

Mario Eduardo de Barros Gomes e Nunes da Silva

# Caracterização de Propriedades Mecânicas de Materiais Utilizados em Microssistemas Eletromecânicos

CAMPINAS, 2012.

105/2012



## UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS FACULDADE DE ENGENHARIA MECÂNICA

Mario Eduardo de Barros Gomes e Nunes da Silva

# Caracterização de Propriedades Mecânicas de Materiais Utilizados em Microssistemas Eletromecânicos

Orientador: Prof. Dr. Luiz Otávio Saraiva Ferreira

Dissertação apresentada ao Curso de Mestrado da Faculdade de Engenharia Mecânica da Universidade Estadual de Campinas, como requisito para a obtenção do título de Mestre em Engenharia Mecânica, na Área de Mecânica dos Sólidos e Projeto Mecânico.

ESTE EXEMPLAR CORRESPONDE À VERSÃO FINAL DA DISSERTAÇÃO DEFENDIDA PELO ALUNO MARIO EDUARDO DE BARROS GOMES E NUNES DA SILVA E ORIENTADO PELO PROF. DR. LUIZ OTÁVIO SARAIVA FERREIRA.

ASSINATURA DO ORIENTADOR

### FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA PELA BIBLIOTECA DA ÁREA DE ENGENHARIA E ARQUITETURA - BAE - UNICAMP

Si38c	Silva, Mario Eduardo de Barros Gomes e Nunes da, 1981- Caracterização de propriedades mecânicas de materiais utilizados em microssistemas eletromecânicos / Mario Eduardo de Barros Gomes e Nunes da Silva Campinas, SP: [s.n.], 2012.
	Orientador: Luiz Otávio Saraiva Ferreira. Dissertação de Mestrado - Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Engenharia Mecânica.
	<ol> <li>Sistemas microeletromecânicos.</li> <li>Nitreto de silício.</li> <li>Óxido de silício.</li> <li>Propriedades mecânicas.</li> <li>Microssistemas eletromecânicos.</li> <li>Ferreira, Luiz Otávio Saraiva, 1956</li> <li>Universidade Estadual de Campinas.</li> <li>Faculdade de Engenharia Mecânica.</li> <li>III.</li> <li>Título.</li> </ol>

 Título em Inglês: Mechanical properties characterization of materials used in microelectro-mechanical systems
 Palavras-chave em Inglês: Microelectromechanical systems, Silicon nitride, Silicon oxide, Mechanical properties, Electromechanical microsystems
 Área de concentração: Mecânica dos Sólidos e Projeto Mecânico
 Titulação: Mestre em Engenharia Mecânica
 Banca examinadora: Eurípedes Guilherme de Oliveira Nóbrega, Ioshiaki Doi
 Data da defesa: 27-07-2012
 Programa de Pós Graduação: Engenharia Mecânica

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS FACULDADE DE ENGENHARIA MECÂNICA COMISSÃO DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA DEPARTAMENTO DE MECÂNICA COMPUTACIONAL

### DISSERTAÇÃO DE MESTRADO ACADÊMICO

# Caracterização de Propriedades Mecânicas de Materiais Utilizados em Microssistemas **Eletromecânicos**

Autor: Mario Eduardo de Barros Gomes e Nunes da Silva Orientador: Luiz Otávio Saraiva Ferreira

A Banca Examinadora composta pelos membros abaixo aprovou esta Dissertação:

Karis.

Professor Dr./Luiz Otávio Saraiva Ferreira, Presidente. FEM/UNICAMP

Professor Dr. Eurípedes Guilherme de Oliveira Nóbrega. **FEM/UNICAMP** 

eshiphi on

Professor Dr. Ioshiaki Doi. **FEEC/UNICAMP** 

Campinas, 27 de julho de 2012.

Dedico este trabalho ao meu pai, Mario Nunes da Silva, que me ensinou que o caminho para o êxito nos estudos consiste em alimentar-se diariamente com um pouco de conhecimento.

### Agradecimentos

A minha família, meu pai Mario, minha mãe Maria Aparecida, e minha irmã Maria Elvira, pelo apoio e incentivo em todos os momentos, de todas as formas possíveis, principalmente durante as dificuldades que nos surgiram na reta final deste trabalho.

Ao meu orientador, prof. Dr. Luiz Otávio Saraiva Ferreira, pela oportunidade e confiança em mim depositada, bem como pela atenção, e direcionamento, sem o qual este trabalho não poderia ser concluído.

Ao prof. Dr. Ioshiaki Doi, pela deposição do filme de nitreto de silício e pelas discussões e sugestões acerca deste trabalho.

A química Márcia Rautemberg Finardi, que muito contribuiu para realização deste trabalho, sendo de grande ajuda na fabricação dos corpos de prova, e com quem muito aprendi.

Ao prof. Dr. José Alexandre Diniz, por ter disponibilizado as dependências e equipamentos do CCS para fabricação dos corpos de prova, e aos funcionários Daniel Silva de Lara, por me orientar sobre o funcionamento do laboratório, José Godoy Filho, pela oxidação e fotogravação das lâminas, e Valter Martarello pela realização da corrosão em plasma RIE.

Ao prof. Me. Angelo Luiz Gobbi, e a química Maria Helena de Oliveira Piazzetta, do LNNano, pela disponibilização do perfilômetro para realização das medidas de caracterização.

A colega Camila Dalben Madeira Campos, por ter compartilhado comigo informações e sua experiência prévia no trabalho com MEMS, algo que me foi de grande ajuda uma vez que eu estava iniciando nesta nova área. Ao colega Josué Labaki pelo auxílio com as equações de resistência dos materiais, e ao colega Nilson Roberto Inocente Junior pelas ajudas diversas.

Agradecimentos a CAPES e a FEM, pela bolsa disponibilizada, que permitiu a minha dedicação em tempo integral a este trabalho.

Aos amigos que fiz tanto no oGrupo de Dança, e como no Ministério Universidades Renovadas, que permitiram que esta jornada fosse repleta de momentos de descontração e alegria.

Por fim agradeço a Deus, que em minha fé pessoal acredito, e que colocou todas essas pessoas no meu caminho.

"A tarefa não é tanto ver aquilo que ninguém viu, mas pensar o que ninguém pensou sobre aquilo que todo mundo vê."

- Arthur Schopenhauer -

### Resumo

A caracterização das propriedades mecânicas de filmes finos faz-se necessária para o projeto e fabricação de Microsistemas Eletromecânicos (MEMS – *Micro-Electro-Mechanical Systems*), que demanda dados precisos dos materiais.

Esta pesquisa descreve um novo método de caracterização das propriedades mecânicas de filmes finos, barato e aplicávela uma ampla gama de materiais. Além do mais, este método também pode ser utilizado para avaliar a resistência das microestruturas durante cada etapa do processo de fabricação, e mesmo do sistema completo. Para realizar os experimentos de caracterização é utilizado um perfilômetro de superfície.

Perfilômetros de superfície são dispositivos utilizados para medir a espessura e rugosidade de filmes, sendo essenciais em laboratórios de microfabricação. Tal fato permite que seja possivel repetir os experimentos deste trabalho em qualquer laboratório que possua um perfilômetro de superfície, sem a necessidade de investimento em novos equipamentos.

O método de caracterização baseia-se na flexão de microestruturas suspensas. Os corpos de prova são fabricados no material em teste, e um perfilômetro de superfície é usado para defletilos, e a partir dos dados desse experimento, pode-se calcular o módulo de Young. Caso os corpos de prova venham a se fraturar é possível calcular a tensão de ruptura.

Em uma primeira etapa do trabalho, foram caracterizados filmes de óxido de silício, fabricados por óxidação térmica de um substrado de silício monocristalino. Na segunda etapa, o método de caracterização foi expandido para filmes sobrepostos de materiais diversos e, foram caraterizados filmes de nitreto de silício, fazendo uso de microestruturas compostas de nitreto de silício, depositado pelo método de vapor químico de baixa pressão (LPCVD), sobre o óxido de silício fabricado por óxidação térmica.

O presente trabalho também sugere uma forma de utilizar o mesmo método de caracterização para determinar o coeficiente de Poisson, fazendo uso de várias amostras com expessuras diversas.

Os corpos de prova foram fabricados no Centro de Componentes Semicondutores (CCS) da Universidade Estadual de Campinas (UNICAMP), e os experimentos de deflexão realizados no Laboratório de Microfabricação (LMF) do Laboratório Nacional de Nanotecnologia (LNNano).

### Abstract

The mechanical properties characterization of thin films is necessary for MEMS (Micro-Electro-Mechanical Systems) design and manufacture, which requires accurate materials data.

This research describes a new method for mechanical properties characterization of thin films, inexpensive and applicable to a wide range of materials. Also, this method can be used to evaluate the resistance of the microstructures during each step of the manufacturing process, and even the complete system. To perform the experiments of characterization is used a surface profilometer.

