sua existência depois de realizar um estudo cuidadoso sobre todas as informações descobertas por Hertz.

Uma onda eletromagnética é constituída de um campo elétrico (E) que oscila no plano XY e um campo magnético (B) que oscila no plano XZ, o que corresponde a uma onda plana. As ondas eletromagnéticas planas são transversais, sendo o campo elétrico e magnético perpendiculares entre si e com a direção de propagação como ilustrada na FIG. 2.2 (ALONSO, 2001).

As ondas eletromagnéticas são classificadas de acordo com sua fonte e representadas por uma faixa de comprimento de onda, ou frequência, de limites variáveis, como pode ser constatado pelo espectro eletromagnético da FIG. 2.3 (CALLISTER, 2006).

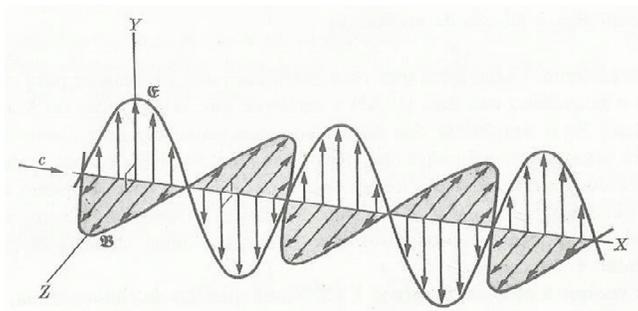


FIG. 2.2: Campos elétrico e magnético de uma onda eletromagnética (ALONSO, 2001).

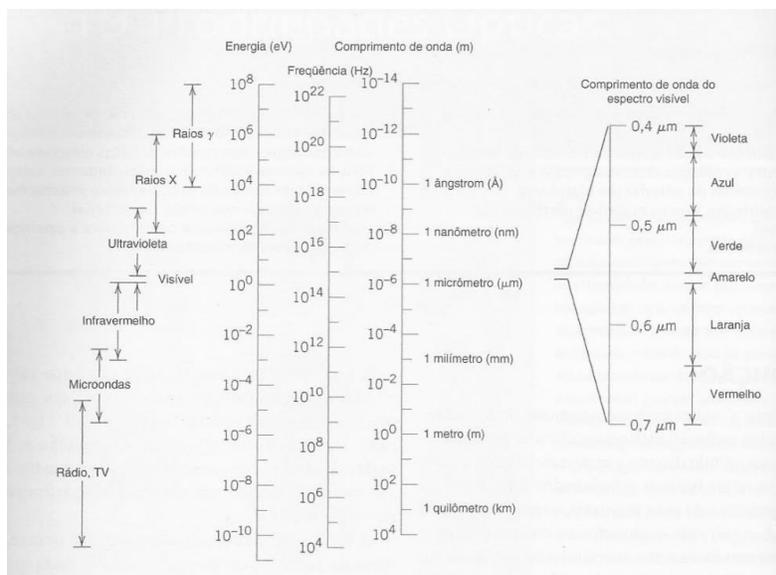


FIG. 2.3: Espectro Eletromagnético (CALLISTER, 2006).

A radiação eletromagnética que será utilizada nos estudos deste trabalho está na faixa de micro-ondas, radiação de comprimento de onda de $0,3 \text{ m}$ até 10^{-3} m , correspondendo a um intervalo de frequência de 10^9 Hz até $3,0 \times 10^{11} \text{ Hz}$. As micro-ondas são usadas em inúmeras aplicações, tais como navegação, sistemas de telecomunicação sem fio e radares (SADIKU, 2008; ALONSO, 2001). No caso de sistemas de telecomunicação e radares é desejável que sejam utilizados materiais capazes de interagir com esta radiação.

Em 1864, Maxwell, reunindo todas as suas observações dos fenômenos elétricos e magnéticos, estabeleceu relações com várias teorias da época: a Lei de Gauss que relaciona a eletricidade e magnetismo; a Lei de Ampère para a eletricidade e a Lei de Faraday para a indução magnética.

As quatro Equações de Maxwell descrevem as relações entre os campos elétricos e magnéticos, tal como se segue:

$$\nabla \cdot \vec{E} = \frac{\rho}{\epsilon_0} \quad (\text{EQ. 2.3})$$

onde: \vec{E} – vetor campo elétrico [V/m]

ρ - densidade volumétrica de carga [C/m^3]

ϵ_0 – permissividade elétrica do vácuo [farad/m]

$$\nabla \cdot \vec{H} = 0 \quad (\text{EQ. 2.4})$$

onde: \vec{H} – vetor campo magnético [A/m]

$$\nabla \times \vec{H} = \vec{j} + \frac{\partial \vec{D}}{\partial t} \quad (\text{EQ. 2.5})$$

onde: \vec{j} – vetor densidade de corrente de condução [A/m²]

t – tempo [segundos]

\vec{D} – densidade de corrente de deslocamento [C/m²]

$$\nabla \times \vec{E} = - \frac{\partial \vec{B}}{\partial t} \quad (\text{EQ. 2.6})$$

onde: \vec{B} – vetor densidade de fluxo magnético [Wb/m²]

A primeira equação de Maxwell (EQ. 2.3) é a Lei de Gauss para eletricidade, equivalente à Lei de Coulomb em situações estáticas, que relaciona os campos elétricos com as cargas elétricas. Quando se substitui o campo elétrico, dado pela

relação $E = \frac{D}{\epsilon_0}$, na EQ. 2.3, obtém-se:

$$\nabla \cdot D = \rho \quad (\text{EQ. 2.7})$$

onde: D - densidade de corrente de deslocamento [C/m²]

Para os campos magnéticos, a Lei de Gauss evidencia que não existe monopolos magnéticos, pois as linhas de força dos campos magnéticos são fechadas; logo, o fluxo magnético que entra é igual ao que sai. Utilizando-se a relação constitutiva, $B = \mu_0 H$, na equação (EQ. 2.4), origina-se a equação a seguir:

$$\nabla \cdot B = 0 \quad (\text{EQ. 2.8})$$

onde: B – densidade de fluxo magnético [Wb/m²]

μ_0 – permeabilidade magnética [Henry/m]

A Lei de Ampère, terceira equação de Maxwell, descreve a relação entre um campo magnético e a densidade total de corrente que o originou. Através da derivada da relação constitutiva em relação ao tempo, $D = \epsilon_0 E$, e definindo $\frac{\partial}{\partial t} = i\omega$, origina-se a equação a seguir:

$$\nabla \times \vec{H} = \vec{J} + i\omega\vec{D} \quad (\text{EQ. 2.9})$$

onde: i – operador complexo

ω - frequência angular [rad/s]

A quarta equação de Maxwell é a Lei de Faraday, que descreve a relação entre o campo elétrico e o campo magnético, uma vez que o fluxo magnético variando no tempo origina o campo elétrico. Derivando a relação constitutiva em relação ao tempo, $B = \mu_0 H$, e sabendo que $\frac{\partial}{\partial t} = i\omega$, encontra-se a equação a seguir:

$$\nabla \times \vec{E} = -i\omega\mu_0 H \quad (\text{EQ. 2.10})$$

Através destas equações pode-se determinar a equação de uma onda plana em função do campo elétrico, tal como:

$$E_n = E_0 e^{i\omega t} \quad (\text{EQ. 2.11})$$

onde: E_0 – amplitude do campo elétrico da onda incidente

Considerando uma onda plana se propagando em um meio homogêneo, linear e isotrópico pode-se definir parâmetros, tais como, a constante de propagação complexa (γ), a contribuição da constante de perdas (α) e a constante de fase (β), de acordo com as propriedades do meio através das seguintes equações (EDMINISTER, 1980):

$$\gamma = \alpha + i\beta \quad (\text{EQ. 2.12})$$

onde:

$$\alpha = \omega \sqrt{\frac{\mu\varepsilon}{2} \left(\sqrt{1 + \left(\frac{\sigma}{\omega\varepsilon}\right)^2} - 1 \right)} \quad (\text{EQ. 2.13})$$

$$\beta = \omega \sqrt{\frac{\mu\varepsilon}{2} \left(\sqrt{1 + \left(\frac{\sigma}{\omega\varepsilon}\right)^2} + 1 \right)} \quad (\text{EQ. 2.14})$$

σ – condutividade elétrica do meio [ohms/m]

Substituindo as EQs. 2.13 e 2.14 na EQ. 2.12, obtém-se:

$$\gamma = \sqrt{i\mu\omega(\sigma + i\omega\varepsilon)} \quad (\text{EQ. 2.15})$$

A impedância intrínseca (Z) do meio pode ser obtida após algumas manipulações matemáticas entre as equações (EQ. 2.9) e (EQ. 2.10) e pode ser escrita em função de suas propriedades pela equação seguinte (COLLIN, 1979):

$$Z = \frac{E}{H} = \sqrt{\frac{i\omega\mu}{\sigma + i\omega\varepsilon}} \quad (\text{EQ. 2.16})$$

As perdas pela interação da onda com o meio estão relacionadas com o termo $i\omega\varepsilon$ da EQ. 2.16, pois a permissividade elétrica é complexa. A parte real está relacionada com o armazenamento de energia e a parte imaginária com as perdas por dissipação.

$$i\varepsilon(\omega) = \varepsilon'(\omega) - i\varepsilon''(\omega) \quad (\text{EQ. 2.17})$$

$\varepsilon'(\omega)$ – parte real da permissividade elétrica

$i\varepsilon''(\omega)$ – parte imaginária da permissividade elétrica

A absorção de radiação eletromagnética por um meio pode acontecer de duas maneiras: pela interação do campo elétrico da radiação com o material, o que contribui para as perdas dielétricas, ou pela dissipação de correntes induzidas no

material (corrente de Foucault), geradas pelo fluxo magnético variável da onda incidente em sua superfície, o que constitui as perdas magnéticas. Tanto na perda dielétrica quanto na perda magnética, a energia da radiação eletromagnética é convertida em calor. Portanto, a resistência elétrica superficial do meio exerce papel preponderante na dissipação de energia na forma de calor.

Quando uma onda eletromagnética na faixa de frequência de micro-ondas penetra em um meio condutor observa-se que a amplitude do campo elétrico diminui exponencialmente com a profundidade segundo a relação $e^{-\frac{u}{\delta}}$, onde u é a distância de penetração da onda na direção normal à superfície e δ é a profundidade de penetração pelicular ou *skin depth*. Portanto, quando a profundidade de penetração do campo eletromagnético corresponder à profundidade pelicular, a amplitude do campo transmitido decai para 37% da amplitude na superfície. Quando a espessura do material é superior ao *skin depth* a radiação eletromagnética começa a ser refletida pelo meio.

O *skin depth* pode ser escrito em função das propriedades do meio pela EQ. 2.18:

$$\delta = \sqrt{\frac{\rho}{\pi \mu f}} \quad (\text{EQ. 2.18})$$

onde ρ é resistividade do meio e f é a frequência de propagação da radiação eletromagnética.

A resistência superficial do meio (R_{sup}) também pode ser escrita em termos do *skin depth* e da resistividade elétrica pela EQ. 2.19 (KRAUS, 1986; EDMINISTER, 1980).

$$R_{\text{sup}} = \frac{\rho}{\delta} \quad (\text{EQ. 2.19})$$

Substituindo a EQ. 2.18 em 2.19 tem-se:

$$R_{\text{sup}} = \rho \sqrt{\frac{\pi \mu f}{\rho}} = \sqrt{\pi \mu \rho f} \quad (\text{EQ. 2.20})$$

Portanto, observa-se que quanto maior a resistividade do material maior será sua resistência superficial, maior será a dissipação de energia, resultando em uma maior absorção de radiação eletromagnética, desde que a espessura do material

seja da ordem do *skin depth*. Este fato foi comprovado experimentalmente por Park e seus colaboradores (PARK et al, 2009) em susceptores tubulares de aço inoxidável.

Uma onda, ao se propagar do espaço livre para um meio condutor, sofre perdas por reflexão e absorção.

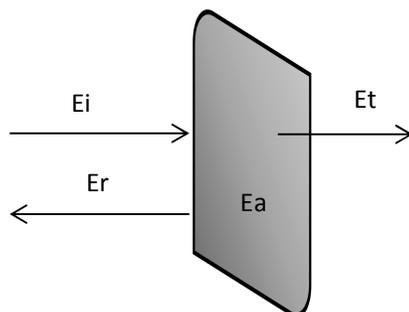


FIG. 2.4: Energia de uma onda eletromagnética incidente sobre um material.

