

Filmes ultrafinos de titânio absorvedores de micro-ondas

Wesley Oliveira da Silva*, Carlos Luiz Ferreira

Instituto Militar de Engenharia
Praça General Tibúrcio, 80, 22290-270,
Rio de Janeiro, RJ, Brasil.

*oliveira.dje@gmail.com

RESUMO: Os Materiais Absorvedores de Radiação Eletromagnética (MARE) tornam-se mais eficientes quando a componente da reflexão da radiação eletromagnética pode ser desprezada e a componente da absorção da radiação é potencializada. Este trabalho teve como objetivo a produção de filmes ultrafinos de titânio absorvedores de micro-ondas na banda X (8-12 GHz), para uso em plataformas furtivas. Filmes ultrafinos de titânio com diferentes graus de pureza foram depositados pela técnica de evaporação por feixe de elétrons com taxas de deposição de 1, 3 e 5 Å/s, em diferentes espessuras, com o objetivo de correlacionar suas propriedades elétricas com a absorção de micro-ondas na banda X. Os resultados mostraram que a absorção de micro-ondas é diretamente proporcional à taxa de deposição e inversamente proporcional ao grau de pureza do titânio e à espessura do filme.

PALAVRAS-CHAVE: MARE, absorção de micro-ondas, filmes ultrafinos de titânio, banda X

ABSTRACT: Electromagnetic Radiation Absorbing Materials (RAM) become more efficient when the reflection component of electromagnetic radiation decreases and the radiation absorption component increases. The aim of this work is to produce ultrathin films of titanium microwave absorbers in the X band (8-12 GHz), for stealth platforms applications. Ultrathin films of titanium with different purity levels were deposited through electron beam evaporation. Deposition rates of 1, 3 and 5 Å/s, with different thicknesses were applied to correlate their electrical properties with their X Band microwave absorption. The results showed that the microwave absorption is directly proportional to the deposition rate and inversely proportional to the purity level and thickness of the titanium film.

KEYWORDS: RAM, microwave absorber, ultrathin films of titanium, X band.

1. INTRODUÇÃO

Os materiais absorvedores de radiação eletromagnéticas convencionais (MARE) na forma volumétrica podem ser obtidos a partir da impregnação de uma matriz polimérica com centros absorvedores de radiação como negro de fumo, polímeros condutores ou ferritas [1]. No entanto, estes materiais apresentam alto valor de densidade específica, difícil modelagem e elevada espessura. Os MARE obtidos na forma de filmes finos são vantajosos em relação aos volumétricos por possuírem baixas espessuras e, conseqüentemente, baixo peso, aumentando e diversificando a sua faixa de aplicação.

A interação entre a radiação eletromagnética e o MARE na forma de filmes finos está associada a processos de perdas baseados na dissipação da energia da radiação incidente na forma de calor por Efeito Joule. Estas perdas estão diretamente ligadas à resistividade e a espessura. Para materiais com espessura reduzida, a resistividade apresenta um comportamento contrário ao que é observado em materiais na forma volumétrica [2]. Modelos teóricos apresentados por Fuchs–Sondheimer e por Mayadas–Shatzkes justificam que o aumento da resistividade e a baixa espessura estão diretamente ligados ao espalhamento de elétrons na superfície do filme e ao espalhamento de elétrons nos contornos de grãos dos filmes [3]. Sendo assim, quanto menor a espessura do filme fino depositado, maior é a resistividade do filme quando comparada ao material na forma volumétrica.

Materiais metálicos volumétricos são conhecidos por refletirem a radiação eletromagnética. Esta característica está associada às propriedades elétricas dos metais, onde a superfície interna do condutor apresenta um campo elétrico nulo [4]. Porém, em espessuras extremamente finas, da ordem de nanômetros, a absorção da radiação é uma consequência direta da presença de defeitos e elevada resistividade. Sendo assim, filmes ultrafinos metálicos tornam-se interessantes na produção de MARE [5].