Surface profilometers are devices generally used to measure the films thickness and roughness, and they are essential in microfabrication laboratories. This fact allows the possibility of repetitive the experiments of this work in any laboratory that has a surface profilometer, without the necessity to invest in new equipment.

The characterization method is based on bending of suspended microstructures. The specimens are fabricated in the material under test, and a surface profilometer is used to deflect then, and from this experiment data, it's possible to calculate the Young's modulus. If the specimens fracture, it is possible to calculate the tensile strength.

In a first step, were characterized films of silicon oxide, manufactured by thermal oxidation of a monocrystalline silicon substrate. In the second step, the characterization method has been expanded to superimposed films of various materials and films of silicon nitride were characterized, by making use of microstructures consisting of silicon nitride, deposited by the method of low-pressure chemical vapor (LPCVD), over the silicon oxide produced by thermal oxidation.

The present work also suggests a way to use the same characterization method for determining the Poisson's ratio, using various samples with different thickness.

The specimens were fabricated in the Center for Semiconductor Components (CCS) of University of Campinas (UNICAMP), and the deflection experiments performed in the Microfabrication Laboratory (LMF) of Brazilian Nanotechnology National Laboratory (LNNano).

## Sumário

1	Intro	odução 1
	1.1	Objetivos1
	1.2	Motivação 1
	1.3	Visão Geral de MEMS 2
	1.4	Organização da dissertação 4
2	Mét	odo de Caracterização de Propriedades mecânicas5
	2.1	Método Experimental 5
	2.2	Fundamentação teórica
	2.3	Modelagem geral de vigas
	2.3.1	Seção Transversal 11
	2.3.2	2 Cantilever (Viga em Balanço) 12
	2.3.3	B Ponte (Viga bi-engastada)
	2.4	Vigas compostas por dois materiais
	2.4.1	Análise do módulo de Young24
	2.4.2	2 Análise da tensão
	2.4.3	Cantilever (viga em balanço) composto por dois materiais
	2.4.4	Ponte (viga bi-engastada) composta por dois materiais
	2.5	Determinação do Coeficiente de Poisson

3 Ma	icrofabricação dos Corpos de Prova	. 29
3.1	Materiais	. 29
3.1	.1 Silício	. 29
3.1	.2 Nitreto de Silício	. 29
3.1	.3 Óxido de Silício	. 30
3.2	Método de Fabricação	. 30
4 Ar	nálise da Microfabricação	. 44
4.1	Microestruturas de óxido de silício usinadas em solução de KOH	. 44
4.2 KOH	Microestruturas de nitreto de silício e óxido de silício usinadas em solução	de . 46
4.3 NH <sub>4</sub> OH	Microestruturas de Nitreto de silício e óxido de silício usinadas em solução	de . 50
4.4	Falhas na Microfabricação	. 52
4.5	Discussão dos resultados da microfabricação	. 54
5 Ex	perimentos de caracterização	. 55
5.1	Microestruturas de óxido de silício usinadas em solução de KOH	. 58
5.2	Microestruturas compostas de nitreto de silício e óxido de silício usinadas	em
solução de	КОН	. 61
5.3 solução de	Microestruturas compostas de nitreto de silício e óxido de silício usinadas NH4OH	em . 65
5.4	Resultados	. 67

5.	5 Discussão dos resultados dos experimentos de caracterização	68
6	Conclusões	70
Bibl	iografia	73

### 1 INTRODUÇÃO

### 1.1 Objetivos

O objetivo deste trabalho é o desenvolvimento de uma metodologia, simples e de baixo custo, para caracterização das propriedades mecânicas de materiais estruturais utilizados na fabricação de Microssistemas Eletromecânicos, mais conhecidos pela sigla MEMS (*Micro-Electro-Mechanical Systems*) para viabilizar o projeto estrutural desse tipo de sistema.

### 1.2 Motivação

As propriedades mecânicas dos materiais são profundamente afetadas pelos processos de microfabricação dos MEMS. Portanto não é possível se fazer projetos confiáveis com propriedades tabuladas em handbooks ou colhidas em outras instalações de microfabricação, ou ainda na mesma instalação, mas em lote e processo de microfabricação diferentes. É necessário colher as propriedades para a instalação e processo de microfabricação específicos em que o dispositivo será feito.

As barras de sustentação de um bolômetro (instrumento utilizado para medição de energia infravermelha e luminosa) são um exemplo de estrutura onde o conhecimento das características mecânicas é fundamental no projeto. Tais barras devem manter o bolômetro suspenso, de forma a evitar a troca de calor com o restante do sistema. Por este mesmo motivo, as barras devem ter a menor seção transversal e o maior comprimento possíveis, para minimizar a troca de calor, mas não podem ser pequenas a ponto de se tornarem suscetíveis a fraturas. Com informações mais precisas pode-se projetá-las com uma melhor relação entre condução de calor e resistência mecânica.

Outro aspecto importante é a tensão mecânica residual dos materiais, que pode resultar na flambagem das vigas, desalinhando as partes mecânicas, e/ou chegarem ao ponto de levar os materiais a fraturas. Ambos os efeitos inutilizam os dispositivos e podem ser evitados pela

calibração dos processos de microfabricação com base nas medições de propriedades mecânicas efetuadas.

Além do projeto estrutural dos MEMS, outra aplicação da medida das propriedades mecânicas seria na manutenção preventiva das instalações de microfabricação. Pode-se criar uma rotina periódica de manutenção preventiva, onde as medidas das propriedades mecânicas seriam utilizadas como parâmetro para regular-se as máquinas da instalação. Ao verificar-se que os valores das propriedades mecânicas estivessem próximos de sair de uma faixa aceitável, realizar-se-ia um procedimento de regulagem das máquinas de microfabricação da instalação.

### 1.3 Visão Geral de MEMS

Microssistemas eletromecânicos (MEMS), ou Microssistemas (MST – Micro Systems Technologies), como o próprio nome diz, são pequenos dispositivos mecânicos, ou eletromecânicos, cujas dimensões são medidas em mícrons (Hopcroft, 2002).

A Figura 1.1 apresenta uma ilustração do dispositivo que é considerado a primeira aplicação da tecnologia MEMS.



Figura 1.1 – Ilustração do transistor MOS de porta ressonante da Westinghouse.

A primeira aplicação da tecnologia MEMS foi a produção de um transistor MOS de porta ressonante pela Westinghouse na década de 60. Era constituído de uma haste em balanço de 240µm de comprimento e 4µm de largura, suspensa 10µm acima da porta de um transistor MOS (Figura 1.2) Esse dispositivo era um filtro eletromecânico, e foram construídos exemplares com frequências de ressonância entre 1 e 50kHz (Ferreira, 1999).

A seguir, na Figura 1.2, é apresentado o desenho esquemático do transistor MOS de porta ressoante da Westinghouse.



Figura 1.2 – Esquemático do transistor MOS de porta ressonante da Westinghouse.

Atualmente os MEMS estão presentes nos mais diversos equipamentos. Exemplos de aplicações atuais incluem cartuchos de impressoras a jato de tinta, acelerômetros, microturbinas, fechaduras, sensores inerciais, microtransmissões, microespelhos, microatuadores, scanners ópticos, bombas de líquidos, transdutores, sensores de pressão, sensores de fluxo, sensores químicos e microfones. Novas aplicações estão surgindo à medida que a tecnologia existente é aplicada à miniaturização e integração de dispositivos convencionais (Vittorio, 2001).

A Figura 1.3 mostra o primeiro microfone criado com a tecnologia MEMS, e utilizado em linhas de produção a partir do ano de 2003. A miniaturização permitiu que os microfones pudessem ser montados em telefones celulares, PDAs, MP3 players, e outros dispositivos

pessoais, através do processo de montagem padrão *pick and place* (Clarke, 2003), que reduziu custos e tempo de fabricação.



Figura 1.3 - Microfone SiSonic EmKay (Clarke, 2003).

### 1.4 Organização da dissertação

Este trabalho está organizado da seguinte maneira:

No Capítulo 2 é apresentado e detalhado o novo método de caracterização de propriedades mecânicas.

No Capítulo 3 são apresentados e detalhados os processos de microfabricação dos corpos de provas que foram utilizados nos experimentos de caracterização.

No Capítulo 4 são apresentados e discutidos os resultados dos processos de fabricação dos corpos de prova.

No Capítulo 5 são apresentados os experimentos de caracterização das propriedades mecânicas, e os resultados obtidos.

No Capítulo 6 são apresentadas as conclusões e perspectivas para trabalhos futuros.

## 2 MÉTODO DE CARACTERIZAÇÃO DE PROPRIEDADES MECÂNICAS

Neste capítulo é apresentado e detalhado o novo método de caracterização de propriedades mecânicas.