Respeitando o princípio de conservação de energia, o somatório dos coeficientes de reflexão, transmissão e absorção é igual à unidade, ou seja, 100% da energia incidente.

$$1 = E_r + E_t + E_a \quad (\text{EQ. 2.21})$$

onde, E_r – energia da onda eletromagnética refletida

E_t – energia da onda eletromagnética transmitida

E_a – energia da onda eletromagnética absorvida

Para obter a energia absorvida pelo meio é necessário calcular os coeficientes de reflexão (R) e transmissão (T). Estes coeficientes podem ser obtidos de acordo com a impedância do meio de propagação da onda. Se uma onda se propaga no meio até encontrar uma superfície condutora, os coeficientes serão calculados em função da impedância intrínseca do espaço livre, $Z_0 = 377\Omega$, e da impedância superficial do condutor, Z_L (COLLIN, 1979), tal como nas EQs. 2.22 e 2.23.

$$T = \frac{2Z_L}{Z_L + Z_0} \quad (\text{EQ. 2.22})$$

$$R = \frac{Z_L - Z_o}{Z_L + Z_o} \quad (\text{EQ. 2.23})$$

Entretanto, estes coeficientes são obtidos de uma forma mais facilitada através de um analisador de rede. Este equipamento nos permite obter diretamente os valores dos coeficientes de reflexão e transmissão no momento em que a amostra de filme fino está sendo analisada. Conseqüentemente, é possível realizar um cálculo simples e análogo à EQ. 2.21 para obter o quanto um filme fino é capaz de absorver a radiação eletromagnética.

3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Em geral, os fatores que mais afetam o crescimento dos filmes finos e suas propriedades são: contaminantes, taxa de evaporação, temperatura da fonte de evaporação, o ângulo de incidência do evaporante, o substrato, a temperatura do substrato. Porém, os três principais fatores a serem discutidos neste trabalho serão:

- i. O tipo de substrato, quanto à composição, rugosidade e reatividade, devido a sua influência na resistividade do filme;
- ii. A temperatura substrato, pois ela afeta a mobilidade dos átomos que chegam aos substratos durante o processo de deposição e pode modificar o arranjo cristalino do filme (HALL, 1969);
- iii. A espessura do filme fino depositado, pois é o parâmetro mais importante para influenciar a capacidade de absorção de micro-ondas. Os filmes com espessura em torno do *skin depth* são os mais indicados para absorção de micro-ondas (MIGLIANO et al, 2002; PEREIRA, 2007; SOETHE et al, 2008).

No estudo realizado por Campero e seus colaboradores (CAMPERO et al, 1993), foi observado que quanto menor a espessura do filme, maior era a resistividade superficial, fato que pode ser explicado pela Teoria de Drude, a qual diz que filmes muito finos podem apresentar defeitos na microestrutura que agem como centros espalhadores de elétrons promovendo assim um aumento na resistência (CHOPRA, 1969).

Portanto não é apenas através de medidas dos coeficientes de reflexão e transmissão que podemos avaliar o comportamento de um filme como absorvedor de micro-ondas. Através da resistividade do material também é possível avaliar a capacidade de absorção da radiação eletromagnética.

3.1. RESISTIVIDADE ELÉTRICA DOS FILMES FINOS

A teoria de Fuchs e Sondheimer relata que a resistividade dos filmes finos está relacionada com a espessura do filme e seus contornos de grão, sugerindo que a resistividade elétrica dos filmes finos é uma ordem de grandeza maior que a do material volumétrico e que aumenta à medida que a espessura do filme diminui, devido aos fenômenos de espalhamento e aos contornos de grão (FUCHS, 1938; SONDHEIMER, 2001).

O modelo de Fuchs e Sondheimer é representado pela equação EQ. 3.1.

$$\frac{\rho}{\rho_0} = \left[1 - \frac{3(1-P)}{2K} \int_1^{\infty} \left(\frac{1}{t^3} - \frac{1}{t^5} \right) \left(\frac{1-e^{-Kt}}{1-Pe^{-Kt}} \right) dt \right]^{-1} \quad (\text{EQ. 3.1})$$

onde: $K = \frac{t''}{\lambda_0}$

ρ – resistividade do material na forma de filme fino

ρ_0 – resistividade volumétrica do material

t'' – espessura do filme fino

λ_0 – livre caminho médio dos elétrons

P – probabilidade de espalhamento dos elétrons por reflexão

t – variável adimensional de integração

Se $K \gg 1 \Rightarrow e^{-Kt} \ll 1$. Como o valor máximo de $P = 1$, então:

$$\left(\frac{1-e^{-Kt}}{1-Pe^{-Kt}} \right) \cong 1 \quad (\text{EQ. 3.2})$$

Logo,

$$\frac{\rho}{\rho_0} = \left[1 - \frac{3(1-P)}{2K} \int_1^{\infty} \left(\frac{1}{t^3} - \frac{1}{t^5} \right) dt \right]^{-1} \cong \left[1 - \frac{3(1-P)}{2K} \int_1^{\infty} \left(\frac{1}{t^3} - \frac{1}{t^5} \right) dt \right]^{-1}$$

Como $\int t^n dt = \frac{1}{n+1} t^{n+1}$, a integral é igual $(-1/4)$ e a equação EQ. 3.1 pode ser simplificada para:

$$\frac{\rho}{\rho_0} = \left[1 + \frac{3(1-P)}{8K} \right]^{-1} = \frac{1}{1 + \frac{3(1-P)}{8K}} \quad \text{EQ. 3.3}$$

Entretanto, sabe-se que $\frac{1}{1+x} \approx 1 + x + x^2 + x^3 + x^4$, se $x < 1$. Portanto, considerando-se apenas o termo de primeira ordem conclui-se que:

$$\frac{\rho}{\rho_0} = 1 + \frac{3(1-P)}{8K} \quad \text{EQ.3.4}$$

Para $P = 1$, a resistividade do filme fino será igual à resistividade volumétrica, logo não há dependência com a espessura do filme fino. Quando $P \ll 1$, a resistividade do filme fino aumenta com a diminuição da espessura, desde que a espessura seja menor que o livre caminho médio (FUCHS, 1938; SONDHEIMER, 2001). Este comportamento foi observado por alguns autores, o que possivelmente pode ser explicado pelo aumento dos defeitos na estrutura cristalina, decorrente da formação de ilhas isoladas durante a deposição, dando origem a filmes descontínuos. A rugosidade do substrato também pode influenciar na resistividade elétrica (TÓTH, 1987). Todos estes fatores podem influenciar as tanto as propriedades eletromagnéticas, como a capacidade de absorção de micro-ondas (SCHMIEDL, 2008; SOETHE, 2011; SILVA, 2011).

3.2. ABSORÇÃO DA RADIAÇÃO ELETROMAGNÉTICA NA FAIXA DE FREQUÊNCIA DE MICRO-ONDAS

Os materiais absorvedores de micro-ondas são atenuadores de radiação eletromagnética que dissipam energia. Eles têm a forma de uma “lâmina” de material resistivo ou magnético que, quando submetido a um campo elétrico, é capaz de originar correntes elétricas intensas e dissipar alta energia térmica, resultando na

atenuação do sinal. Estes materiais podem ser utilizados no revestimento de superfícies internas e externas de aeronaves, veículos e embarcações militares, visando à invisibilidade ao radar (redução da refletividade da energia da micro-ondas) e à blindagem eletromagnética de equipamento eletroeletrônicos e sistemas de comunicação sem fio.

Atualmente, muitos materiais são utilizados como absorvedores de micro-ondas, como: polímeros impregnados com ferritas, ferro carbonila, alumínio, negro de fumo, liga ternária de Ni-Cr-Al, titânio etc.

Na prática, os filmes finos absorvedores de micro-ondas têm a capacidade de absorver até 50% da radiação incidente, desde que a sua espessura seja menor do que o *skin depth*. De acordo com esta espessura, o filme apresenta transparência em relação à radiação incidente, o que resulta nesta baixa porcentagem de absorção (BOSMAM et al, 2003).

3.3. CLASSIFICAÇÃO DOS FILMES FINOS ABSORVEDORES DE MICRO-ONDAS

Os materiais absorvedores de micro-ondas no intervalo de frequência dos radares são denominados RAM – Radar Absorbing Materials. A Marinha da Inglaterra, por volta da década de 50, iniciou pesquisas sobre materiais absorvedores de radiação eletromagnética produzindo as ferritas e ferro carbonila, ferro puro obtido da decomposição térmica da pentacarbonila de ferro, que atuavam na faixa de frequência de 1-18 GHz. Na década de 70 a força aérea dos Estados Unidos da América desenvolveu bombas com recobrimento antirradar (SUK, 1983).

A partir desses desenvolvimentos, os filmes finos passaram a ser classificados de acordo com o tipo de interação com a radiação eletromagnética. Mas todos tinham uma característica em comum: transformar a energia transportada pela radiação eletromagnética em energia térmica de acordo com as perdas dielétricas ou magnéticas.

As características mais relevantes que um absorvedor deve apresentar são: atuar em um amplo espectro de frequências; ter durabilidade; baixa densidade; baixo custo e ser de fácil aplicação (PINHO et al, 1999; PAULO et al, 2004).

3.3.1. FILMES FINOS RESISTIVOS

Sabe-se que os metais são ótimos refletores de radiação eletromagnética na faixa de frequência de micro-ondas. Porém, alguns, dependendo de sua espessura, são capazes de atenuar esta radiação.

Filmes finos do tipo resistivo são caracterizados pela interação do campo elétrico da radiação eletromagnética com os elétrons presentes no filme fino que originam dipolos elétricos. O movimento de alinhamento dos dipolos elétricos com o campo elétrico variável provoca vibrações nos dipolos elétricos, que proporcionam o surgimento de correntes elétricas no filme fino. A corrente elétrica é dissipada por efeito Joule, na forma de calor.

BHAT e outros autores (BHAT, 1998) observaram que o percentual de absorção de micro-ondas variava de acordo com a espessura do filme fino; para espessuras próximas ao *skin depth*, a capacidade de absorção de micro-ondas era mais efetiva (BHAT, 1998; SOETHE et al, 2008). Anos depois, os autores notaram que os filmes finos apresentavam capacidade de absorção de micro-ondas em torno de 40 a 50% na faixa de frequência de 8 a 12GHz. Para espessuras maiores que o *skin depth*, o filme fino apresentava maior eficiência como blindagem eletromagnética (SOETHE et al, 2011; SILVA et al, 2012; PEREIRA, 2007).

3.3.2. FILMES FINOS MAGNÉTICOS

Assim como os filmes finos dielétricos, os magnéticos também apresentam perdas dielétricas, mas os principais mecanismos de perda são devido à rotação do spin atômico e à magnetização dentro dos domínios. Estes mecanismos estão intimamente ligados à permeabilidade e à permissividade do material.

Filmes finos magnéticos podem ser bons absorvedores tais como os filmes finos resistivos. Kim e outros autores (KIM et al, 2004) investigaram a capacidade de absorção de micro-ondas por microesferas cerâmicas ocas não magnéticas em três situações: sem revestimento; revestidas por filme fino de cobalto e revestidas por um

filme fino de cobalto com adição de 5-10 at% de ferro. As microesferas foram dispersas em uma matriz polimérica para possibilitar as medidas dos coeficientes de reflexão e transmissão de modo a obter os valores de permissividade e permeabilidade. Para as microesferas sem revestimento foi observado que a permeabilidade relativa foi igual à unidade, pois elas não eram magnéticas, e a perda dielétrica pôde ser desprezada, pois a constante dielétrica foi considerada baixa. As microesferas revestidas por cobalto apresentaram valores de permissividade e permeabilidade crescentes, com a perda magnética aparecendo em alta frequência (8 – 12 GHz). Os valores da parte real da permissividade relativa foram os esperados para um material metálico, porém, a parte imaginária da permissividade relativa decresceu devido à presença da matriz polimérica que diminuiu a perda por condução.

Para as microesferas revestidas com filme de Co-Fe, os autores observaram que os valores da parte real e imaginária da permeabilidade relativa cresceram com o aumento do teor de ferro no recobrimento. A permissividade relativa não apresentou variações em função do teor de ferro. Eles investigaram a capacidade de absorção de micro-ondas em função do teor de ferro e verificaram que, para filmes com recobrimento de cobalto e cobalto-ferro, mesmo apresentando um aumento nas perdas magnéticas, a capacidade de absorção de micro-ondas variou muito pouco dentre os valores de absorção de cada filme.

3.4. DEPOSIÇÃO DE FILMES FINOS ABSORVEDORES DE MICRO-ONDAS EM DIFERENTES SUBSTRATOS

Hall, em 1969, relatou que interações como adsorção física ou até quimissorção podiam ocorrer dependendo da energia de ligação que promove a adesão do filme no substrato. Na literatura há relatos sobre a boa aderência de filmes finos metálicos a substratos cerâmicos, como o vidro, devido à possibilidade de uma reatividade com vapor d'água ou oxigênio, presentes na atmosfera e, assim, formando óxidos que propiciam uma boa aderência na ausência de calor. Então, à medida que a força de ligação entre filme e substrato aumenta, aumenta a adesão entre eles. Segundo

Tóth, em 1987, o substrato também pode influenciar a resistividade do filme devido a sua geometria complexa na superfície promovendo interações físico-químicas. Ao depositar por evaporação flash Ni-Cr em substratos de vidro e alumina com uma pré-deposição de ouro em diferentes espessuras, ele observou que a resistividade aumentou com a diminuição da espessura.