Entretanto, para que esta dissipação de energia aconteça, as espessuras dos filmes devem apresentar valores menores que a chamada profundidade pelicular (skin depth) [6], dada pela (Eq 1).

$$\delta = \sqrt{\frac{\rho}{\pi\mu\omega}} \quad (1)$$

onde;

d é a profundidade pelicular

r é a resistividade do material

m é a sua permeabilidade magnética do material

w é frequência angular de propagação da radiação eletromagnética

2. MATERIAIS E MÉTODOS

Os filmes foram depositados pela técnica de evaporação por feixe de elétrons utilizando uma evaporadora fabricada pela Edwards, modelo 19A, cujo bombeamento é realizado por uma bomba difusora com armadilha criogênica e uma bomba mecânica selada a óleo. Os filmes foram evaporados por feixes de elétrons gerados por um equipamento marca EDWARDS, modelo EB3 e acelerados por uma d.d.p. de 5kV, em uma pressão base da ordem de 10^{-6} Torr

Foram utilizados como material fonte o titânio com pureza grau 2, 4 e 5. A Tabela 1 apresenta a composição dos diferentes graus de titânio utilizado [7].

Os filmes foram depositados em substratos, com espessuras de 20Å, 25Å, 30Å, 40Å, 50Å e 75Å, sob a taxa de deposições de 1Å/s e 5Å/s, com os substratos mantidos à temperatura ambiente. Os substratos eram de vidro borossilicato e tinham dimensões de 24x24mm². Os substratos usados apresentaram transparência à radiação

de micro-ondas, não influenciando nos resultados de caracterização dos filmes. Sendo assim, todos os resultados apresentados são pertinentes aos filmes depositados.

As espessuras dos filmes foram estimadas, pois o equipamento disponível no Laboratório de Filmes Finos do Instituto Militar de Engenharia para essa faixa de espessura não possui resolução para medir espessuras dos filmes depositados. A estimativa foi realizada por meio de um cristal de quartzo da Leybold, modelo Inficon XTM/2, que monitorava o crescimento do filme ao longo de toda deposição.

Tab 1 - Composição do material fonte utilizado

Elemento	(%)TiGr2	(%)TiGr4	(%)TiGr5
O	0,25	0,40	0,20
N	0,03	0,05	0,05
C	0,08	0,08	0,08
H	0,015	0,015	0,015
Fe	0,30	0,50	0,40
Al	-	-	5,50 – 6,75
V	-	-	3,50 – 4,5
Ti	99,32	98,95	88,0 – 90,61

Fonte: ASTM International, 2000

Todos os filmes finos fabricados na fase de calibração foram produzidos utilizando o mesmo tempo de deposição e espessuras de 3000Å, 2500Å, 2000Å, 1500Å, 1000Å e 500Å, medidas no cristal de quartzo. Em seguida as espessuras dos filmes foram medidas por perfilometria em um equipamento fabricado pela Veeco, modelo Dektak 150, e comparadas com as obtidas por meio do cristal e, assim, foi possível fazer a certificação do processo. Desta maneira, foi possível produzir filmes ultrafinos, tendo-se confiabilidade nas espessuras mostradas no cristal de quartzo.

A resistência de folha dos filmes depositados foi obtida utilizando um equipamento marca BIO-RAD, modelo Hall Effect Measurement System HL 5500. Torna-se importante mostrar que a resistividade do filme depositado está correlacionada à espessura por meio da (Eq 2).

$$R_f = \frac{\rho}{t} \quad (2)$$

onde:

- R_f é a resistência de folha (Ohm/sq)
- ρ é resistividade do filme (Ohm.cm)
- t a espessura do filme depositado (cm)

A caracterização de absorção de micro-ondas foi realizada em um analisador de rede marca Anritsu, modelo 37247D apresentado na Figura 1a, por medidas de refletância e transmitância na faixa de 8 a 12 GHz. Este equipamento possibilita a obtenção simultânea dos sinais refletido e transmitido nas portas 1 e 2, como ilustrado na Figura 1b [8]. Além disso, a montagem do sistema permite a caracterização do conjunto filme/substrato com a radiação incidindo tanto pelo filme (porta 1) quanto pelo substrato (porta 2). A calibração do equipamento foi feita pelo método TRM (Thru, Reflect, Match), utilizando o conjunto padrão de calibração para a Banda X.