### 2.1 Método Experimental

O método experimental de caracterização adotado foi o MAT-Test (Hopcroft, 2002), que baseia-se na flexão de microvigas. Microvigas do tipo cantilever são fabricadas no material em teste, e um perfilômetro de superfície é usado para flexionar essas microestruturas. Os perfilômetros de superfície são dispositivos de medição de baixo custo, que são encontrados em qualquer laboratório de microfabricação. A análise teórica dos dados, fornecidos pelos experimentos com o perfilômetro de superfície, permite que sejam extraidos o módulo de Young, a tensão de ruptura (tensão em que o material falha), coeficiente de Poisson (deformação transversal em relação à direção longitudinal de aplicação da carga).

Os experimentos foram realizados nas instalações do LMF (Laboratório de Microfabricação) do LNNano (Laboratório Nacional de Nanotecnologia), com um perfilômetro fabricado pela empresa Veeco, modelo Dektak 3ST. O perfilômetro é utilizado para avaliar a espessura e a rugosidade de filmes, e faz medições de forma eletromecânica. Seu principio de funcionamento é o seguinte:

A mesa posicionadora move horizontalmente a amostra situada abaixo da ponteira de diamante, de acordo com uma varredura (scan) cujo comprimento, velocidade e força são programados previamente pelo usuário. A ponteira é acoplada mecanicamente ao núcleo de um LVDT (*Linear Variable Differential Transformer*, ou Transformador Diferencial Variável Linear), que mede o deslocamento vertical da amostra, com precisão de nanômetros. Conforme a amostra inserida no perfilômetro vai sendo movida horizontalmente, a ponteira passa por sobre sua superfície. Com a movimentação da amostra, o instrumento gera um sinal proporcional à

altura de sua superfície. O perfil da amostra ao longo do percurso da ponteira é armazenado na memória do computador para visualização, manipulação, impressão, e medição (Kowalski, 2002).

A Figura 2.1 apresenta um diagrama de blocos que resume toda a arquitetura de um perfilômetro.



Figura 2.1 – Diagrama de blocos da arquitetura de um perfilômetro (Kowalski, 2002).

A Figura 2.2 apresenta o conjunto perfilômetro e computador, utilizado na realização dos experimentos de caracterização.



Figura 2.2 – Perfilômetro Veeco Dektak 3ST do LMF utilizado nos experimentos.

Na Figura 2.3 é mostrado em destaque a mesa posicionadora, e a ponteira do perfilômetro onde as amostras são analisadas. A amostra apresentada nessa figura é uma amostra padrão utilizada para ajuste nos procedimentos de manutenção periódica do equipamento.



Figura 2.3 - Local onde são inseridas as amostras no perfilômetro do LMF.

Na Figura 2.4 é apresentado um esquemático do procedimento experimental do MAT-Test, proposto por Hopcroft em 2002.



Figura 2.4 - Esquemático do procedimento experimental do MAT-Test (Hopcroft, 2002).

Realiza-se o MAT-Test varrendo-se uma amostra com formato de cantilever com a ponteira do perfilômetro repetidas vezes, e aumentando-se gradativamente a força de contato entre a amostra e a ponteira a cada varredura. Através da medida da flexão do cantilever é possível determinar-se o módulo de Young do material. Caso ocorra a fratura da amostra, pode-se determinar a tensão de ruptura, e por fim, com uma segunda amostra de espessura diferente, é possível determinar-se o coeficiente de Poisson.

Para se avaliar as amostras, foram utilizados dois microscópios ópticos, sendo um da marca Olympus modelo BH-2, e outro da marca Zeiss modelo Axiophot, mostrados na Figura 2.5:



Figura 2.5 – Microscópios ópticos do LMF das marcas Olympus (à esquerda) e Zeiss (à direita).

Neste trabalho é proposto que o MAT-Test seja expandido, de forma que possa ser realizado em outras microestruturas suspensas, como pontes (modeladas como vigas biengastadas), bem como com microvigas compostas por dois materiais.

### 2.2 Fundamentação teórica

Nesta seção será abordada a modelagem matemática das estruturas utilizadas no trabalho de caracterização das propriedades mecânicas. Através desta modelagem será possível extrair as características dos materiais através dos dados experimentais.

A modelagem é baseada nos seguintes pressupostos:

1. As vigas são de material homogêneo que tem o mesmo módulo de elasticidade em tração e compressão.

- 2. As vigas estão em linha reta, ou próximo disso.
- 3. As seções transversais são uniformes.
- 4. As vigas tem ao menos um plano longitudinal de simetria.

5. Todas as cargas e as reações são perpendiculares ao eixo das vigas, e dispostas no mesmo plano, que é um plano longitudinal de simetria.

6. As faces planas e paralelas, transversais ao eixo longitudinal de simetria, permanecem planas e paralelas após a aplicação do carregamento.

- 7. As vigas são longas em proporção à sua profundidade.
- 8. As vigas não são desproporcionalmente largas.

Neste trabalho foi utilizado o Sistema Internacional de Unidades (SI).

### 2.3 Modelagem geral de vigas

Inicialmente será apresentado um modelo matemático geral para vigas esbeltas sujeitas à ação de uma força vertical, que permite a dedução das equações particulares para cada tipo de viga sujeita a uma força pontual na vertical (Young, 2002).

A Figura 2.6 apresenta o Diagrama de Corpo Livre (DCL) geral para vigas, de onde serão deduzidas as equações especificas conforme o tipo de fixação de cada viga.



Figura 2.6 – DCL geral para vigas elásticas.

### **Considerações:**

• *W* é a força aplicada, sendo de valor positivo quando na direção vertical para cima.

• *a* é a distância do ponto de aplicação da força à extremidade esquerda.

•  $y_A$  é o deslocamento vertical (deflexão) da extremidade esquerda da viga, sendo de valor positivo quando na direção vertical para cima.

•  $R_A$  e  $R_B$  são as reações verticais nas extremidades à esquerda e a direita, respectivamente. São de valor positivo quando na direção vertical para cima.

•  $M_A$  e  $M_B$  são os momentos de reação nas extremidades à esquerda e à direita, respectivamente. Todos os momentos são positivos quando produzindo compressão sobre a porção superior da seção transversal da viga.

•  $\theta_A$  e  $\theta_B$  são os deslocamentos angulares nas extremidades esquerda e direita, respectivamente. São positivos quando para cima e para a direita.

• A linha neutra é normal ao plano das cargas e passa pelo centro geométrico da seção transversal.

A partir do DCL e considerações apresentadas, chega-se às seguintes equações:

Deflexão: 
$$y = y_A + \theta_A x + \frac{M_A x^2}{2EI} + \frac{R_A x^3}{6EI} - \frac{W}{6EI} < x - a > 3$$
 (2.1)

Tensão de cisalhamento: 
$$\sigma = -\frac{M(y - y_0)}{I}$$
 (2.2)

Notações:

•  $E = m \acute{o} du lo de elasticidade do material da viga;$ 

I = momento de inércia da área em torno do eixo centroidal da seção transversal da viga;

- $\sigma$  = tensão de cisalhamento;
- *y* = distância em relação à linha neutra da viga;
- $y_0 = posição da linha neutra da viga;$
- M = momento aplicado;

### 2.3.1 Seção Transversal

Neste trabalho foi considerado que a seção transversal da viga é de formato retangular, conforme ilustração da Figura 2.7. Serão apresentados os cálculos de posição do centro geométrico, da área, e do momento de inércia de área.



Figura 2.7 – Seção Retangular.

A seguir, conforme tabela consultada no livro Roark's Formulas For Stress And Strain (Young, 2002), são apresentadas as equações referentes à seção transversal retangular.

Posição do centro geométrico:	$y_c = \frac{d}{2}$	(2.3)
Área da seção:	$A = b \cdot d$	(2.4)

Momento de inércia de área: 
$$I = \frac{bd^3}{12}$$
 (2.5)

### 2.3.2 Cantilever (Viga em Balanço)

O cantilever é um tipo de viga onde uma das extremidades está engastada (com movimentos de rotação e translação restritos em qualquer direção) e a outra livre, conforme a Figura 2.8. É também denominado viga em balanço.



Figura 2.8 – Esquemático de um cantilever.

### Determinação do Módulo de Young

O módulo de Young é a razão entre tensão e deformação de um determinado material. Conhecendo-se o módulo de Young de um material, pode-se determinar a rigidez que uma estrutura feita com este material apresentará. Desta forma, é possível seguir-se o caminho inverso e, através da medida da rigidez de uma estrutura, obter-se o módulo de Young de um material.

Para calcular-se a rigidez do cantilever é necessário determinar-se quanto uma força aplicada sobre o mesmo o deforma.