Dentre muitos materiais cerâmicos, poliméricos e conjugados, amplamente utilizados como substrato na deposição de filmes finos, destacam-se um substrato cerâmico, o vidro, e dois substratos poliméricos, a Mylar e o Kapton, que serão utilizados neste trabalho.

Os substratos comumente utilizados em deposição de filmes finos são vidro soda lime, constituídos de SiO_2 com impurezas de Na_2O , CaO , Al_2O_3 e MgO . Este substrato é muito usado, tal como no trabalho de Rafaja e seus colaboradores (RAFAJA et al, 2013), que depositaram filmes de molibdênio, com espessura de 500nm, por pulverização catódica com corrente contínua e com rádio frequência, sobre estes substratos aquecidos na faixa de 25°C a 350°C. Eles investigaram a influência dos efeitos da microestrutura na resistividade dos filmes finos depositados e observaram um aumento da resistividade dos filmes de 44%, comparando com a resistividade do molibdênio puro com 5,46 $\mu\Omega$ cm. A resistividade dos filmes foi de 7,87 $\mu\Omega$ cm e esse aumento foi atribuído à superfície do filme, à interface filme/substrato e aos contornos de grão.

Já os substratos poliméricos são muito empregados na produção de circuitos impressos flexíveis devido à fácil fabricação, baixo custo e boas propriedades mecânicas. Suas propriedades são controladas e determinadas pelas ligações químicas presentes em sua estrutura. Estas ligações controlam também as subseqüentes camadas que se desenvolvem sobre o polímero, logo, controlam a adesão de um filme ao se depositar sobre ele (LASKARAKIS et al, 2008).

Um poliéster, de nome comercial Mylar®, é muito usado em deposição de filmes finos por ser um polímero flexível, de fácil fabricação, com boas propriedades mecânicas, resistente ao oxigênio e à penetração por vapor d'água.

No trabalho de Jeon e colaboradores (JEON et al, 2008), filmes finos de cobre com 120nm de espessura foram depositados pelo método de ECR-MOCVD (Electron Cyclotron Resonance – Metal Organic Chemical Deposition) sobre substratos de poli tereftalato de etileno (PET) pré-tratados. Os métodos utilizados

para o pré-tratamento foram: bombardeamento com plasma de íons argônio na presença de oxigênio, de íons argônio, imersão em ácido crômico e jateamento com alumina. Eles estudaram a morfologia da superfície e a força de adesão dos filmes finos de cobre depositados e observaram que a força de adesão dos filmes, na maioria das amostras, dependia da rugosidade da superfície originada do pré-tratamento realizado no substrato, e não da energia superficial do substrato. Estes filmes apresentaram bons resultados de força de adesão com valores altos de rugosidade superficial. O filme fino de cobre depositado em um substrato pré-tratado por imersão em ácido crômico apresentou melhor resultado de adesão.

No estudo desenvolvido por Cao e Zhou (CAO et al, 2013), uma liga ternária de FeNiCr foi depositada por pulverização catódica sobre substrato PET, variando a espessura de 33 a 189nm. Além da espessura, a potência também foi variada. Eles notaram que a rugosidade aumentou com o aumento da espessura do filme depositado, voltando a diminuir para espessuras acima de 103nm. Também observaram que a mudança na rugosidade era o fator que implicava em um mecanismo de suavização por difusão superficial, pois à medida que se aumentava a potência, aumentava-se a mobilidade atômica na superfície do substrato, e conseqüentemente, diminuía a rugosidade da superfície do filme.

Outro polímero muito utilizado como substrato de filmes finos é o Kapton®, nome comercial da poliimida. Este polímero apresenta alta resistência térmica, ótimas propriedades mecânicas, baixa constante dielétrica e boa resistência química. Portanto, é muito utilizado em circuitos flexíveis (DU PONT, 2003; LIANG et al, 2005; MIYAMURA et al, 2007).

O Kapton foi usado por Cordill e coautores (CORDILL et al, 2010) para depositar filmes de cromo. A evaporação do cromo foi realizada por evaporação por feixe de elétrons sobre substratos de poliimida, com diferentes espessuras. Os autores investigaram a energia de adesão, na interface filme/substrato, realizando teste de tração. Os resultados foram utilizados no desenvolvimento de um modelo para estimar a energia de adesão através da energia de tração. Os resultados mostraram que filmes de 100 a 610nm atingiram por volta de 5 a 7% da tensão global e o filme com 50nm atingiu 15% da tensão global. Logo, consideraram que a distância entre as fraturas aumentava com a diminuição da espessura. Os filmes de 50 a 100nm de

espessura apresentaram $4,5\text{J/m}^2$ de energia de adesão, e filmes com espessuras acima de 100nm apresentaram energia de 3,5 a $5,4\text{J/m}^2$.

O trabalho desenvolvido por Changji e colaboradores (CHANGJI et al, 2011) também utilizou a poliimida como substrato. O objetivo do trabalho foi estudar a influência da posição do substrato, durante a deposição, na força de adesão entre filme e substrato. Para isso, eles depositaram filmes de óxido de zinco com espessura de 500nm, pelo método Cathodic Vacuum Arc Deposition – CVAD com atmosfera de oxigênio sobre substratos de poliimida. Eles observaram que a posição dos substratos distribuídos no arco, em diferentes ângulos em relação ao catodo, influenciava positivamente na força de coesão e na força de adesão entre o filme de óxido de zinco e a poliimida. O ângulo entre os substratos e o catodo variou de -60° a 60° . Para valores em torno de 0° , eles notaram que havia um maior fluxo de íons, que proporcionava uma melhor cristalinidade do filme. Devido a este fato, as forças de coesão e adesão aumentaram com a diminuição do ângulo entre substrato e catodo.

3.5. DEPOSIÇÃO DE FILMES FINOS ABSORVEDORES DE MICRO-ONDAS EM DIFERENTES TEMPERATURAS DE SUBSTRATO

O aquecimento do substrato em vácuo pode ser somente um artifício adicional de limpeza para garantir a eliminação de possíveis contaminantes. Entretanto, a temperatura do substrato pode influenciar outros parâmetros, como a mobilidade atômica na superfície do substrato, possibilitando a formação de filmes cristalinos e a interdifusão de espécies atômicas na interface filme/substrato, ou promovendo uma maior homogeneidade do filme (HALL, 1969).

A influência da temperatura do substrato foi avaliada no trabalho de Uemura e colaboradores (UEMURA et al, 2010) ao depositarem filmes poliméricos, por pulverização catódica RF, na presença de argônio e nitrogênio, sobre substratos metálicos e cerâmicos. Eles analisaram as mudanças na estrutura molecular, na morfologia da superfície do filme e na força de adesão do filme fino com o substrato. Ao depositarem filmes com espessura de 500nm à temperatura ambiente e a 250°C ,

os autores observaram que os filmes depositados na presença de nitrogênio apresentavam rugosidade mais elevada do que os filmes depositados com argônio, em temperatura ambiente. Entretanto, ocorreu um decréscimo na rugosidade destes filmes quando a temperatura do substrato estava a 250 °C. Os filmes depositados na presença de nitrogênio apresentaram força de adesão maior que os filmes depositados na presença de argônio, porém, com um comportamento decrescente com o aumento da temperatura.

Com o avanço da nanotecnologia e a necessidade de fabricação de componentes miniaturizados, outros estudos foram desenvolvidos para investigar a contribuição das propriedades químicas da superfície. Um destes estudos foi realizado por Awada e seus colaboradores (AWADA et al, 2011), onde a superfície de filmes de ouro de 10 nm, depositados por evaporação a vácuo em substratos de silício modificado com uma solução de hexadeciltriclorosilano, para tornar-se hidrofóbica, e uma solução de 70% H₂SO₄ e 30% H₂O₂, para tornar-se hidrofílica. Os resultados obtidos por microscopia de força atômica mostraram que a força de adesão aumentou para os filmes de caráter hidrofílico.

A morfologia superficial dos filmes finos também pode ser afetada pela temperatura do substrato, de acordo com a pesquisa realizada por Zadsar e colaboradores (ZADSAR et al, 2012). Eles depositaram filmes de SnO₂, em substratos de vidro, por evaporação térmica sob diferentes temperaturas (250° - 550 °C). O objetivo era investigar a influência da temperatura do substrato sobre as propriedades estruturais, ópticas e elétricas do óxido de estanho. As micrografias revelaram que, para temperaturas elevadas, ocorreu um aumento no tamanho de grão e uma alteração de todo o processo de nucleação e crescimento. A transmitância dos filmes aumentou com o aumento da temperatura do substrato, a rugosidade dos filmes diminuiu e conseqüentemente houve um decréscimo na resistividade dos filmes.

3.6. DEPOSIÇÃO DE FILMES FINOS ABSORVEDORES DE MICRO-ONDAS COM DIFERENTES ESPESSURAS

A espessura do filme fino é de extrema importância para que ele possa atuar com material absorvedor de micro-ondas, como observado na EQ. 2.2.16. Calculando o valor do *skin depth* do material através de suas propriedades físicas e a frequência de interesse, é possível definir qual a faixa de espessura na qual os filmes apresentarão alta capacidade de absorção da micro-ondas. Para o kanthal o *skin depth* é da ordem de 50 nm na faixa de frequência de 2 a 12 MHz (BHAT, 1998).

Para estudar melhor a relação da espessura com a capacidade de absorção de micro-ondas, Soethe e seus colaboradores desenvolveram uma pesquisa com filmes finos de alumínio. Eles depositaram os filmes finos, pelo método do Triodo Magnetron Sputtering, com espessuras de 65 a 200nm, sobre substratos PET. Todos os filmes apresentaram capacidade de atenuação da radiação eletromagnética, porém, filmes com espessuras mais próximas do valor do skin depth do alumínio puro apresentaram valores de atenuação mais pronunciados, chegando a 99% de capacidade de atenuação. Entretanto, este resultado foi constatado apenas numa estreita faixa de frequência.

Com o trabalho desenvolvido por Liu e Ong (LIU et al, 2011) foi observado que a capacidade de atenuação da radiação eletromagnética está ligada à permeabilidade relativa imaginária, que está ligada intimamente à espessura do filme fino. Estes autores depositaram filmes finos de Co-Zn-O, pela técnica de pulverização catódica RF, sobre substratos de silício, com espessuras de 25 a 400nm. Altos valores de permeabilidade relativa imaginária foram alcançados em uma faixa larga de espessura. As propriedades eletromagnéticas do filme fino puderam ser otimizadas quando a espessura era ajustada.

O mesmo resultado pôde ser observado por Wei e seus colaboradores (WEI et al, 2012) ao depositarem filmes finos de $(\text{Ni}_{75}\text{Fe}_{25})_{69}(\text{ZnO})_{31}$ pela técnica de pulverização catódica, variando a espessura. Ao investigar a dependência das propriedades magnéticas com a espessura, os autores observaram que a permeabilidade aumentou com o aumento da espessura. Portanto, os filmes finos

apresentaram bons resultados como um material capaz de atenuar a radiação eletromagnética, porém numa estreita faixa de frequência.

4. MATERIAIS E MÉTODOS

4.1. MATERIAIS

O material evaporante utilizado na deposição foi o kanthal, uma liga ternária constituída de 70% de Ferro, 25% de Cromo, 5% de Alumínio e impureza. É uma liga de aço ferrítico com propriedade ferromagnética, de boa estabilidade térmica, boa resistência à corrosão, com máxima temperatura de operação em torno de 1400°C.

4.2. MÉTODO DE DEPOSIÇÃO

Os filmes finos de kanthal foram produzidos pelo método de evaporação térmica resistiva, tipo “flash”, que consiste em evaporar o material instantaneamente, a uma taxa de evaporação bem elevada. A evaporação foi realizada a uma pressão base de 10^{-6} Torr, atingida por um sistema de bombeamento constituído por uma bomba difusora com armadilha criogênica. A FIG. 4.1 mostra uma foto do equipamento utilizado e fabricado pela Edwards modelo 19A, pertencente ao Laboratório de Filmes Finos do IME.



FIG. 4.1: Sistema de deposição.

Os filmes finos foram depositados sobre substratos de vidro soda lime, fabricados pela Precision Glass Line, e substratos poliméricos de kapton e Mylar, fabricados pela DuPont, todos com dimensões de 50x50 mm, apresentados na FIG. 4.2.