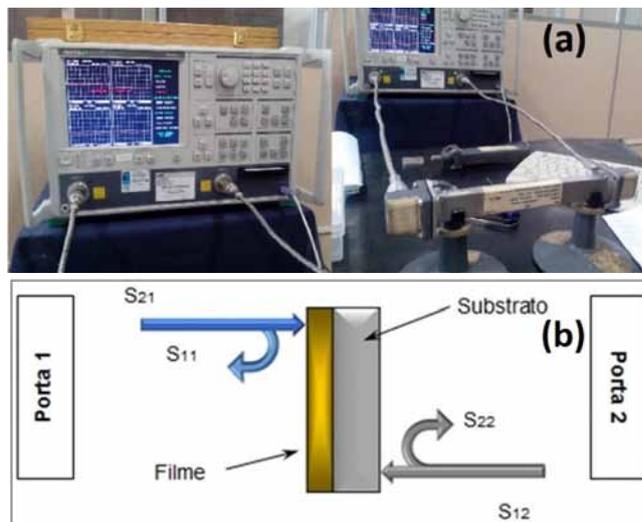


Fig. 1 - (a) analisador de rede marca Anritsu, modelo 37247D do CTEX. (b) Ilustração do método de medida por um analisador de rede.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

As Figuras 2 e 3 mostram as resistências de folha em função da espessura dos filmes depositados para as taxas de deposições de 1Å/s e 5Å/s, respectivamente.

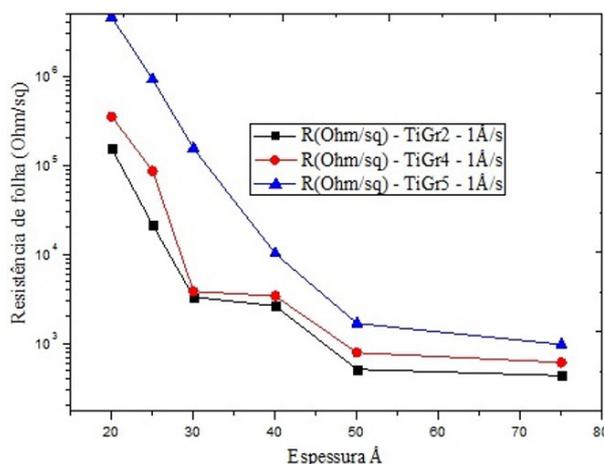


Fig. 2 – Resistência de folha dos filmes depositados com diferentes graus de purezas em função da espessura, para a taxa de 1Å/s.

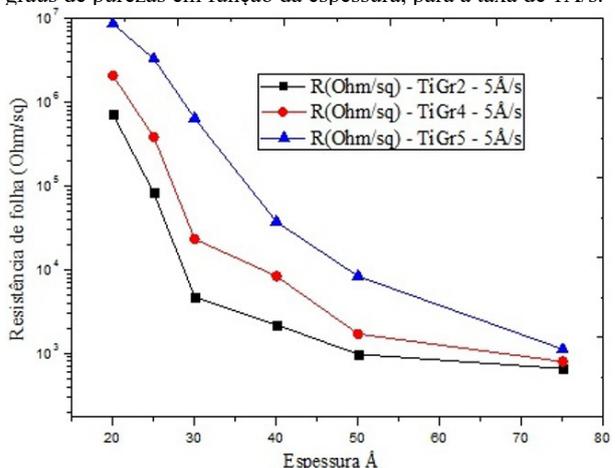


Fig. 3 – Resistência de folha dos filmes depositados com diferentes graus de purezas em função da espessura, para a taxa de 5Å/s.