Com a aplicação de uma força *W*, em uma posição distante *a* da extremidade livre *A* temse:

As reações nas extremidades A e B, respectivamente:

$$R_A = 0$$
$$R_B = W$$

Os momentos nas extremidades A e B, respectivamente:

$$M_{A} = 0$$
$$M_{B} = -W(l-a)$$

Os ângulos nas extremidades A e B, respectivamente:

$$\theta_A = \frac{W}{2EI}(l-a)^2$$
$$\theta_B = 0$$

O deslocamento vertical na extremidade B:

$$y_B = 0$$

Pela substituição dos valores na equação (2.1), é possível determinar a deflexão  $y_A$  da extremidade *A* do cantilever, de acordo com a posição *a* da força aplicada.

$$y_A = -\frac{W}{6EI} \left( 2l^3 - 3l^2 a - a^3 \right)$$

Isolando-se E na equação,

$$EI = -\frac{W}{6y_A} \left( 2l^3 - 3l^2 a - a^3 \right)$$

O valor máximo de deformação ocorre quando a = 0, então,

$$EI = -\frac{Wl^3}{3y_A}$$
(2.6)

Uma vez que procura-se o Módulo de Young (E),

$$E = -\frac{Wl^3}{3y_A I}$$

Substituindo-se a equação (2.5) na equação acima, obtém-se:

$$E = -\frac{4Wl^3}{\gamma_A bd^3} \tag{2.7}$$

A partir da equação (2.7) é possível determinar-se o módulo de Young do material, uma vez que *b*, *d* e *l* da estrutura são conhecidos, *W* é programado no perfilômetro, e  $y_A$  é um dado obtido pelo perfilômetro através de experimentos.

### Determinação da tensão de ruptura

Para se determinar a tensão de ruptura, é necessário calcular-se a tensão de cisalhamento máxima. A tensão de cisalhamento é calculada pela equação (2.2).

$$\sigma = -\frac{M(y - y_0)}{I}$$

O ponto de tensão máxima é o ponto mais distante do eixo neutro, ou seja, quando  $y - y_0 = y_c$ . O momento máximo é o momento na extremidade *B*, que é  $M = M_B = -W(l-a)$ . Substituindose y e *M*, e as equações (2.3) e (2.5) em (2.2), chega-se a:

$$\sigma = \frac{6W(l-a)}{bd^2} \tag{2.8}$$

A partir da equação (2.8) é possível determinar-se a tensão de ruptura do material, uma vez que l, b e d da estrutura são conhecidos, W é programado no perfilômetro, e a pode ser medido no microscópio ou com o perfilômetro.

### 2.3.3 Ponte (Viga bi-engastada)

A viga bi-engastada é um tipo de viga em que ambas as extremidades estão com movimentos de rotação e translação restritos em quaisquer direções, conforme a Figura 2.9.



Figura 2.9 – Esquemático de uma viga bi-engastada.

### Determinação do Módulo de Young

Para calcular-se a rigidez da viga, é necessário determinar-se quanto uma força aplicada a deforma.

Com a aplicação de uma força W, em uma posição distante a da extremidade A tem-se:

As reações nas extremidades A e B são respectivamente:

$$R_{A} = \frac{W}{l^{3}} (l-a)^{2} (l+2a)$$

$$R_B = \frac{Wa^2}{l^3} (3l - 2a)$$

Os momentos nas extremidades A e B são respectivamente:

$$M_{A} = \frac{-Wa}{l^{2}}(l-a)^{2}$$
$$M_{B} = -\frac{Wa^{2}}{l^{2}}(l-a)$$

Os ângulos nas extremidades A e B são respectivamente:

$$\theta_A = 0$$
  
 $\theta_B = 0$ 

Os deslocamentos verticais nas extremidades A e B são respectivamente:

 $y_A = 0$  $y_B = 0$ 

Pelas substituições dos valores na equação (2.1), é possível determinar-se a deflexão da viga, de acordo com a posição da força aplicada.

$$y = -\frac{Wa}{l^2}(l-a)^2 \frac{x^2}{2EI} + \frac{W}{l^3}(l-a)^2(l+2a)\frac{x^3}{6EI} - \frac{W}{6EI} < x - a > 3$$

A deflexão máxima será atingida quando  $x = a = \frac{l}{2}$ . Substituindo-se x e a por  $\frac{l}{2}$  na equação acima obtém-se:

$$y = -\frac{Wl^3}{192EI}$$

Isolando-se EI na equação,

$$EI = -\frac{Wl^3}{192\,y} \tag{2.9}$$

Uma vez que o que se procura é o Módulo de Young (E),

$$E = -\frac{Wl^3}{192\,yI}$$

Substituindo-se a equação (2.5) na equação acima, tem-se:

$$E = -\frac{Wl^3}{16\,\text{ybd}^3} \tag{2.10}$$

A partir da equação (2.10) é possível determinar-se o módulo de Young do material, uma vez que b, d e l da estrutura são conhecidos, W é programado no perfilômetro, e y é um dado medido com o perfilômetro através de experimentos.

#### Determinação da tensão de ruptura

Para se determinar a tensão de ruptura, é necessário calcular a tensão de cisalhamento máxima. A tensão de cisalhamento é calculada pela equação (2.2).

$$\sigma = -\frac{M(y - y_0)}{I}$$

O ponto de tensão máxima é o ponto mais distante do eixo neutro, ou seja, quando  $y - y_0 = y_c$ . O momento máximo é dado por  $M = -\frac{Wa(l-a)}{2l}$ .

Substituindo-se y e M, e as expressões (2.3) e (2.5) em (2.2), obtém-se:

$$\sigma = \frac{3Wa(l-a)}{lbd^2} \tag{2.11}$$

A partir da equação (2.11) é possível determinar-se a tensão de ruptura do material, uma vez que l, b e d da estrutura são conhecidos, W é programado no perfilômetro, e a pode ser medido com o microscópio ou com o perfilômetro.

### 2.4 Vigas compostas por dois materiais

As abordagens apresentadas acima aplicam-se apenas a vigas constituídas por apenas um material. Com a tecnologia de microfabricação disponível apenas foi possível fazer-se corpos de prova compostos por um único material, no caso o óxido de silício (SiO<sub>2</sub>).

A única forma encontrada para caracterizar outros materiais, como o nitreto de silício  $(Si_3N_4)$ , foi depositá-los sobre o óxido de silício, criando assim microvigas compostas de óxido de silício e nitreto de silício. Por este motivo, foi necessário o desenvolvimento de um método de análise para microestruturas compostas por dois materiais.

A modelagem matemática desenvolvida para estudar vigas homogêneas não pode ser aplicada ao estudo de vigas compostas, uma vez que a linha neutra, onde as tensões normais são nulas, não necessariamente coincide com o centro geométrico da seção transversal (Labaki, 2009).

No estudo de vigas de múltiplos materiais, continua-se admitindo a hipótese de que as seções transversais planas permanecem planas após a aplicação de um esforço fletor.



Figura 2.10 – Modelo de viga com dois materiais, com módulos de elasticidade  $E_1 e E_2$  (Labaki, 2009).

Para que a seção deformada permaneça plana, é necessário que a deformação ao longo da seção transversal tenha um comportamento linear, como mostrado na Figura 2.10. Considerando o carregamento aplicado na viga da Figura 2.10, sabe-se que a parte superior da viga será encurtada (deformação negativa), enquanto a parte inferior será alongada (deformação positiva). A deformação então deverá ser nula em algum ponto; ponto este chamado de linha neutra.

Dispondo-se o eixo y sobre o centro geométrico da viga e supondo-se que a linha neutra está a uma posição  $y_0$ , a deformação pode ser escrita como:

$$\varepsilon = \frac{\Delta u}{\Delta x} = -k \left( y - y_0 \right) \tag{2.12}$$

Como o material é contínuo, na interface entre os materiais as deformações também têm que ser iguais. Um fato importante que deve ser notado, é que a interface entre os materiais não está necessariamente sobre a linha neutra.

Pela lei de Hooke:

$$\sigma_i = \varepsilon E_i \tag{2.13}$$

Sendo:

- $\sigma_i$  = tensão de cisalhamento no material *i*;
- ε = deformação especifica;
- $E_i =$ módulo de elasticidade do material *i*;

Para satisfazer essa continuidade, ao mesmo tempo em que  $E_1 \neq E_2$ , as tensões atuantes na interface terão que ser diferentes, então  $\sigma_1 \neq \sigma_2$ .