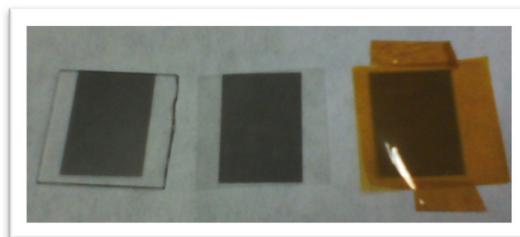


FIG. 4.2: Substratos de vidro, Mylar e kapton.

Os substratos foram submetidos a várias etapas de limpeza com éter de petróleo e álcool isopropílico. Depois foram imersos em uma solução de água destilada e sabão neutro aquecido até a fervura, três vezes, e entre cada aquecimento eram submetidos a um banho de ultra-som durante 10 min. Como última etapa, as amostras eram lavadas com água deionizada, levadas até a fervura e depois submetidas ao banho de ultra-som por 10 minutos. Depois eram secas com lâmpada de infravermelho.

Dentro da câmara de evaporação, os substratos eram colocados sobre uma máscara de aço-inoxidável, apresentada na FIG. 4.3, confeccionada de acordo com as normas da ABNT 316, própria para a realização de medidas de resistividade pelo método de Van der Pauw. Os substratos ficaram a uma distância de 12,5cm da fonte de evaporação, conectados a um termopar para medida da temperatura durante a deposição.



FIG. 4.3: Máscara de deposição.

Como fonte de evaporação foi utilizada uma barquinha de tungstênio, apresentada na FIG. 4.3, conectada a eletrodos, de forma que fosse possível conduzir alta corrente elétrica uniformemente por toda massa de kanthal a ser evaporada.

Para as deposições com aquecimento do substrato, um variador de tensão foi conectado ao suporte dos substratos através de um fio de tungstênio.



FIG. 4.4: Fonte de evaporação flash.

5. TÉCNICAS DE CARACTERIZAÇÃO DOS FILMES DEPOSITADOS

5.1. CARACTERIZAÇÃO POR PERFILOMETRIA

As medidas de espessura dos filmes finos de kanthal foram realizadas através da técnica de Perfilometria, com o Perfilômetro DekTak 150, fabricado pela Veeco, instalado no Laboratório de Filmes Finos do IME. Esta técnica baseia-se no uso de uma agulha com ponta diamantada na forma de cone, que é arrastada sobre o conjunto filme/substrato, traçando a topografia do filme e permitindo ampliações verticais de até milhares de vezes. Todo o processo de medida é controlado por computador. A espessura dos filmes foi calculada a partir da média de seis medidas em diferentes regiões. A FIG. 5.1 mostra o equipamento para a realização das medidas de espessura.



FIG. 5.1: Perfilômetro usado nas medidas de espessura.

5.2. CARACTERIZAÇÃO ELÉTRICA

Para a caracterização elétrica dos filmes finos de kanthal foram realizadas medidas de resistividade, utilizando o equipamento da marca BIO-RAD modelo HL5500. O método empregado foi o de quatro pontas de Van der Pauw. A geometria da amostra, apresentada na FIG. 5.2, viabiliza a obtenção de fatores de simetria e qualidade para a medida de cada amostra dentro dos limites considerados satisfatórios para obtenção de resultados confiáveis.

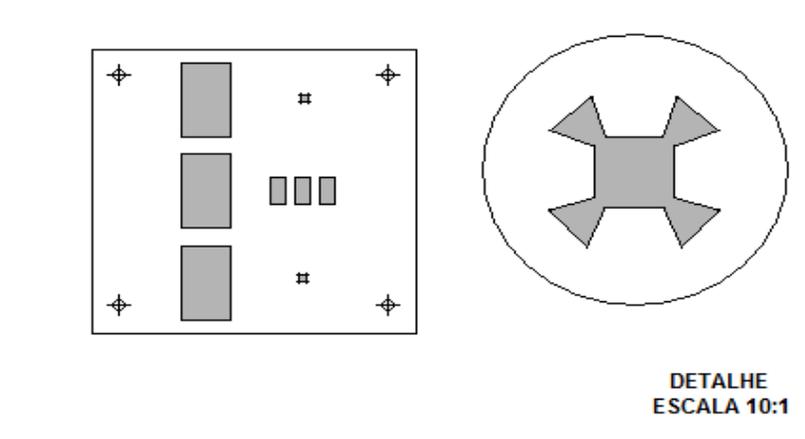


FIG. 5.2: Geometria da amostra utilizada para as medidas de resistividade.

Esta configuração permite a correção da inomogeneidade do filme, advinda do desalinhamento da ligação com os contatos. A FIG. 5.3 mostra o equipamento utilizado pertencente ao Laboratório de Filmes Finos do IME. Em detalhe é destacada a amostra com o posicionamento dos contatos elétricos.

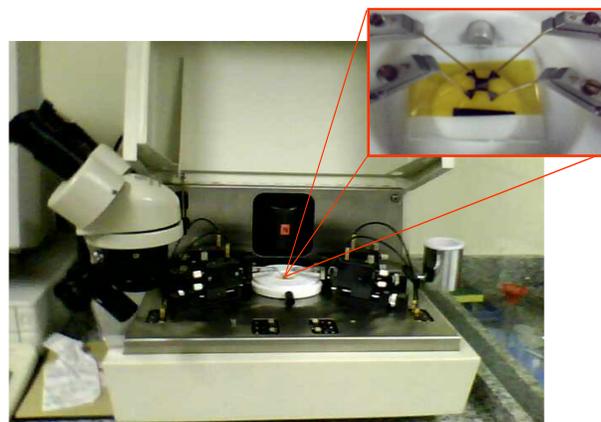


FIG. 5.3: Equipamento Hall utilizado nas medidas de resistividade.

5.3. CARACTERIZAÇÃO POR MEDIDAS DE ABSORÇÃO DE MICRO-ONDAS

O método de guia de onda, também denominado de método por linha de transmissão, foi utilizado para medir a absorção de micro-ondas dos filmes finos de kanthal. O método consiste na emissão de uma radiação eletromagnética na faixa de frequência de micro-ondas que se propaga através de duas linhas coaxiais (guias de onda) até a amostra que se encontra no guia de onda. A análise das radiações refletida e transmitida é realizada através de parâmetros de espalhamento denominados de parâmetros S. Estes são definidos através da razão entre a tensão da onda incidente e a tensão da onda refletida. Quando estes parâmetros são elevados ao quadrado representam a razão entre potências.

Os parâmetros S são expressos, genericamente, na forma S_{xy} , onde X representa a porta de saída do sinal após a interação com a amostra que está sendo analisada e Y indica a porta de entrada do sinal que estimulará a amostra. A FIG. 5.4 mostra o diagrama esquemático do aparato experimental.

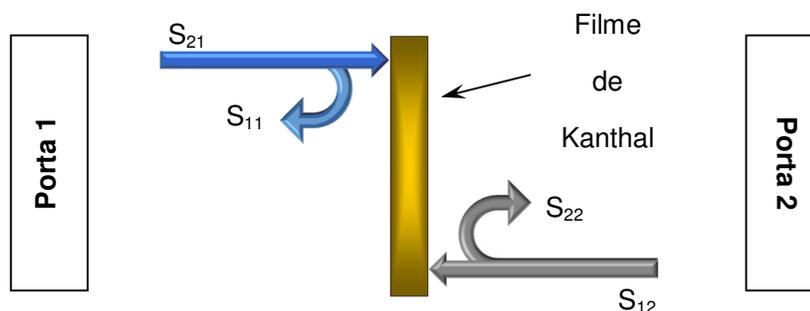


FIG.5.4: Diagrama esquemático de um dispositivo de duas portas representado pelos parâmetros S (adaptada de National Instruments – <http://www.ni.com>)

De acordo com a convenção mencionada anteriormente, parte da radiação é enviada pela porta 1 é refletida pelo filme fino de Kanthal (sinal S_{11}) e outra parte é transmitida através do filme (sinal S_{21}). Essa medida foi realizada para a faixa de frequência de micro-ondas de 8 a 12 GHz. Procedimento análogo foi realizado na

porta 2, onde parte da radiação foi refletida para porta 2, (S_{22}) e parte foi transmitida para a porta 1, (S_{12}). Desta forma pode-se fazer o seguinte resumo:

$$S_{11} = \frac{\text{Potência Refletida na Porta 1}}{\text{Potência Incidente na Porta 1}} \quad S_{21} = \frac{\text{Potência Transmitida na Porta 2}}{\text{Potência Incidente na Porta 1}}$$

$$S_{22} = \frac{\text{Potência Refletida na Porta 2}}{\text{Potência Incidente na Porta 2}} \quad S_{12} = \frac{\text{Potência Transmitida na Porta 1}}{\text{Potência Incidente na Porta 2}}$$

A partir dos módulos quadráticos dos valores de potência encontrados (S_{11}) ou (S_{22}) e (S_{12}) ou (S_{21}) para cada amostra determinaram-se os coeficientes de reflexão (**R**) e transmissão (**T**), respectivamente. Com estes valores calculou-se o quanto foi absorvido (**A**) pelo material.

$$|S_{11}|^2 = \left| \frac{\text{Potência Refletida na Porta 1}}{\text{Potência Incidente na Porta 1}} \right|^2 = R_1$$

$$|S_{21}|^2 = \left| \frac{\text{Potência Transmitida na Porta 2}}{\text{Potência Incidente na Porta 1}} \right|^2 = T_1$$

$$A_1 = 1 - T_1 - R_1$$

$$|S_{22}|^2 = \left| \frac{\text{Potência Refletida na Porta 2}}{\text{Potência Incidente na Porta 2}} \right|^2 = R_2$$

$$|S_{12}|^2 = \left| \frac{\text{Potência Transmitida na Porta 1}}{\text{Potência Incidente na Porta 2}} \right|^2 = T_2$$

$$A_2 = 1 - T_2 - R_2$$

Para a realização do experimento foi utilizado um analisador de rede vetorial modelo 37247D fabricado pela Anritsu, um guia de onda de secção retangular X11644A e dois cabos coaxiais modelo 3670N50-2, fabricados pela Agilent e um computador externo. A FIG. 5.5 mostra o esquema do equipamento fabricado pela

Anritsu e os demais componentes do sistema e a FIG. 5.6 mostra o equipamento utilizado, disponível no Centro Tecnológico do Exército (SILVA, 2011).

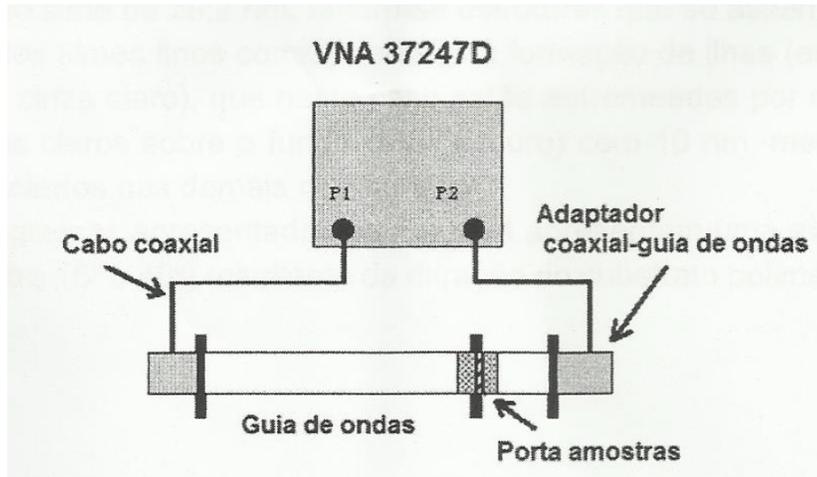


FIG. 5.5: Esquema do equipamento de medida para absorção de micro-ondas.



FIG. 5.6: Analisador de rede vetorial modelo 37247D Anritsu.

6. RESULTADOS E DISCUSSÃO

6.1. MEDIDA DE ESPESSURA DOS FILMES FINOS DE KANTHAL

De acordo com as medidas realizadas no perfilômetro não foi observada diferença nas espessuras dos filmes finos de kanthal depositados nos substratos de vidro, mylar e kapton.