Ao analisar as Figuras 2 e 3, observa-se que há pouca variação das resistências de folha para espessuras na faixa de

50Å a 75Å no filmes de TiGr2 e TiGr4, além disso as mesmas aumentam significativamente para espessuras menores que 50Å, independentemente da taxa de deposição utilizada e da pureza do material fonte. Para o TiGr5, os filmes de 50Å a 75Å apresentam uma variação significativa de resistência de folha, sugerindo que o grau de impureza influencia nesta propriedade elétrica, quando comparados ao TiGr2 e TiGr4 com menor grau de impureza.

Nota-se que quanto menor for a espessura do filme fino depositado maior é a sua resistência de folha, quando comparada ao material na forma volumétrica (40,0 Ohm/sq) [9]. Da figura pode-se, também, verificar que os filmes produzidos a partir do titânio grau 5 (TiGr5) que fornecem as maiores resistências de folha para ambas as taxas de deposições. Constatase, ainda, que os filmes produzidos a partir do titânio grau 2 (TiGr2) é o que fornece as menores resistências de folha para ambas as taxas de deposições. Os resultados estão como esperado, pois o TiGr5 é o material mais impuro, foi utilizada a maior taxa de deposição e os substratos estavam à temperatura ambiente. A mesma coerência acontece com relação às menores resistências, pois nestas deposições foi utilizado o TiGr2, que é o material fonte mais puro e a menor taxa de deposição.

Estes resultados podem ser atribuídos ao modelo teórico de Fuchs-Sondheimer que avalia o espalhamento de elétrons na superfície do filme. Levando em consideração que as impurezas podem ser avaliadas como defeitos e por sua vez como centros espalhadores, quando maior o grau de impureza maior será o número de centros espalhadores. Contudo, quanto mais centros espalhadores, maior a resistividade. Sendo assim, $TiGr5(Ohm/sq) > TiGr4(Ohm/sq) > TiGr2(Ohm/sq)$ apresentou a resistividade em uma ordem crescente de impureza.

Para verificar a eficiência de absorção de micro-ondas dos filmes produzidos, foram realizadas análises dos filmes depositados em condições extremas: menos impuro (TiGr2), utilizando a menor taxa de deposição (1 Å/s) e mais impuro (TiGr5), utilizando a maior taxa de deposição (5 Å/s), em função da resistência de folha. A Figura 4 apresenta os resultados obtidos.

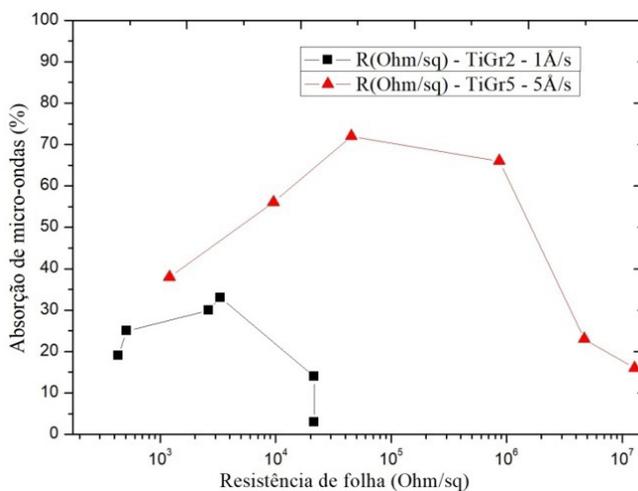


Fig. 4 – Percentual de absorção de micro-ondas dos filmes de TiGr2 e TiGr5, depositados nas taxas de 1Å/s e 5Å/s, respectivamente, em função das resistências de folha.

Os resultados obtidos aproximam-se dos reportados na literatura [10, 11, 12, 13, 14,] no que tange à relação entre a espessura a absorção de micro-ondas. Em ambas as curvas

observam-se regiões de máxima absorção, mas que não correspondem aos filmes com menores espessuras. Este comportamento é decorrente do fato que filmes extremantes finos apresentam áreas não cobertas de materiais e, por isso, apresentam altos valores de resistências elétricas, favorecendo a passagem de micro-ondas por estas regiões [15].