Substituindo a equação (2.13) na equação em (2.12), tem-se que:

$$\sigma_1(y) = \varepsilon(y) E_1 = -k E_1(y - y_0)$$
(2.14)

$$\sigma_2(y) = \varepsilon(y) E_2 = -k E_2(y - y_0)$$
(2.15)

As equações (2.14) e (2.15) estão relacionadas com as forças no eixo horizontal da estrutura da seguinte forma:

$$F(x) = \int_{A(x)} dF = \int_{A(x)} \sigma(y) dA = \int_{A_1(x)} \sigma_1(y) dA + \int_{A_2(x)} \sigma_2(y) dA$$
(2.16)

Para que a viga esteja em equilíbrio, é necessário que a soma das forças atuantes na mesma seja nula. Assim:

$$\sum F = F(x) = 0 \tag{2.17}$$

Assim, igualando-se a equação (2.16) a zero, conforme a equação (2.17):

$$\sum F = F(x) = \int_{A(x)} dF = \int_{A(x)} \sigma(y) dA = \int_{A_1(x)} \sigma_1(y) dA + \int_{A_2(x)} \sigma_2(y) dA = 0$$
(2.18)

Substituindo as equações (2.14) e (2.15) em (2.18):

$$F(x) = \int_{A_{1}(x)} -k E_{1}(y - y_{0}) dA + \int_{A_{2}(x)} -k E_{2}(y - y_{0}) dA = 0$$
  
$$F(x) = -k E_{1} \int_{A_{1}(x)} (y - y_{0}) dA - k E_{2} \int_{A_{2}(x)} (y - y_{0}) dA = 0$$
  
$$F(x) = -k \left[ E_{1} \int_{A_{1}(x)} y dA - E_{1} y_{0} \int_{A_{1}(x)} dA \right] - k \left[ E_{2} \int_{A_{2}(x)} y dA - E_{2} y_{0} \int_{A_{2}(x)} dA \right] = 0$$

Eliminando-se *k* da equação:

$$\left[E_{1}\int_{A_{1}(x)} y \, dA - E_{1} \, y_{0} \int_{A_{1}(x)} dA\right] + \left[E_{2}\int_{A_{2}(x)} y \, dA - E_{2} \, y_{0} \int_{A_{2}(x)} dA\right] = 0$$

Fazendo algumas notações de forma a simplificar as equações:

$$\int_{A_1(x)} y \, dA = Q_1$$
$$\int_{A_2(x)} y \, dA = Q_2$$
$$\int_{A_1(x)} dA = A_1$$
$$\int_{A_2(x)} dA = A_2$$

Chega-se a:

$$(E_1Q_1 - E_1y_0A_1) + (E_2Q_2 - E_2y_0A_2) = 0$$
(2.19)

Sendo:

•  $E_i = m \delta du lo de elasticidade do material i;$ 

•  $Q_i$  = momento estático da área do material *i*, em relação ao centro geométrico da seção transversal total;

•  $A_i$  = área de seção transversal da viga constituída pelo material *i*.

Para a seção transversal retangular utilizada, as áreas são calculadas segundo a equação (2.4). Já o momento estático de área é calculado da seguinte maneira:

$$Q_i = A_i d_{oi} = b_i d_i d_{oi}$$

Sendo:

- $b_i$  = largura da parte da viga composta pelo material *i*;
- $d_i$  = altura da parte da viga composta pelo material *i*;
•  $d_{oi}$  = distância do centro geométrico do material *i*, ao centro geométrico da seção total.

Isolando-se  $y_0$  na equação (2.19), obtém-se a posição da linha neutra para vigas de dois materiais:

$$y_0 = \frac{E_1 Q_1 + E_2 Q_2}{E_1 A_1 + E_2 A_2}$$

Para uma viga composta por N múltiplos materiais:

$$y_0 = \frac{\sum_{i=1}^{N} E_i Q_i}{\sum_{i=1}^{N} E_i A_i}$$

Embora tenha-se determinado a posição da linha neutra, ainda resta uma incógnita nas equações de tensão e deformação (equações (2.12), (2.14) e (2.15)), que é a inclinação k.

Da mesma forma que deve haver equilíbrio entre as forças normais atuantes na seção, também deve haver equilíbrio entre os momentos fletores. Assim:

$$\sum M = M(x) = 0 \tag{2.20}$$

As equações (2.14) e (2.15) estão relacionadas com os momentos fletores da estrutura da seguinte forma:

$$M(x) = -\int_{A(x)} dM = -\int_{A(x)} y dF = -\int_{A(x)} y(\sigma dA) = -\left[\int_{A_1(x)} y \sigma_1 dA + \int_{A_2(x)} y \sigma_2 dA\right]$$
(2.21)

Assim, igualando-se a equação (2.21) a zero, conforme a equação (2.20):

$$\sum M = M(x) = -\int_{A(x)} dM = -\int_{A(x)} y dF = -\int_{A(x)} y(\sigma dA) = -\left[\int_{A_1(x)} y \sigma_1 dA + \int_{A_2(x)} y \sigma_2 dA\right] = 0$$

$$M(x) = k E_{1} \int_{A_{1}(x)} y(y - y_{0}) dA + k E_{2} \int_{A_{2}(x)} y(y - y_{0}) dA = 0$$
$$M(x) = k \left[ E_{1} \int_{A_{1}(x)} y^{2} dA - E_{1} y_{0} \int_{A_{1}(x)} y dA \right] + k \left[ E_{2} \int_{A_{2}(x)} y^{2} dA - E_{2} y_{0} \int_{A_{2}(x)} y dA \right] = 0$$

Fazendo-se algumas notações de forma a simplificar as equações:

$$\int_{A_1(x)} y^2 dA = I_{oI}$$
$$\int_{A_2(x)} y^2 dA = I_{o2}$$
$$\int_{A_1(x)} y dA = Q_1$$
$$\int_{A_2(x)} y dA = Q_2$$

Chega-se a:

$$M(x) = k[E_1 I_{ol} + E_2 I_{o2} - y_0(E_1 Q_1 + E_2 Q_2)] = 0$$

$$k = \frac{M(x)}{E_1 I_{ol} + E_2 I_{o2} - y_0(E_1 Q_1 + E_2 Q_2)}$$
(2.22)

Sendo:

•  $I_{oi}$  = momento de inércia da área do material *i*, em relação ao centro geométrico da seção transversal total.

Calcula-se o valor de *I*<sub>oi</sub> através do Teorema de Steiner, ou Teorema dos Eixos Paralelos (Labaki, 2009):

$$I_{oi} = I_i + A_i d_{oi}^2 = \frac{b_i d_i^3}{12} + b_i d_i d_{oi}^2$$

Sendo:

- $b_i$  = largura da parte da viga composta pelo material *i*;
- $d_i$  = altura da parte da viga composta pelo material *i*;

•  $d_{oi}$  = distância do centro geométrico do material *i*, ao centro geométrico da seção total.

Para uma viga composta por N múltiplos materiais, (2.22) pode ser escrita da seguinte forma:

$$k = \frac{M(x)}{\sum_{i=1}^{N} E_i I_{oi} - y_0 E_i Q_i}$$

Se a viga for homogênea,  $E_1 = E_2$ , e  $y_0 = 0$ , e a equação acima resulta na expressão de *k* para vigas homogêneas:

$$k = \frac{M(x)}{EI} \tag{2.23}$$

### 2.4.1 Análise do módulo de Young

Fazendo-se os experimentos de deflexão no perfilômetro com as microestruturas compostas, considerando-as como homogêneas obtém-se um valor de rigidez *EI*.

Igualando-se (2.22) a (2.23), obtém-se:

$$EI = E_1 I_{ol} + E_2 I_{o2} - y_0 (E_1 Q_1 + E_2 Q_2)$$
(2.24)

Desta forma, a partir da equação geral (2.24) é possível determinar-se o módulo de Young do material 1 ( $E_I$ ) para qualquer uma das microestruturas suspensas, uma vez que ele será a única incógnita nesta equação, já que EI é obtido pelos experimentos com vigas compostas,  $E_2$  é obtido pelos experimentos com as vigas feitas unicamente em óxido de silício, e os valores de  $I_{o1}$ ,  $I_{o2}$ ,  $y_0$ ,  $Q_1$ ,  $Q_2$ , são determinados pela geometria da própria estrutura.

Os casos particulares para cada uma das microestruturas serão vistos em seções subsequentes.

### 2.4.2 Análise da tensão

Substituindo-se (2.22) em (2.14) e (2.15), obtém-se:

$$\sigma_{1} = -E_{1} \frac{M(x)}{E_{1}I_{1} + E_{2}I_{2} - y_{0}(E_{1}Q_{1} + E_{2}Q_{2})}(y - y_{0})$$

$$\sigma_{2} = -E_{2} \frac{M(x)}{E_{1}I_{1} + E_{2}I_{2} - y_{0}(E_{1}Q_{1} + E_{2}Q_{2})}(y - y_{0})$$
(2.25)

Para uma viga composta por N materiais, a tensão no material *i* é dada por:

$$\sigma_{i} = -E_{i} \frac{M(x)}{\sum_{i=1}^{N} E_{i} I_{i} - y_{0} E_{i} Q_{i}} (y - y_{0})$$

Assim, a partir da equação (2.25) pode-se calcular a tensão que o material 1 sofre durante o processo de caracterização, bem como sua tensão de ruptura no momento da quebra.

### 2.4.3 Cantilever (viga em balanço) composto por dois materiais.

Determinação do Módulo de Young

De acordo com (2.24):

$$EI = E_1 I_{o1} + E_2 I_{o2} - y_0 (E_1 Q_1 + E_2 Q_2)$$

De acordo com (2.6):

$$EI = -\frac{Wl^3}{3y_A}$$

Assim, igualando-se (2.6) e (2.24) tem-se:

$$E_1 I_{ol} + E_2 I_{o2} - y_0 (E_1 Q_1 + E_2 Q_2) = -\frac{W l^3}{3 y_A}$$
(2.26)

A partir da equação geral (2.26) é possível determinar-se o módulo de Young do material 1 ( $E_1$ ) através dos experimentos com os cantilevers, uma vez que ele será a única incógnita nesta equação, já que EI é obtido pelos experimentos com vigas compostas,  $E_2$  é obtido previamente pelos experimentos com as vigas feitas unicamente em óxido de silício, e os valores de  $I_{o1}$ ,  $I_{o2}$ ,  $y_0$ ,  $Q_1$ ,  $Q_2$ , são determinados pela geometria da própria estrutura.