6.2. RESISTIVIDADE ELÉTRICA DOS FILMES FINOS DE KANTHAL

As TABs 6.1 a 6.3 mostram os resultados obtidos para a resistividade dos filmes finos de kanthal com várias espessuras e depositados, respectivamente, sobre vidro, mylar e kapton, em diferentes temperaturas. As tabelas apresentam a espessura projetada, fornecida in situ pelo cristal de quartzo, e a espessura real do filme, medida após a deposição. Para efeitos de representação gráfica, foi adotada a espessura projetada. Algumas medidas realizadas em filmes depositados sobre mylar e kapton não puderam ser realizadas devido a descontinuidades presentes na amostra. Estas descontinuidades, observadas a olho nu, tornavam as amostras muito resistivas de forma que os valores, caso pudessem ser medidos, não seriam representativos do comportamento observado. De forma geral, observa-se uma relação inversamente proporcional entre a resistividade e a espessura, ou seja, a resistividade elétrica decresce com o aumento da espessura, comportamento este observado por Campero e colaboradores (CAMPERO et al, 1993) e previsto pela teoria de Fuchs e Sondheimer, exposta no capítulo 3 (FUCHS, 1938; SONDHEIMER, 2001). Os valores de resistividade ficaram bem acima da resistividade do material volumétrico, que é de $140 \mu\Omega.cm$ (RAWAT et al, 1980), o que também é previsto pelo modelo de Fuchs e Sondheimer.

As FIGs. 6.1 a 6.3 apresentam a relação da resistividade dos filmes finos de Kanthal depositados em diferentes temperaturas com a espessura, onde se pode observar a relação inversamente proporcional.

Os valores de resistividade dos filmes depositados sobre mylar e kapton flutuaram bastante, provavelmente devido à dificuldade encontrada para medida nestes substratos, os quais apresentaram em sua estrutura inúmeras deformações que proporcionaram uma descontinuidade nos filmes. No entanto, é possível constatar que os filmes finos depositados nestes substratos apresentaram valores de resistividade maiores que os filmes finos depositados em vidro.

O aumento da resistividade elétrica observado em filmes com espessuras menores, assim como a diferença de resistividade obtida em filmes depositados sobre diferentes substratos são provavelmente devido às características microestruturais de cada filme. Por exemplo, uma maior concentração de defeitos leva a filmes com maior resistividade. No entanto, a observação da morfologia destes filmes no microscópio eletrônico de varredura ficou comprometida devido à escala nanométrica de sua estrutura, bem abaixo da resolução do equipamento disponível.

O efeito da temperatura do substrato na resistividade elétrica dos filmes de kanthal foi avaliado nos filmes depositados sobre vidro, uma vez que, nos substratos poliméricos, nem todas as medidas puderam ser efetuadas. No caso dos filmes depositados sobre vidro, a resistividade, em geral, decresceu com o aumento da temperatura, provavelmente devido à microestrutura menos defeituosa favorecida pela maior mobilidade atômica dos átomos na superfície do substrato. Este comportamento é observado, por exemplo, nos filmes com espessura de 150 Å e 300 Å. Nos filmes de 100 Å, provavelmente por conter muitas descontinuidades, o efeito da temperatura não foi evidenciado. A exceção a este comportamento ocorreu com as amostras de 200 Å. Uma análise mais detalhada a partir da fabricação de novas amostras desta série teria sido necessária para explicar este comportamento.

TAB.6.1: Resistividade elétrica de filmes finos de kanthal com diferentes espessuras depositados sobre vidro em diferentes temperaturas de substrato.

Vidro			
Espessura projetada (Å)	Temperatura (°C)	Espessura medida (Å)	Resistividade (Ω.cm)
100	Ambiente	116	275
	50	102	246
	100	132	316
	150	105	263
	200	110	285
	300	106	320
150	Ambiente	150	254
	200	153	121
	300	152	114
180	Ambiente	180	109
200	100	200	50
	200	201	89
	300	209	145
215	100	215	54
240	100	240	195
300	Ambiente	290	82
	100	285	42
	200	308	67
	300	304	67

TAB.6.2: Resistividade elétrica de filmes finos de kanthal com diferentes espessuras depositados sobre mylar em diferentes temperaturas de substrato.

Mylar			
Espessura (Å)	Temperatura (°C)	Perfilômetro (Å)	Resistividade (Ω.cm)
100	ambiente	116	-
	50	102	176
	100	132	-
	150	105	-
	200	110	-
	300	106	-
150	ambiente	150	
	200	153	-
	300	152	-
180	ambiente	180	-
200	100	200	
	200	201	-
	300	209	-
215	100	215	195
240	100	240	480
300	ambiente	290	196
	100	285	111
	200	308	-
	300	304	-

-- Não foi possível medir a resistividade deste filme fino.

TAB.6.3: Resistividade elétrica de filmes finos de kanthal com diferentes espessuras depositados sobre kapton em diferentes temperaturas de substrato.

Kapton			
Espessura (Å)	Temperatura (°C)	Perfilômetro (Å)	Resistividade (Ω.cm)
100	ambiente	116	287
	50	102	413
	100	132	713
	150	105	-
	200	110	-
	300	106	-
150	ambiente	150	991
	200	153	208
	300	152	263
180	ambiente	180	113
200	100	200	-
	200	201	-
	300	209	176
215	100	215	141
240	100	240	412
300	ambiente	290	226
	100	285	98
	200	308	95
	300	304	101

-- Não foi possível medir a resistividade deste filme fino.

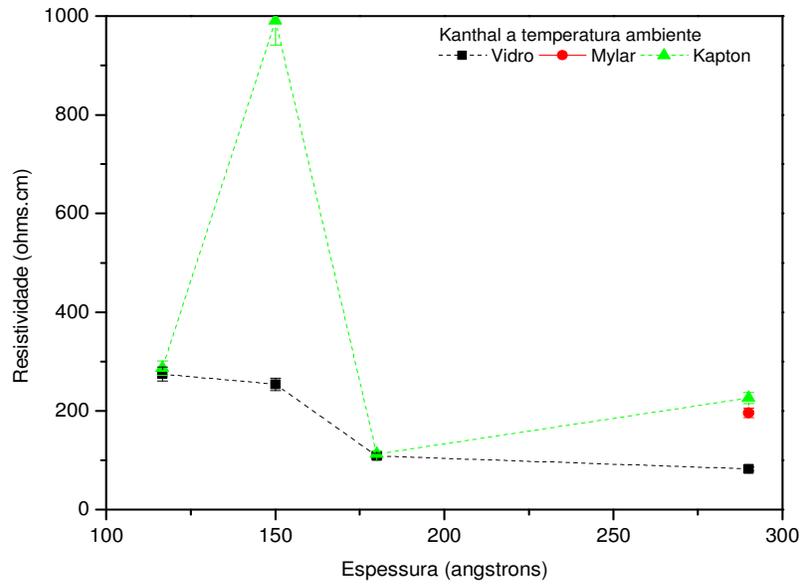


FIG. 6.1: Resistividade versus espessura de filmes finos de kanthal depositados à temperatura ambiente sobre diferentes substratos.

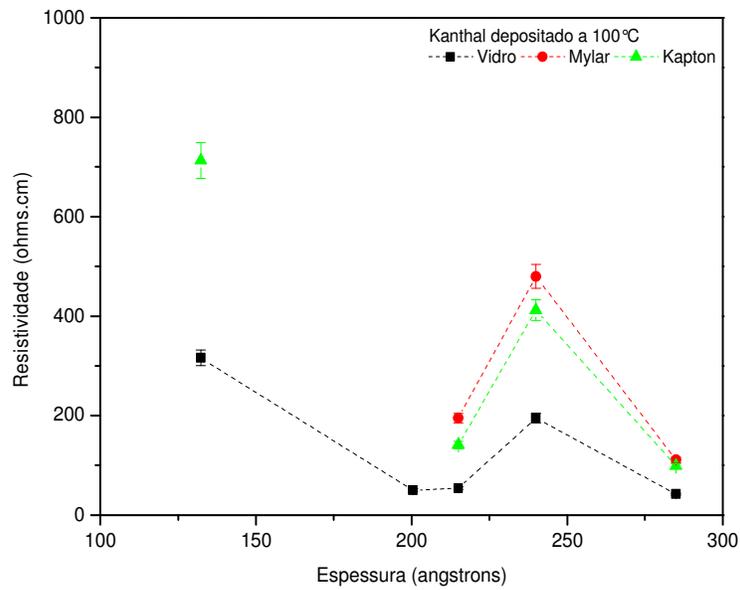


FIG. 6.2: Resistividade versus espessura de filmes finos de kanthal depositados a 100°C sobre diferentes substratos.

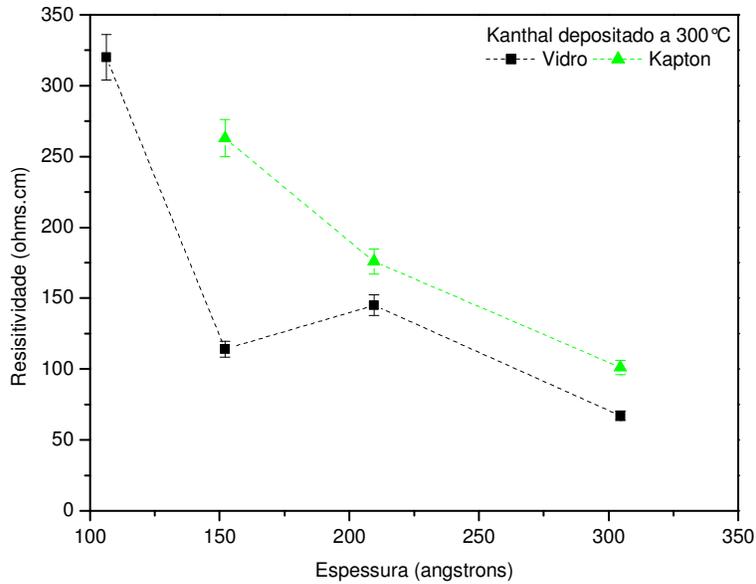


FIG. 6.3: Resistividade versus espessura de filmes finos de kanthal depositados a 300°C sobre diferentes substratos.

6.3. PERCENTUAL DE ABSORÇÃO DE MICRO-ONDAS DOS FILMES FINOS DE KANTHAL

As medidas de absorção de micro-ondas pelos filmes finos de kanthal foram realizadas na faixa de frequências de 8 a 12GHz. A varredura foi realizada com passo de 0,002 GHz. Em cada passo, o equipamento fornecia o valor médio de um conjunto de medidas. Por motivos de clareza, optou-se por apresentar nas figuras que se seguem os valores médios de absorção registrados de 1 em 1 GHz.

As FIGs. 6.4 e 6.5 apresentam os percentuais médios de absorção dos filmes finos de kanthal com 116 Å, depositados à temperatura ambiente em substratos de vidro, mylar e kapton.

Na FIG. 6.4 são apresentados os percentuais de absorção tanto do conjunto filme/substrato como do substrato, com a finalidade de se avaliar a real absorção dos filmes finos depositados à temperatura ambiente. Valores obtidos de medidas realizadas com o guia de onda vazio também foram inseridos no gráfico, de forma a avaliar a calibração prévia do aparelho. Observa-se que o substrato de vidro absorve entre 5 a 20% de radiação na faixa estudada, diferentemente dos substratos poliméricos, que não absorveram micro-ondas.

Na FIG. 6.5 é apresentada a absorção somente do filme fino, cujos valores mostrados na FIG. 6.4 já foram corrigidos de forma a extrair a absorção do substrato. Esta correção também foi realizada nas FIGs. 6.6 a 6.8, que mostram o percentual de absorção de micro-ondas dos filmes de kanthal, com diferentes espessuras, depositados à temperatura ambiente nos mesmos substratos.

Em todos os gráficos, observa-se que o percentual de absorção dos filmes finos de kanthal depositados nos diversos substratos não variou significativamente ao longo da faixa de frequência, de 8 a 12GHz, o que é um comportamento desejado para um absorvedor de micro-ondas.

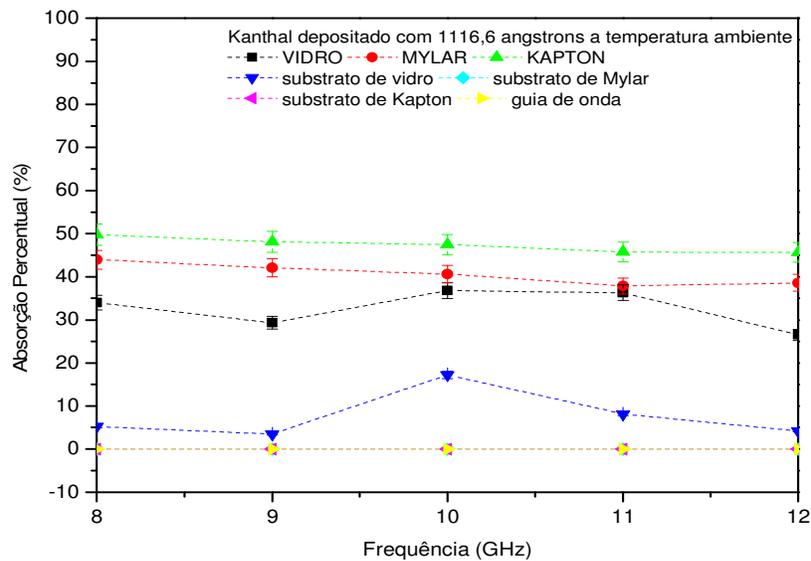


FIG. 6.4: Absorção de micro-ondas dos substratos, do guia de onda e do conjunto filme/substrato para filmes de kanthal com 116 Å depositados à temperatura ambiente.