As figuras 5 e 6 apresentam o percentual de absorção de micro-ondas na faixa de frequência ente 8 e 12 GHz. Nas figuras 5 e 6, observa-se que filmes com espessuras de 30 e 40Å apresentam os melhores percentuais de absorções, estando coerentes com os resultados apresentados na figura 4 e explicados anteriormente. Observa-se, também, que não há grande variação de absorção ao longo da faixa de frequência para as mesmas condições de deposições.

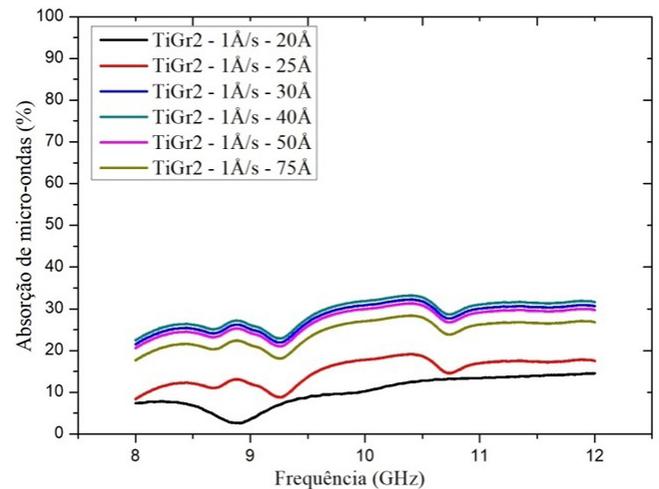


Fig. 5 – Percentual de absorção do filme de TiGr2 depositado a 1Å/s na faixa de frequência de 8 a 12 GHz.

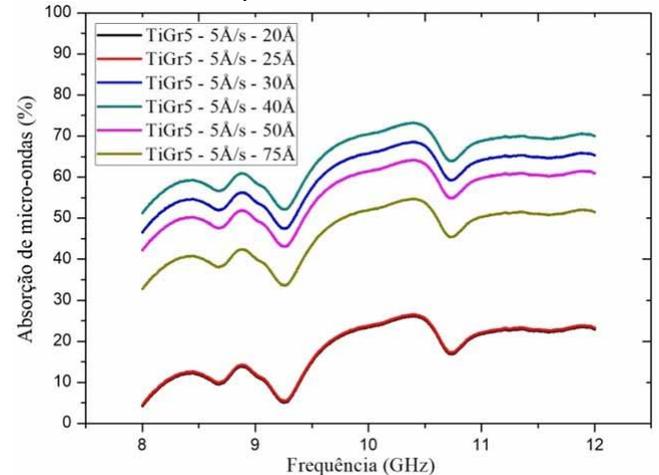


Fig. 6 – Percentual de absorção do filme de TiGr5 depositado a 5Å/s na faixa de frequência de 8 a 12 GHz.

É possível observar que os filmes apresentam uma tendência de aumento da resistência de folha com a diminuição da espessura. Porém este fato não se aplica a relação entre a espessura e a absorção de micro-ondas. Os filmes com espessuras abaixo de 30Å apresentaram uma diminuição na absorção de micro-ondas. Imagina-se que os filmes com espessuras de 20Å e 25Å apresentaram um crescimento descontínuo com alta resistência elétrica. Desta forma, apesar da alta resistência elétrica, possuem baixa absorção da radiação eletromagnética na faixa de micro-ondas.

4. CONCLUSÃO

Filmes ultrafinos de titânio podem ser utilizados como absorvedores de micro-ondas. Estima-se que a introdução de defeitos no filme, como consequência da pureza do material utilizado e de sua espessura, são os responsáveis pelas propriedades elétricas dos filmes produzidos e, consequentemente, pela absorção observada.