#### Determinação da tensão de ruptura

De acordo com (2.25):

$$\sigma_1 = -E_1 \frac{M(x)}{E_1 I_1 + E_2 I_2 - y_0 (E_1 Q_1 + E_2 Q_2)} (y - y_0)$$

Substituindo-se M(x) = -W(l-a), e  $y = y_c = \frac{d}{2}$ , na equação (2.25), obtém-se:

$$\sigma_1 = E_1 \frac{W(l-a)}{E_1 I_1 + E_2 I_2 - y_0 (E_1 Q_1 + E_2 Q_2)} (\frac{d}{2} - y_0)$$
(2.27)

A partir da equação (2.27) é possível determinar-se a tensão de ruptura do material 1 ( $\sigma_I$ ) através dos experimentos com os cantilevers, uma vez que  $E_1$ ,  $E_2$ , y, e a são determinados experimentalmente,  $I_{o1}$ ,  $I_{o2}$ ,  $Q_1$ ,  $Q_2$ , l, d, e  $y_o$  são conhecidos, e W é programado no perfilômetro.

#### 2.4.4 Ponte (viga bi-engastada) composta por dois materiais

Determinação do módulo de Young

De acordo com (2.24):

$$EI = E_1 I_{o1} + E_2 I_{o2} - y_0 (E_1 Q_1 + E_2 Q_2)$$

De acordo com (2.9):

$$EI = -\frac{Wl^3}{192 y}$$

Assim, igualando-se (2.9) em (2.24) obtém-se:

$$E_1 I_{o1} + E_2 I_{o2} - y_0 (E_1 Q_1 + E_2 Q_2) = -\frac{W l^3}{192 y}$$
(2.28)

A partir da equação (2.28) é possível determinar-se o módulo de Young do material 1 ( $E_I$ ) através dos experimentos com as pontes, uma vez que ele será a única incógnita nesta equação, já que EI é obtido pelos experimentos com vigas compostas,  $E_2$  é obtido previamente pelos experimentos com as vigas feitas unicamente em óxido de silício, e os valores de  $I_{o1}$ ,  $I_{o2}$ ,  $y_0$ ,  $Q_1$ ,  $Q_2$ , são determinados pela geometria da própria estrutura.

#### Determinação da tensão de ruptura

De acordo com (2.25):

$$\sigma_{1} = -E_{1} \frac{M(x)}{E_{1}I_{1} + E_{2}I_{2} - y_{0}(E_{1}Q_{1} + E_{2}Q_{2})} (y - y_{0})$$

Substituindo-se  $M = -\frac{Wa(l-a)}{2l}$ , e  $y = y_c = \frac{d}{2}$ , na equação (2.25), obtém-se:

$$\sigma_1 = E_1 \frac{\frac{Wa(l-a)}{21}}{E_1 I_1 + E_2 I_2 - y_0 (E_1 Q_1 + E_2 Q_2)} (\frac{d}{2} - y_0)$$
(2.29)

A partir da equação (2.29) é possível determinar-se a tensão de ruptura do material 1 ( $\sigma_I$ ) através dos experimentos com as pontes, uma vez que  $E_1$ ,  $E_2$ , y, e a são determinados experimentalmente,  $I_{o1}$ ,  $I_{o2}$ ,  $Q_1$ ,  $Q_2$ , l, d, e  $y_o$  são conhecidos, e W é programado no perfilômetro.

#### 2.5 Determinação do Coeficiente de Poisson

Coeficiente de Poisson, v, é uma propriedade do material que relaciona a deformação na direção de aplicação da carga com a deformação na direção perpendicular.

Os dados do perfilômetro de superfície podem ser usados para determinar o coeficiente de Poisson do material se duas amostras de diferentes espessuras estiverem disponíveis. Isto é possível, porque uma viga submetida à flexão por um carregamento puntual enrijece devido às componentes de tensão perpendiculares. Esta rigidez faz com que a viga seja defletida com um módulo de Young efetivo,  $E_{eff}$ , ao invés de seu módulo de Young real, E, e esse módulo efetivo é medido durante o ensaio de deflexão.

A relação entre *E* e  $E_{eff}$  é expressa por  $\psi$ , que é uma função de *v*.

$$E_{eff} = \Psi E \tag{2.30}$$

O efeito de enrijecimento é fortemente dependente da espessura do filme, em comparação com o comprimento e a largura.

Para filmes espessos, o efeito é desprezível ( $\psi \approx 1$ ), mas para filmes finos, o enrijecimento é acentuado, de modo que os valores de *E* medidos em amostras de diferentes espessuras serão diferentes.

A comparação das medições de *E* para filmes de diferentes espessuras trará um valor de  $\psi$  e, consequentement, *v* (Hopcroft, 2002).

# 3 MICROFABRICAÇÃO DOS CORPOS DE PROVA

Neste capítulo são apresentados e detalhados os processos utilizados na fabricação dos corpos de provas, utilizados nos experimentos de caracterização.

#### 3.1 Materiais

Os materiais mais utilizados para a construção de microestruturas suspensas são silício policristalino, carbeto de silício, DLC (*Diamond Like Carbon*), nitreto de silício e óxido de silício, entre outros (Madou, 1998).

Neste trabalho é utilizado silício como substrato, sobre o qual foi crescida uma camada de óxido de silício, e em algumas amostras também depositado filme de nitreto de silício.

#### 3.1.1 Silício

O silício (Si) é o material mais utilizado para a construção dos microssistemas integrados, principalmente pelo seu custo e pelo avançado estado de desenvolvimento das tecnologias disponíveis (Petersen, 1982 apud Ribas, 1999).

As lâminas (*wafers*) de silício monocristalino utilizadas foram de tamanho 3", tipo p, espessura 289 $\mu$ m, orientação cristalográfica (100) e resistividade entre 1 e 10 $\Omega$ .cm.

## 3.1.2 Nitreto de Silício

O nitreto de silício  $(Si_3N_4)$  é um filme amorfo, isolante, utilizado como camada de passivação, máscara para oxidações seletivas, e como dielétrico de porta em dispositivos MOS (Tatsch, 1996). Por suas propriedades elásticas é o material mais popular para modilhões (sensores de microscópios de força atômica), juntamente com o silício e óxido de silício (Ohring, 2002).

A deposição do nitreto de silício foi realizada pelo processo de LPCVD (*Low-Pressure Chemical Vapor Deposition*, ou Deposição por Vapor Químico à Baixa Pressão,), à pressão de 620mTorr, temperatura de 740°C, utilizando diclorosilana (SiCl<sub>2</sub>H<sub>2</sub>) e a amônia (NH<sub>3</sub>) como reagentes, e obtendo-se um filme de 100nm de espessura. A reação química total é a seguinte:

$$3 \operatorname{SiCl}_2H_2 + 4 \operatorname{NH}_3 \rightarrow \operatorname{Si}_3N_4 + 6 \operatorname{HCl} + 6 \operatorname{H}_2$$

## 3.1.3 Óxido de Silício

Os filmes de óxido de silício (na verdade dióxido de silício - SiO<sub>2</sub>) são muito utilizados em processos de microfabricação de Circuitos Integrados (CIs) e MEMS. Filmes deste material são bastante utilizados como camadas de sacrifício em processos de silício (Ribas, 1999). Além do mais é também um isolante elétrico, e pode ser obtido por técnicas de oxidação térmica (Neli, 2002).

Na técnica de oxidação térmica, processo utilizado neste trabalho, o substrato de silício é oxidado utilizando-se oxigênio ( $O_2$ ) e água ( $H_2O$ ), a temperaturas de 1000°C por 240 minutos, obtendo-se um filme de 1,2µm de espessura. As reações químicas são as seguintes:

 $Si + O_2 \rightarrow SiO_2$  $Si + 2H_2O \rightarrow SiO_2 + 2H_2$ 

#### 3.2 Método de Fabricação

Para poupar o tempo e dinheiro da confecção de máscaras especificas para fabricação dos corpos de prova, as estruturas fabricadas foram baseadas no trabalho de dissertação de Roberto Ribeiro Neli (Neli, 2002).