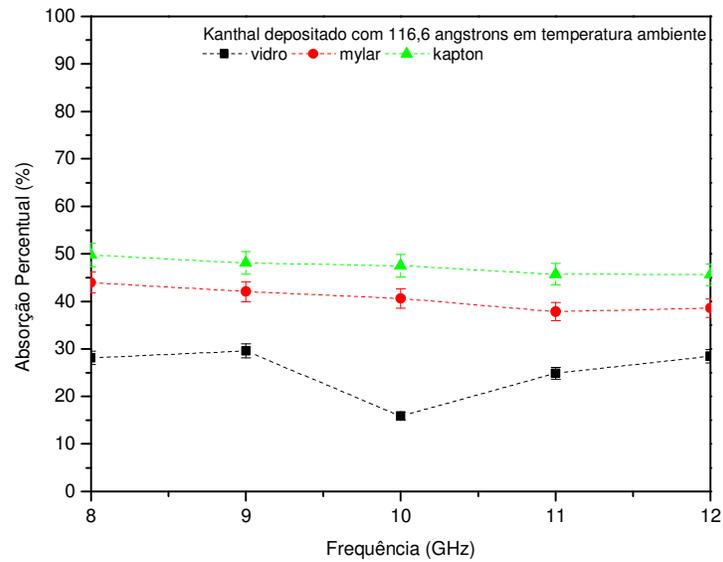


FIG. 6.5: Absorção de micro-ondas de filmes de kanthal com 116 Å depositados à temperatura ambiente sobre diferentes substratos.

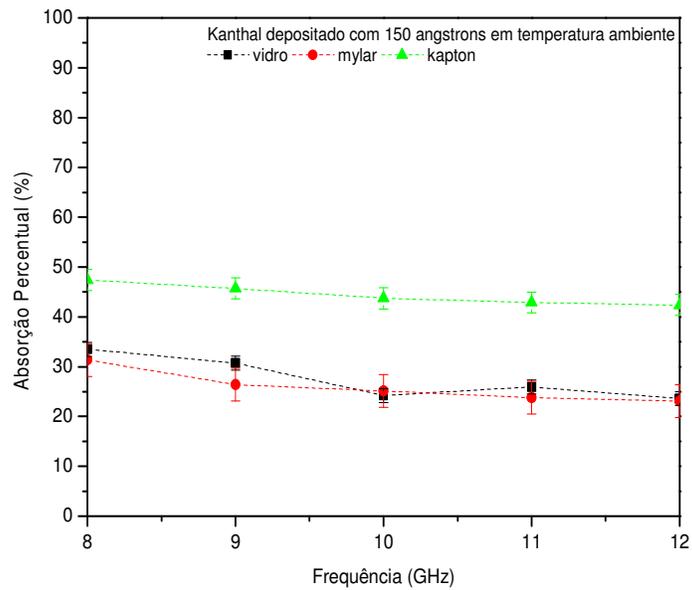


FIG. 6.6: Absorção de micro-ondas de filmes de kanthal com 150 Å depositados à temperatura ambiente sobre diferentes substratos.

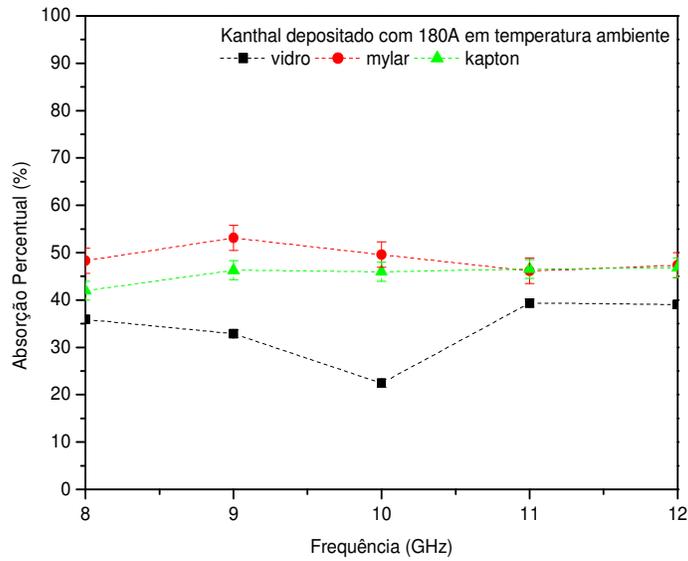


FIG. 6.7: Absorção de micro-ondas de filmes de kanthal com 180 Å depositados à temperatura ambiente sobre diferentes substratos.

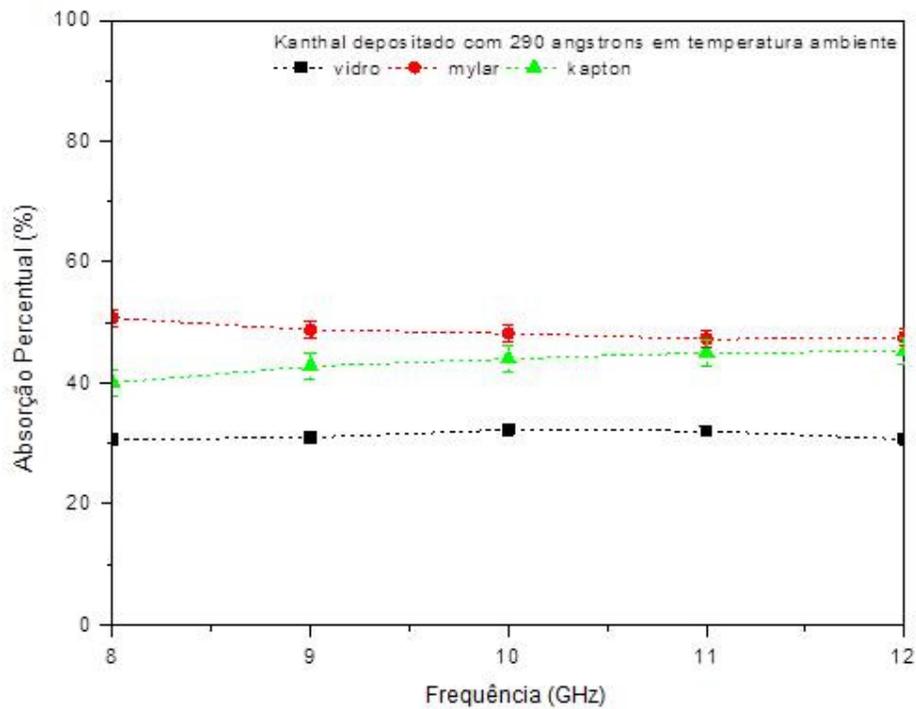


FIG. 6.8: Absorção de micro-ondas de filmes de kanthal com 290 Å depositados à temperatura ambiente sobre diferentes substratos.

Comparando a absorção dos filmes em função dos substratos utilizados, conclui-se que, nos poliméricos, os filmes possuem maior capacidade de absorção de micro-ondas do que no de vidro. Nota-se também que os filmes depositados sobre kapton, principalmente aqueles mais finos, absorvem mais que os depositados sobre mylar. Nos filmes com maiores espessuras, o percentual de absorção é quase o mesmo, independentemente de o substrato ser kapton ou mylar. A diferença de absorção de micro-ondas nos filmes depositados em diferentes substratos está associada ao comportamento da resistividade mostrado nas FIGs. 6.1 a 6.3, onde se observou que os filmes depositados sobre substratos poliméricos eram mais resistivos do que os depositados em vidro, e também que os filmes mais finos eram mais resistivos. Esta relação direta entre resistividade e absorção de micro-ondas já tinha sido prevista teoricamente por Bosman, H. et al (Bosman et al, 2003) e comprovada experimentalmente por Zhimin, L. et al (Zhimin et al, 2008) que mostraram que quanto maior for a resistividade de um filme fino de alumínio, com espessura na faixa do skin depth, maior a sua capacidade de absorção de micro-ondas.

O comportamento absorvedor dos filmes finos de kanthal crescidos com diferentes espessuras e temperaturas de substrato pode ser mais bem observado na TAB. 6.4, onde estão sumarizados os percentuais máximos de absorção de filmes ensaiados nas frequências de 8, 10 e 12 GHz. Nestes ensaios, apesar de o equipamento fornecer o valor médio, foram coletados, em cada frequência, o máximo valor de absorção. Observa-se que a maioria dos filmes, em especial aqueles depositados sobre kapton, pode ser usada como absorvedor de micro-ondas, pois seu máximo de absorção se aproxima de 50%. Segundo Bosman, 2003, existe um valor máximo de absorção de micro-ondas, que se situa em torno de 50%; este valor está relacionado à frequência ensaiada, às propriedades do material e à espessura do filme.

Os dados da Tabela 6.4 estão apresentados nas FIGs. 6.9 a 6.13. Nas FIGs. 6.9 a 6.11, verifica-se que o percentual de absorção de micro-ondas varia pouco com a espessura dos filmes de kanthal. No caso dos filmes depositados sobre kapton, os quais mostraram os maiores valores de absorção, o percentual diminuiu levemente com o aumento da espessura, comportamento este que já tinha sido observado nas FIGs. 6.5 a 6.8. Quanto à variação do percentual de absorção dos filmes em função da temperatura do substrato (FIGs. 6.12 e 6.13), observa-se o mesmo, ou seja, os

percentuais de absorção variaram muito pouco com a temperatura de crescimento dos filmes. Este comportamento difere do esperado, uma vez que filmes depositados em altas temperaturas geralmente são mais cristalinos e apresentam uma microestrutura com menos defeitos. Desta forma, uma menor resistividade e um menor percentual de absorção de micro-ondas seriam esperados. É possível que a faixa de temperatura utilizada neste trabalho não tenha sido alta o suficiente para promover alterações microestruturais.

TAB.6.4: Percentual máximo de absorção em filmes finos de kanthal crescidos com diferentes espessuras e temperaturas de substrato, ensaiados nas frequências de 8, 10 e 12 GHz.

Frequência (GHz)		8			10			12		
Espessura (Å)	Temperatura (°C)	Vidro	Mylar	Kapton	Vidro	Mylar	Kapton	Vidro	Mylar	Kapton
105,1	150	22,27	39,63	44,83	17,97	34,86	39,24	10,64	33,38	37,63
106,3	300	36,58	--	50,67	26,53	--	49,55	26,23	--	48,23
110,4	200	28,58	--	48,46	33,32	--	45,83	18,46	--	43,49
116,6	ambiente	28,78	43,97	49,75	31,54	40,6	47,49	21,28	38,59	45,65
132,3	100	20,42	45,16	46,13	17,85	41,99	42,04	10,37	39,56	40,25
150	ambiente	33,48	31,39	47,41	36,23	25,12	43,73	22,58	23,09	42,37
152,1	300	30,53	--	46,42	30,51	--	48,42	25,51	--	49,34
153	200	36,14	--	49,25	22,92	--	49,96	30,28	--	50,09
180	ambiente	35,92	48,32	41,98	34,44	49,62	45,99	38,05	47,35	46,82
201,5	200	36,05	--	41,76	22,86	--	45,42	30,4	--	47
209,5	300	31,91	--	49,24	29,39	--	49,67	26,93	--	49,99
215	100	19,48	48,34	34,67	24,48	48,34	49,29	21,6	49,48	44,79
240	100	27,37	48,62	49,47	33,14	49,97	52,57	20,64	44,99	50,26
285	100	19,48	46,69	28,29	19,29	47,59	36,96	23,83	48,66	37,87
290	ambiente	32,91	50,81	40,05	35,27	48,18	43,99	36,07	47,51	45,21
304,6	300	23,58	--	35,24	22,69	--	39,57	30,49	--	41,87
308,7	200	20,59	--	34,56	23,83	--	39,28	23,76	--	41,33

-- Não foi possível medir a absorção para este filme fino.