Filmes finos depositados a partir do TiGr5, com taxa de deposição de 5 Å/s e espessuras na faixa de 30Å e 40Å, apresentaram os maiores percentuais de absorção de micro-ondas.

Acredita-se que exista uma espessura mínima, para que o filmes possa ser aplicado e tenha uma absorção de micro-ondas satisfatória.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] [1] PINTO, S.; REZENDE, M. Performance Prediction of Microwave Absorbers Based on POMA/Carbon Black Composites in the Frequency Range of 8.2 to 20 GHz. *Journal of Aerospace Technology and Management*, v. 10, p. 1–9, 2018.
- [2] [2] LACY, F. Developing a theoretical relationship between electrical resistivity, temperature, and film thickness for conductors. p. 1–14, 2011.
- [3] [3] RUVINSKII, M. A. et al. The Influence of Surface on Scattering of Carriers and Kinetic Effects in n-PBTE Films. *Research are obtained by vapour deposition of synthesized*. p. 277–288, 2017.
- [4]
- [5] [4] MECH.K, KOWALIK.R, ZABINSKI.P. Cu Thin films deposited by dc magnetron sputtering for contact surfaces on electronic components. *Archives Of Metallurgy and Materials*. Vol 56, pg 903-908, 2011.
- [6] [5] SOETHE, V. L.; DELATORRE, R. G. Materiais absorvedores de radiação eletromagnética, baseados em um compósito híbrido de fibra de vidro. v. 1, n. 1, p. 1–9, 2016.
- [7] [6] CHRISTIAN, J. Computing the Coupling Resistances in High Current Instrument Transformers Considering Skin- and Proximity Effect. v. 9464, n. c, p. 1–7, 2017.
- [8] [7] ASTM International. All Rights Reserved. *Titanium: A Technical Guide*, 2nd Edition (#06112G), 2000
- [9] [8] SILVA, Cirene de Andrade Prata da. – Produção de filmes finos de kanthal absorvedores de micro-ondas. *Dissertação de Mestrado*, Instituto Militar de Engenharia, Rio de Janeiro 2014.
- [10] [9] Titanium». *Columbia Encyclopedia* 6th ed. New York: Columbia University Press. 2000–2006. ISBN 0-7876-5015-3.
- [11] [10] Liu, Y., Tan, J. - Frequency dependent model of sheet resistance and effect analysis on shielding effectiveness of transparent conductive mesh coatings. *Progress In Electromagnetics Research*, Vol. 140, 353–368, 2013.
- [12] [11] SILVA, S. M. L., FERREIRA, C. L. – Thin Films Of Kanthal And Aluminum For Electromagnetic Wave Absorption. *Journal of Nanoresearch (JRN)*, Vol 14, Pg 145, 2011.
- [13] [12] SOETHE, Viviane Lilian., NOHARA. Evandro Luiz., REZENDE, Mirabel Cerqueira. FONTANA, Luis César Radar absorbing materials based on titanium thin film obtained by sputtering technique. *JATM* Vol.3, No.3, pp. 279-286, Sep. - Dec., 2011.
- [14] [13] Y. POO, R. X. WU, X. FAN, and J. Q. XIAO, Measurement of ac conductivity of gold nanofilms at microwave frequencies, *Rev. Sci. Instrum.* 81, 064701 (2010).
- [15] [14] SOETHE, Viviane Lilian., NOHARA. Evandro Luiz., REZENDE, Mirabel Cerqueira. FONTANA, Luis César. - Influência da espessura de filmes finos de alumínio na atenuação da energia da onda eletromagnética na faixa de microondas (8 – 12GHz). *Revista Brasileira de Aplicações de Vácuo*, v. 27, p. 63-67, 2008.
- [16] [15] SILVA, S. M. L. - Filmes finos metálicos e magnéticos absorvedores de micro-ondas produzidos por PVD Tese de Doutorado, IME, agosto de