Tal como no trabalho de Neli (Neli, 2002), neste trabalho foram utilizados os filmes de nitreto de silício e o óxido de silício para a construção das estruturas, e a corrosão do substrato de silício, mas com algumas alterações. Neste trabalho os filmes de nitreto de silício foram

depositados pelo processo de LPCVD (*Low-Pressure Chemical Vapor Deposition*), e a corrosão úmida foi realizada em algumas amostras com hidróxido de amônio (NH4OH) e hidróxido se potássio (KOH). Já no trabalho de Neli, 2002, os filmes de nitreto de silício foram depositados pelo processo de RT/RPCVD (*Rapid Thermal / Remote Plasma Chemical Vapor Deposition*), e pelo processo ECR (*Electron Cicroton Resonance*), e a corrosão úmida foi realizada unicamente em solução de hidróxido se potássio.

Os procedimentos de fabricação foram os seguintes:

#### 1. Preparação das lâminas.

Inicialmente é feita a caracterização das lâminas. Foram selecionadas lâminas de 3" de diâmetro, tipo p, orientação (100), segundo a convenção de chanfros, e resistividade entre 1 e  $10\Omega$ .cm.



Figura 3.1 – Convenção de chanfros.

Em seguida foi feita a medida de espessura com o relógio comparador, obtendo-se um valor de espessura de 285 $\mu$ m. Segundo a especificação do fabricante das lâminas, sua espessura é de 320 $\mu$ m ± 25 $\mu$ m.

Para evitar o acúmulo de impurezas na interface entre o Si e o SiO<sub>2</sub> que será formado, foi realizada a limpeza padrão RCA completa (Madou, 1998), com a submersão da lâminas nas seguintes soluções:

•  $H_2SO_4/H_2O_2$  (4:1) em 80°C por 10 minutos (solução "piranha");

As lâminas foram colocadas em um recipiente à temperatura ambiente contendo a solução "piranha" (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>/H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> (4:1)) a 80°C durante 10 minutos. O peróxido de hidrogênio (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>) destaca as impurezas e compostos orgânicos/gordura (sódio e potássio). O ácido sulfúrico (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) reage com estas substâncias e as remove da superfície das lâminas. Como as reações que ocorrem nesta etapa do processo são exotérmicas, não é necessário aquecer a solução para que ocorra reação. Durante o processo de limpeza, o peróxido de hidrogênio em contato com o silício cria uma camada de óxido com espessura de 40 Å que precisará ser removida mais tarde. O tempo de limpeza não deve exceder 10 minutos, pois poderá aumentar a rugosidade da superfície das lâminas.

• HF/H<sub>2</sub>O (1:10) em temperatura ambiente por 10 segundos (Buffer de HF);

As lâminas foram inseridas em um béquer de material apropriado à temperatura ambiente contendo uma solução conhecida como Buffer de HF (HF/H<sub>2</sub>O (1:10)) durante 10 segundos. O ácido fluorídrico (HF) remove o óxido nativo na superfície das lâminas e não remove o silício. Foi observado que todo o óxido foi removido quando as lâminas são vistas secas logo após serem retiradas da solução, pois o silício é hidrofóbico e o óxido de silício hidrofílico, ou seja, a solução "molha" o óxido e não "molha" o silício. A equação estequiométrica é dada abaixo:

$$SiO_2 + 4HF \rightarrow SiF_4 + H_2O$$

A taxa de remoção do óxido de silício é da ordem de 1000 Å/s.

#### • $NH_4OH/H_2O_2/H_2O$ (1:1:5) em 80°C por 10 minutos;

As lâminas foram colocadas em um recipiente de vidro à temperatura ambiente contendo uma solução de hidróxido de amônio (NH<sub>4</sub>OH), peróxido de hidrogênio (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>), e água (NH<sub>4</sub>OH/H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>/H<sub>2</sub>O (1:1:5)) durante 10 minutos. O hidróxido de amônio destaca particulados metálicos dos grupos 3 e 4 da tabela periódica (antigos grupos IB e IIB), e remove compostos orgânicos remanescentes. Esta etapa de limpeza é utilizada em todos os materiais utilizados que entrarão em contato com as lâminas: béqueres, barquetas e pinças.

#### • $HCl/H_2O_2/H_2O$ (1:1:5) em 80°C por 10 min;

As lâminas foram depositadas em um recipiente de vidro à temperatura de 80°C, contendo uma solução de ácido clorídrico (HCl), peróxido de hidrogênio (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>), e água (HCl/H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>/H<sub>2</sub>O (1:1:5)) durante 10 minutos. O ácido clorídrico dissolve os íons alcalinos.

As lâminas foram submetidas ao enxágue com água deionizada 18MΩ.cm durante 3 minutos e secas com jato de nitrogênio entre cada etapa do processo da limpeza.

No final do processo de limpeza RCA foi realizado o "Dip", que consiste em mergulhar mais uma vez a lâmina na solução de HF para remover completamente qualquer óxido indesejável que tenha sido formado na superfície devido às etapas anteriores e por fim ocorre a secagem com jato de nitrogênio.

#### 2. Crescimento do óxido de silício (SiO<sub>2</sub>)

As lâminas foram colocadas em uma barqueta de quartzo, e inseridas na entrada do forno de penetração de fósforo a temperatura à 1000°C, em atmosfera de nitrogênio (N<sub>2</sub>) por mais de 3min, para evitar choque térmico. Em seguida, as lâminas foram inseridas no forno com fluxo de nitrogênio de 11/min, por 10 minutos. Na sequência, a linha de nitrogênio foi fechada e a linha de oxigênio (O<sub>2</sub>) aberta com fluxo de 11/min (litro por minuto), por 10 minutos. Depois, o sistema de borbulhador de oxigênio e água (O<sub>2</sub>/H<sub>2</sub>O) foi ligado com aproximadamente 63 gotas de H<sub>2</sub>O/min, por 240 minutos. Essa combinação de oxidação seca e úmida é realizada, pois se fosse feito apenas com água teria-se um óxido poroso e de má qualidade, devido à liberação de hidrogênio

(H<sub>2</sub>), por isso, deve-se usar antes o oxigênio e depois a oxigênio e água. A oxidação não foi feita apenas com oxigênio porque ficaria muito caro e demorado.

Decorrido esse tempo de 240 minutos, o sistema de borbulhador  $O_2/H_2O$  foi desligado, e a linha de nitrogênio aberta com fluxo de 11/min, por 10 minutos. Por fim a retirada das lâminas do forno foi executada em ambiente de nitrogênio com fluxo de 11/min, por um tempo maior que 3 minutos. Este processo resultou no crescimento da camada de óxido com espessura de 1,2µm.



Figura 3.2 – Ilustração esquemática de um forno de oxidação úmida (Neli, 2002).

#### **3.** Deposição do nitreto de silício (Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>)

A deposição do nitreto de silício foi realizada pelo processo LPCVD (Della Lucia, 2009) em um reator horizontal, utilizando 23 sccm de diclorosilana (SiCl<sub>2</sub>H<sub>2</sub>) e 60 sccm de amônia (NH<sub>3</sub>) à pressão de 620mTorr, temperatura de 740°C, obtendo-se um filme de 100nm de espessura (medida da espessura foi realizada por elipsometria). A reação química total é a seguinte:

$$3 \operatorname{SiCl}_2H_2 + 4 \operatorname{NH}_3 \rightarrow \operatorname{Si}_3N_4 + 6 \operatorname{HCl} + 6 \operatorname{H}_2$$

A Figura 3.3 apresenta uma ilustração esquemática de um reator LPCVD horizontal de paredes quentes utilizado neste trabalho.



Figura 3.3 - Ilustração esquemática de um reator LPCVD horizontal de paredes quentes (Tatsch, 1996).

#### 4. Fotogravação (Mascaramento)

Inicialmente as lâminas passaram por um processo de limpeza com tricloroetileno, acetona e isopropanol. Essa limpeza é conhecida como limpeza orgânica, e sua função é retirar qualquer sujeira que estiver sobre a lâmina, principalmente gordura. Ao final desta limpeza, as lâminas são lavadas em água deionizada (H<sub>2</sub>O DI) e secas com jato de nitrogênio (N<sub>2</sub>).

Após a limpeza orgânica, as lâminas foram tratadas termicamente à temperatura de 110°C por 30 minutos. Aplicou-se promotor de aderência hexa-metil-dicloro-silana (HMDS), com spinner a 6000rpm, por 30 segundos, pois a umidade do ar estava em 70%.

Caso a umidade seja maior que 60%, devemos-se utilizar o promotor de aderência da fotoresina, pois ele libera várias ligações de Si, aumentando a aderência da fotoresina. Se a umidade for menor que 40% o HDMS não deve ser utilizado, pois nestas condições a fotoresina aderirá de tal forma que sua remoção será dificultada nas etapas posteriores.

Em seguida, foi aplicada a fotoresina AZ1518 (também chamada de fotorresiste), novamente com spinner a 6000rpm, por 30 segundos. Esta fotoresina foi utilizada por apresentar boa resistência à corrosão seca por Plasma RIE. Na sequência, foi feita a cura em chapa quente a 90°C por 1 minuto, para evaporação do solvente e fixação da fotoresina.



A Figura 3.4 apresenta uma ilustração esquemática do processo de aplicação da fotoresina.