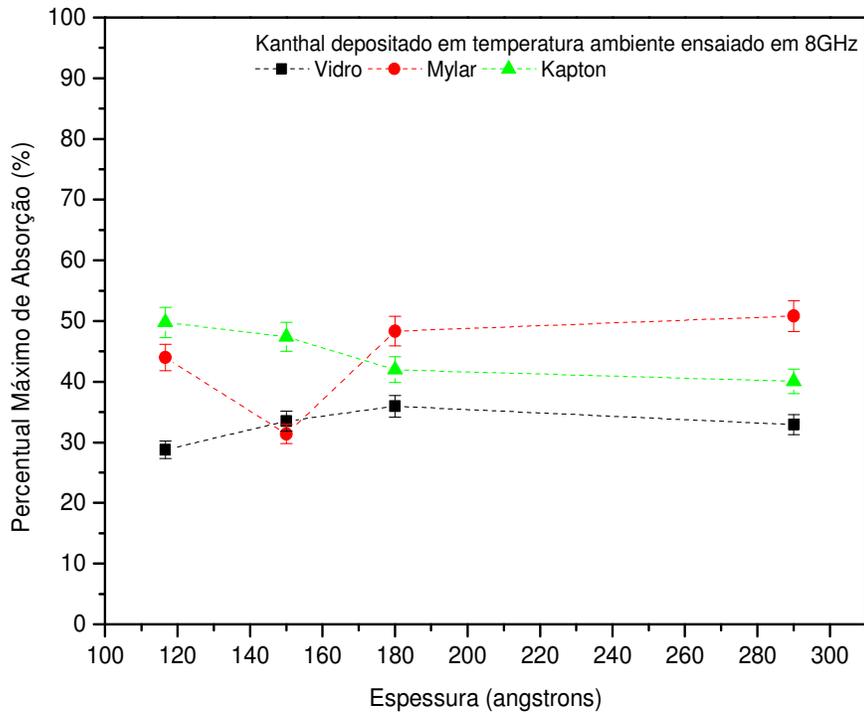


FIG. 6.9: Percentual máximo de absorção de micro-ondas a 8 GHz em filmes de kanthal depositados à temperatura ambiente em função da espessura.

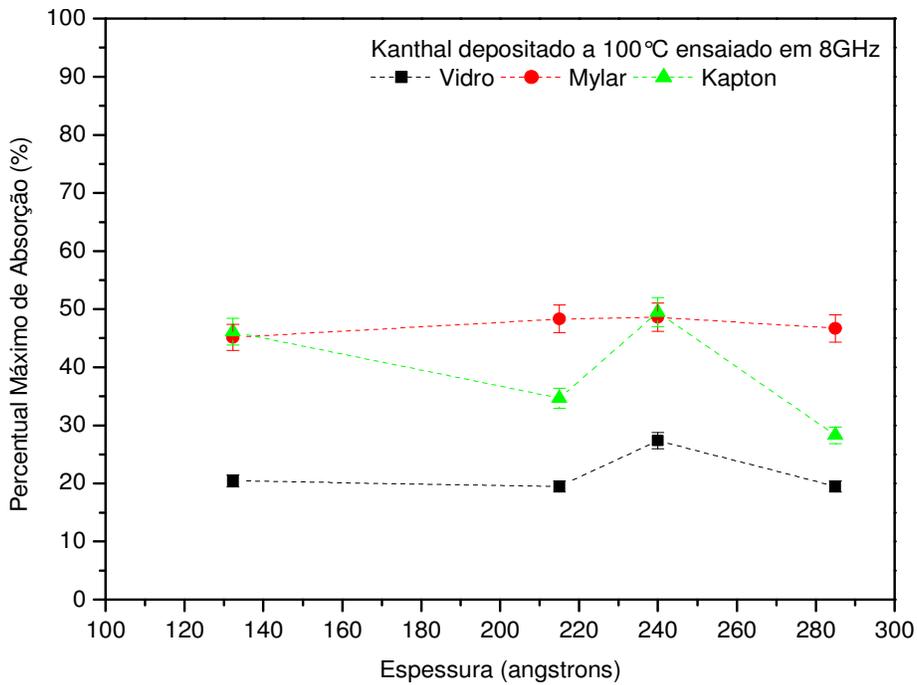


FIG. 6.10: Percentual máximo de absorção de micro-ondas a 8 GHz em filmes de kanthal depositados a 100°C em função da espessura.

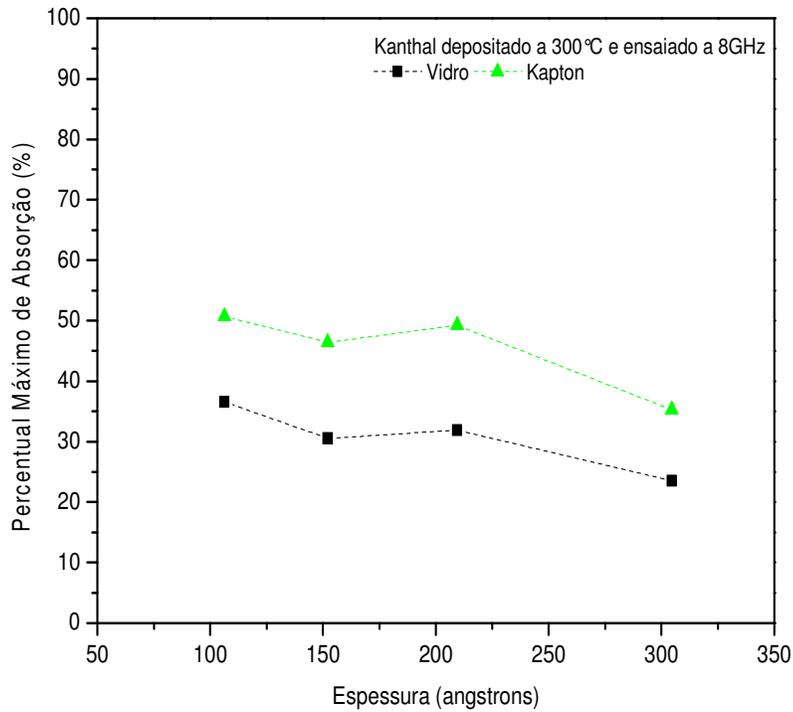


FIG. 6.11: Percentual máximo de absorção de micro-ondas a 8 GHz em filmes de kanthal depositados a 300°C em função da espessura.

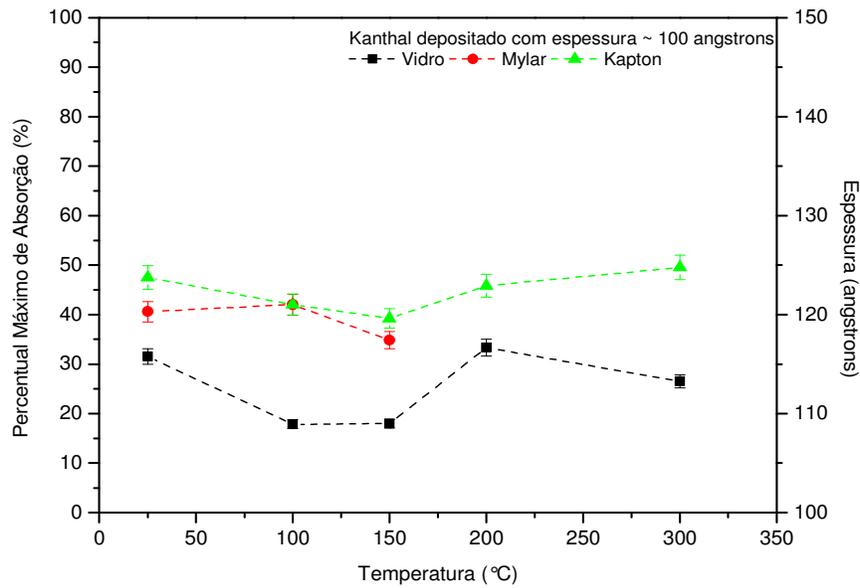


FIG. 6.12: Percentual máximo de absorção de micro-ondas a 8 GHz em filmes de kanthal com espessura entre 100-125Å em função da temperatura.

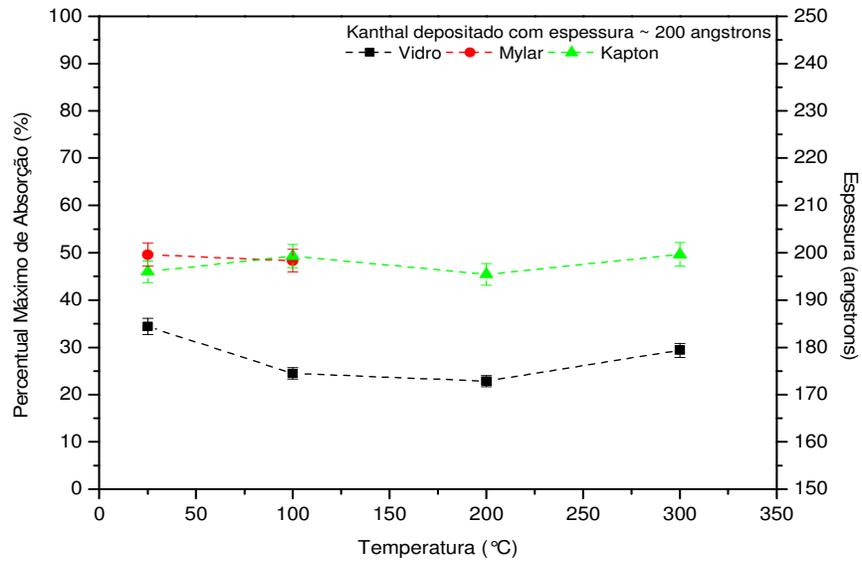


FIG. 6.13: Percentual máximo de absorção de micro-ondas a 8 GHz em filmes de kanthal com espessura entre 170-200Å em função da temperatura.

7. CONCLUSÃO

Filmes finos de kanthal depositados pelo método de evaporação resistiva flash podem ser utilizados como absorvedores de micro-ondas na faixa de 8 a 12 GHz. Filmes com aproximadamente 50% de absorção de micro-ondas foram produzidos à temperatura ambiente.

Uma relação direta entre resistividade e percentual de absorção de micro-ondas foi observada nos filmes produzidos, ou seja, quanto maior a resistividade do filme, maior sua capacidade de absorção.

Os filmes mais resistivos e, portanto, os que apresentaram o maior percentual de absorção, foram aqueles depositados em substratos de kapton.

Independentemente do substrato, a resistividade dos filmes e, portanto, o percentual de absorção de micro-ondas, aumentou com o decréscimo da espessura.

A capacidade de absorção dos filmes não foi muito influenciada pela temperatura do substrato, mas sim pela espessura do filme e pelo tipo de substrato utilizado.

Os filmes de kanthal absorveram a radiação de forma uniforme ao longo de toda a faixa de 8 a 12GHz, o que os caracteriza como um material com boa estabilidade para aplicações em comunicação.

8. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- ALONSO, M., FINN, E. **Física: Um Curso Universitário**. 10^a ed. São Paulo. Editora Edgard Blucher, 2001. 596 p.
- AWADA, H., NOEL, O., HAMIEH, T. et al. **Contributions of chemical and mechanical surface properties and temperature effect on the adhesion at the nanoscale**. Thin solid Films 519, 3690-3694, 2011.
- BACAKSIZ, E., AKSU, S., POLAT, I. et al. **The influence of substrate temperature on the morphology, optical and electrical properties of thermal-evaporated ZnSe thin films**. Thin Solid Films 487, 280-285, 2009.
- BALANIS, C. A. **Advanced Engineering Electromagnetics**. New York. John Wiley & Sons. 1989.
- BHAT, K.S., DATTA, S.K., SURESH, C. **Electrical and Microwave Characterization of kanthal Thin Film: Temperature and size effect**. Thin solid Films 332, 220-224, 1998.
- BOSMAN, H., LAU, Y.Y., GILGENBACH, R.M. **Microwave absorption on a thin film**. Applied Physics Letters, V. 82, N. 9, 1353-1355, 2003.
- BREGAR, V.B., **Advantages of Ferromagnetic Nanoparticle Composites in Microwave Absorbers**. IEEE transactions on magnetics V. 40, N. 3, 1679-1684, 2004.
- CALLISTER, Jr. W. D. **Fundamentos da Ciência e Engenharia de Materiais: Uma Abordagem integrada**. Rio de Janeiro, LTC, 2006. 576 p.
- CAMPERO, A. M., TUNER, L. G., KADIN, A. M. et al. **Film thickness dependence of microwave surface resistance for YBa₂Cu₃O₇ thin films**. J. Appl. Phys. V. 73, N. 10, 5295-5297, 1993.
- CAO, Y., ZHOU, C. **Thickness dependence of surface roughness and magnetic properties of FeNiCr Thin films**. Journal of Magnetism and Magnetic Material 333, 1-7, 2013.
- CGEE (Centro de Gestão e Estudos Estratégicos). **Materiais Avançados no Brasil 2010 – 2012**. 1^a ed. Brasília, 2010. 360 p.

- CHANGJI, H., DAOYUN, Z., ZHENHUI, H. et al. **Influence of the substrate position angle on the adhesion of ZnO thin films deposit on polyimide foil substrates.** Applied Surface Science 257, 2801-2805, 2011.
- CHOPRA, K.L. **Thin Film Phenomena.** 1^a ed. Massachusetts, Mc Graw-Hill Book Company, 1969. 736 p.
- COLLIN, R. E. **Engenharia de Micro-ondas.** 1a ed. Editora Guanabara Dois S.A., Rio de Janeiro, 1979. 546 p.
- CORDILL, M.J., FISCHER, F.D., RAMMERSTORFER, F.G. et al. **Adhesion energies of Cr Thin films on polyimide determined from bulking: Experiment and model.** Acta Materialia 58, 5520-5531. 2010.
- DE PAULA, A. L., GAMA, A. M. da, REZENDE, M. C. et al. **A Utilização Da Simulação Computacional Para Apreciação De Comportamento De Mare Magnéticos.** X Simpósio de Aplicações Operacionais em Áreas de Defesa, 2008. São Paulo.
- DIAS, J.C., MARTIN, I.M., NOHARA, E.L. et al. **Refletividade de fótons micro-ondas por tintas poliuretânicas aditadas com ferritas de NiZn e MnZn.** Revista de Física Aplicada e instrumentação, V.18, N.1, 24-33, 2005.
- DIAS, J.C., SILVA, F.S., REZENDE, M.C. et al. **Absorvedores de radiação eletromagnética aplicadas no setor aeronáutico.** Revista da Ciência e Tecnologia, N. 15, 33-42. 2000.
- DUPONT TEIJIN FILMS. Hopewell, 2003. 6 v.
- EDMINISTER, J. A. **Eletromagnetismo.** São Paulo. McGraw-Hill, 1980. 238 p.
- FOLGUEIRAS, L.C., REZENDE, M.C. **Estudo Preliminar para o Processamento de Redes de Camuflagem Absorvedoras de Micro-ondas.** IX Simpósio de Guerra Eletrônica, 2007, São Paulo. Anais do IX Simpósio de Guerra Eletrônica, 2007.
- FUCHS, K. **The conductivity of thin metallic films according to the electron theory of metals.** Mathematical Proceedings of the Cambridge Philosophical Society, V. 34, N. 1, 100-108, 1938.
- GAMA, A.M., GONÇALVES, J.M. da R.P., MOURA, A. et al. **Estudo do efeito de aditivos magnético/dielétrico no comportamento de borrachas absorvedoras de micro-ondas.** 9º Congresso Brasileiro de Polímeros, 2007, São Paulo. Anais do 9º Congresso Brasileiro de Polímeros, 2007.

HALL, P.M., BERRY, R.W., HARRIS, M.T. **Thin Film Technology.**, 1^o ed. Nova York, Van Nostrand Reinhold Company, 1968.

JEON, B.J., LEE, S., LEE, J. K. **Adhesion characteristics of copper thin film deposited on PET substrate by electron Cyclotron Resonance – Metal organic chemical vapor deposition.** Surface & Coatings technology 202, 1839-1846, 2008.

JUN, Z., HUIQING, F., Yangli, W. et al. **Ferromagnetic and microwave absorption properties of copper oxide/cobalto/carbon fiber multilayer Thin composites.** Thin Solid Films 520, 5053-5059, 2012.

KASAP, S. **Principles of electronic materials and devices.** 3a. ed. McGraw-Hill, 2006. 854 p.

KHAN, J., DUAN, W., SHERBAZ, S. **Radar Cross Section Prediction and Reduction for Naval Ships.** Journal of Marine Science and Application 11, 191-199, 2012.

KIM, S.S., KIM, S.T., AHN, J.M. et al. **Magnetic and microwave absorbing properties of Co-Fe thin films plated on hollow ceramic microspheres of low density.** Journal of Magnetism and Magnetic Materials 271, 39-45, 2004.

KRAUSS, J.D. **Eletromagnetismo.** 2^o ed. Rio de Janeiro, Guanabara Koogan S.A., 1986.

LASKARAKIS, A., LOGOTHETIDIS, S., KASSAVETIS, S. et al. **Surface modification of poli(ethylene terephthalate) polymeric films for flexible electronics applications.** Thin Solid Films 516, 1443-1448, 2008.

LI, T., SUO, Z. **Ductility of thin metal films on polymer substrates modulated by interfacial adhesion.** International Journal of Solids and Structures 44, 1696-1705, 2007.

LIANG, T.X., LIU, Q., FU, Z.Q. et al. **Diffusion and adhesion properties of Cu films on polyimide substrate.** Thin Solid Films 473, 247-251, 2005.

LIU, Z.W., ONG, C.K. **Microstructure and thickness dependent magnetic properties of nanogranular Co-Zn-O Thin films for microwave applications.** Journal of Alloys and Compounds , V. 509, N. 41, 10075-10079, 2011.

MARQUES, M.S., MORI, T.J.A., SCHELP, L.F. et al. **High frequency magnetic behavior through the magneto impedance effect in CoFeB/(Ta, Ag, Cu)**

- multilayered ferromagnetic thin films.** Thin Solid Films 520, 2173-2177, 2012.
- MIGLIANO, A.C.C., FREITAS, C.A.R de., MELO, F.C.L. **Características de Absorção da Radiação Eletromagnética em Revestimentos Planos à Base de Ferritas de Mg-Mn.** Revista Científica Periódica - Telecomunicações, V. 5, N. 2, 33-36, 2002.
- MIHUT, D.M., LOZANO, K., TIDROW, S.C. et al. **Electromagnetic Interference Shielding Effectiveness of Nanoreinforced Polymer Composites deposited with conductive metallic thin Films.** Thin Solid Films 520, 6547-6550, 2012.
- MIYMURA, T., KOIKE, J. **The effects of Sr oxidation and polyimide degradation on interface adhesion straight in Cu/Cr/polyimide flexible films.** Materials Science and Engineering A 445-446, 620-624, 2007.
- NOHARA, E.L., MARTIN, I.M., REZENDE, M.C. **Processamento e caracterização de materiais absorvedores de radiação eletromagnética baseados em espumas poliuretânicas e ferritas (8-12 Ghz).** 7º Congresso Brasileiro de Polímeros, 2005. Anais do 7º Congresso Brasileiro de Polímeros, 2005
- NUSSENZVEIG, H. M., **Curso de Física Básica.** 1ª ed. São Paulo, Edgard Blucher, 1997.
- PARK, J.S., TANIGUCHI, S. AND PARK, Y.J. **Maximum joule heat by tubular susceptor with critical thickness on induction heating.** J.Phys. D: Appl. Phys. 42, 2009, p. 045509.
- PAULO, E.G., PINHO, M.S., LIMA, R. da C. et al. **Compósitos de ferrita de Ni-Zn com policloropreno para utilização como materiais absorvedores de radar para a banda S.** Revista Cerâmica 50, 161-165, 2004.
- PEREIRA, J.J. **Caracterização Eletromagnética de Materiais Absorvedores de Micro-ondas Via Medidas de Permissividade e Permeabilidade Complexas na Banda X.** 2007. 201 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) - Universidade de Taubaté, 2007.
- PETROV, V.M., GAGULIN, V.V. **Microwave Absorbing Materials.** Inorganic Materials, V. 37, N. 2, 93-98, 2001.
- PINHO, M.S., LIMA, R.C., SOARES, B.G. et al. **Avaliação do Desempenho de Materiais Absorvedores de Radiação Eletromagnética por Guia de Ondas.** Revista Ciência e Tecnologia, Rio de Janeiro, 1999.

- RAFAJA, D., KÖSTENBAUER, H. MÜHLE, U. et al. **Effect of the deposition process and substrate temperature on the microstructure defects and electrical conductivity of molybdenum thin films.** Thin Solid Films 528, 42-48, 2013.
- RAWAT, S.D., SHAH, A. S. **Properties of thin films of Kanthal.** Journal Of Vacuum Science And Technology 17, 739-742, 1980.
- SANSEVERINO, A.M. **Micro-ondas em síntese orgânica.** Química Nova, V. 25, N. 4, 660-667, 2002.
- SCHMIEDL, E., WISSMANN, P., FINZEL, H.U. **The Electrical Resistivity of Ultra-Thin Copper Films.** Zeitschrift Für Naturforschung 63a, 739 – 744, 2008.
- SHADIKU, M. N. O., **Elementos de Eletromagnetismo.** 3ª ed. Bookman, 1998. 678 p.
- SILVA, A. F. S. **Expansão de campos eletromagnéticos em uma combinação de ondas planas.** 2012. 62 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Elétrica) - Universidade de Brasília, 2012.
- SILVA, S. M. L. **Filmes Finos Absorvedores de Micro-ondas.** 2011. 245 p. Tese (Doutorado em Engenharia Ciência dos Materiais) - Instituto Militar de Engenharia. 2011.
- SILVA, S.M.L., FERREIRA, C.L. **Filme fino de Fe-Cr-Al: Análise experimental de interações com micro-ondas, morfologia e microestrutura.** Revista Militar de Ciência e Tecnologia. V. XXIX 4º Trimestre 2012.
- SOETHE, V.L. **Deposição de Filmes Finos Metálicos sobre Poli (Tereftalato de Etileno) Via Triodo-Magnetron-Sputtering: Influência da Corrente e da Voltagem nas Propriedades dos Filmes.** 2004. 94 p. Dissertação (Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais) - Universidade do Estado de Santa Catarina, 2004.
- SOETHE, V.L., NOHARA, E.L. FONTANA, L.C. et al. **Radar Absorbing materials based on titanium thin film obtained by Sputtering technique.** Journal of Aerospace Technology and Management, V. 3, N.3, 279-286, 2011.
- SOETHE, V.L., NOHARA, E.L., FONTANA, L.C. et al. **Influência da espessura de filmes finos de alumínio na atenuação da energia da onda eletromagnética na faixa de micro-ondas (8-12GHz).** Revista Brasileira de Aplicações de Vácuo, V. 27, N. 2, 63-67, 2008.

- SONDHEIMER, E.H. **The mean free path of electrons in metals.** Advances in Physics, V. 50, N. 6, 499-537, 2001.
- SUK, G. H. **The design of broadband radar absorbing surfaces.** 1990. 70 p. Tese (Mestrado em Ciência da Engenharia de Sistemas Eletrônicos). Naval Postgraduate School. 1990.
- TORRES-HUERTA, A.M., DOMÍNGUEZ-CRESPO, M.A., BRACHETTI-SIBAJA, S.B. et al. **Effect of the substrate on the properties of ZnO-MgO thin films grown by atmospheric pressure metal-organic chemical vapor deposition.** Thin Solid Films 519, 6044-6052, 2011.
- TÓTH, L. **A Model of substrate surface roughness effect on the electrical properties of thin films.** Vacuum, V. 37, N. 1, 102-106, 1987.
- TSUDA, Y, YASUZUMI, T. and HASHIMOTO, O. **A Thin Wave Absorber Using Closely Placed Divided Conductive Film and Resistive Film.** IEEE Antennas and Wireless Propagation Letters, V. 10, 892-895, 2011.
- UEMURA, A., KEZUKA, K., IWAMORI, S. et al. **Effect of substrate temperature on the surface of polymer thin films prepared by R.F. Sputtering with a polyimide target.** Vacuum 84, 607-611, 2010.
- WEI, Q., LI, Z., ZHOU, X. et al. **Dependence of soft magnetic properties and high frequency characteristics on film thickness for Ni₇₅Fe₂₅-ZnO nano-granular films.** Journal of Alloys and Compounds 513, 23-26, 2012.
- YADAV, A.A., MASUMDAR, E.U., MOHOLKAR, A.V. et al. **Electrical, structural and optical properties of SnO₂:F thin films: Effect of the substrate temperature.** Journal of Alloys and Compounds 488, 350-355, 2009.
- YANG, F., LIU, W. CUI, W. B. et al. **Thickness dependence of the magnetic properties of High-coercive Pr-Fe-B thin films with perpendicular magnetic anisotropy.** Physica B 403, 3631-3634, 2008.
- ZADSAR, M., FALLAH, H.R., MAHMOODZADEH, M.H. et al. **Substrate temperature effect on structure, optical and electrical properties of vacuum evaporated SnO₂ thin films.** Materials Science in Semiconductor Processing 15, 432-437, 2012.
- ZHANG, B., FENG, Y., XIONG, J. et al. **Microwave-Absorbing Properties of De-Aggregated Flake-Shaped Carbonyl-Iron Particle Composites at 2–18 GHz.** IEEE transactions on magnetics, V. 42, N. 7, 1778-1781, 2006.

ZHANG, Z., LI, T. **Effects of grain boundary adhesion and grain size on ductility of thin metal films on polymer substrates.** Scripta Materialia 59, 862-865, 2008.

ZHIMIN, L., HAO, D., NANLIN, S. e LISHI, W. **The influence of size effect of conductivity on the microwave absorption properties of thin al films.** Acta Metall Sin, V.44, N. 9, 1099, 2008.