Figura 3.4 – Ilustração da aplicação da fotoresina (Neli, 2002)

Na sequência, foi feito o alinhamento entre a máscara e a lâmina de Silício, para em seguida ser feita a exposição à luz ultravioleta para transferência do padrão geométrico da máscara para a lâmina.

A Figura 3.5 apresenta o layout das máscaras com as estruturas para fotogravação.



Figura 3.5- Layout da máscara utilizada para fabricação das microestruturas (Neli, 2002).

No trabalho de Neli (2002) esse layout foi impresso em um fotolito transparente, e a máscara foi aumentada em 20 vezes. Esse fotolito foi reduzido, através de um sistema de fotorredução numa lâmina de vidro com uma camada de material fotossensível, e revelado.

Após a revelação, a lâmina foi colocada numa fotorrepetidora, com o intuito de repetir as estruturas geradas várias vezes em outra lâmina, desta forma tem-se várias estruturas numa mesma máscara, aproveitando-se assim ao máximo as lâminas de silício na fabricação das amostras. A máscara final obtida é mostrada na Figura 3.6.

	開設		
944 944 944 944 944 944 944 944 944 944			

Figura 3.6 – Máscara final com layout repetido (Neli, 2002).

Com o auxílio da fotoalinhadora, as lâminas foram expostas à luz ultravioleta (UV) com energia de 9mW/cm<sup>2</sup> por 21 segundos, polimerizando as regiões expostas da fotoresina.



Figura 3.7 – Ilustração do processo de fotogravação (Neli, 2002).

Finalmente as lâminas foram reveladas, utilizando-se revelador MIF 300 por 25 segundos e lavagem em água deionizada. A sigla MIF significa Metal Ion Free.

Em seguida as laminas são levadas ao microscópio para confirmar se a revelação foi concluída. Caso não tenha sido, é necessário repetir a revelação.



Figura 3.8 – Revelação da fotoresina (Neli, 2002)

#### 5. Usinagem por corrosão da camada de nitreto de silício

A usinagem da camada de nitreto de silício foi realizada pelo processo de plasma do tipo RIE (Reactive Ion Etching). Para a corrosão da camada de nitreto de silício, foram utilizados 12 sccm de hexafluoreto de enxofre (SF<sub>6</sub>) e 35 sccm de argônio (Ar), a 50mTorr de pressão e 900W de potencia, por 20 minutos.

#### 6. Usinagem por corrosão da camada de óxido de silício

A usinagem da camada de óxido de silício foi realizada pelo uso da solução buffer de ácido fluorídrico (BHF), a 30°C, por 7 minutos e 30 segundos. A função do buffer é corroer o óxido de silício do caco de lâmina, a taxa de corrosão é constante, pois o pH da solução também se mantém constante, uma vez que o buffer é uma solução tampão. O ácido fluorídrico é utilizado é para garantir a seletividade, ou seja, a solução não reage com a fotoresina, nem com o nitreto, e tão pouco com o substrato de silício, apenas com o óxido.

#### 7. Remoção da fotoresina

Feita a usinagem do óxido de silício, realiza-se a remoção da fotoresina com lavagem em acetona fria, seguida por isopropanol frio, acetona quente e água deionizada, e secagem com jato de nitrogênio.

#### 8. Usinagem por corrosão do substrato de silício

A corrosão desta ultima etapa tem uma diferença fundamental entre as utilizadas anteriormente: ela é anisotrópica.

As corrosões feitas no nitreto de silício e no óxido de silício foram corrosões isotrópicas, isto é, independem da orientação do cristal e, portanto, com a mesma velocidade de corrosão em todas as direções. A corrosão feita no substrato de silício foi anisotrópica, ou seja, dependente da orientação do cristal. A Figura 3.9 ilustra as direções destas corrosões.



Figura 3.9 - Ilustração das direções de corrosão isotrópica e anisotrópica (Neli, 2002).

A Figura 3.10 ilustra esquematicamente uma corrosão anisotrópica utilizando-se padrões retangulares. Nesta ilustração apresentam-se lâminas do tipo (100). As corrosões anisotrópicas com padrões retangulares resultam em poços com paredes laterais (111) com ângulos de 54,75° da superfície, e o fundo (100).



Figura 3.10 – Ilustração esquemática de corrosões anisotrópicas em lâminas de orientação (100) (Neli, 2002).

Devido ao fato de poder-se controlar a geometria das paredes formadas pela corrosão, a corrosão anisotrópica pode ser considerada como a mais adequada para construção de estruturas suspensas.

Este tipo de corrosão do silício baseia-se na reação da superfície do silício com os íons hidróxido. O silício é oxidado e ocorre a injeção de quatro elétrons na banda de condução do silício durante o processo. Depois, o complexo  $Si(OH)_2^{2+}$  reage com íons hidróxido. Com isso tem-se um complexo solúvel, o consumo de água e a liberação de hidrogênio.

As etapas da corrosão podem ser observadas pelas seguintes reações (Madou, 1998):

$$Si + 2OH^{-} \rightarrow Si(OH)_{2}^{2+} + 2e^{-}$$
$$Si(OH)_{2}^{2+} + 2OH^{-} \rightarrow Si(OH)_{4} + 2e^{-}$$
$$Si(OH)_{4} + 4e^{-} + 4H_{2}O \rightarrow Si(OH)_{6}^{2-} + 2H_{2}$$

Conforme mostrado nas reações químicas, devido à formação de hidrogênio durante a corrosão, ocorre a liberação de bolhas, que podem ser vistas saindo da superfície do silício. Devese então estar atento às corrosões realizadas com concentrações muito elevadas de hidróxidos, pois a superfície pode se tornar rugosa ao longo da corrosão. Isso ocorre, pois as bolhas de hidrogênio liberadas impedem o transporte de solução que ainda não reagiu até a superfície da lâmina de silício. Este problema foi minimizado dispondo em um suporte, para que ficassem perpendiculares à superfície do hot-plate, e utilizando-se um agitador imerso na solução, que fará com que esta se mantenha em circulação, evitando que as bolhas de hidrogênio fiquem paradas sobre a superfície do silício.

Por fim, para garantir uma taxa de corrosão constante com a temperatura foi colocado um termômetro com a finalidade de controlar a temperatura, mantendo-a constante a 75°C durante todo o processo de corrosão.

A usinagem do silício foi realizada em algumas lâminas com solução de hidróxido de amônio (NH<sub>4</sub>OH), e em outras com solução de hidróxido de potássio (KOH), com agitação da solução no inicio da reação, para uniformizar o processo de usinagem. Os tempos de corrosão variaram de 1 hora e 30 minutos (para solução de KOH) a 4 horas (para solução de NH<sub>4</sub>OH).



Figura 3.11 – Ilustração do arranjo para corrosão do silício – adaptado de (Neli, 2002).

Foram fabricados corpos de prova unicamente em óxido de silício e corpos de prova com uma camada de óxido de silício e outra de nitreto de silício. Para os corpos de prova feitos unicamente em SiO<sub>2</sub> não foram utilizados os passos de fabricação 3 e 5, descritos na Figura 3.12.

Na Figura 3.12 a seguir, é mostrada uma ilustração que resume os passos da microfabricação dos corpos de prova feitos em nitreto de silício e óxido de silício.



Figura 3.12 – Sequência dos processos de microfabricação dos corpos de prova constituídos de filmes de nitreto de silício e óxido de silício.

Na Figura 3.13 a seguir, é mostrada uma ilustração que resume os passos da microfabricação dos corpos de prova feitos em óxido de silício.



Figura 3.13 – Sequência dos processos de microfabricação dos corpos de prova constituídos de filmes óxido de silício.

# 4 ANÁLISE DA MICROFABRICAÇÃO

Neste capítulo são apresentados os resultados da fabricação dos corpos de provas.

#### 4.1 Microestruturas de óxido de silício usinadas em solução de KOH

A Figura 4.1 apresenta a lâmina com os corpos de prova (microestruturas) fabricados em óxido de silício (SiO<sub>2</sub>), e usinados em solução de hidróxido de potássio (KOH). Na Figura 4.1 (a) é apresentada a lâmina comparada com uma lapiseira de 14,5cm de comprimento, e na Figura 4.1 (b) as microestruturas são comparadas com a ponta de 0,5mm de diâmetro da lapiseira.



Figura 4.1 – Lâmina com corpos de prova em SiO<sub>2</sub>. (a) comparada com a lapiseira de 14,5cm. (b) comparada com ponta de lapiseira de 0,5mm de diâmetro.

A Figura 4.2 apresenta uma ponte (microviga bi-engastada). A ponte atravessa a foto na diagonal, sendo engastada na extremidade superior esquerda e na extremidade inferior direita. Na Figura 4.2 (a) a microestrutura é vista no microscópio sob luz incidente, já na Figura 4.2 (b) apresenta a mesma microestrutura vista por microscopia de fundo escuro, para melhor visualização da parte central, de difícil visualização na imagem anterior. A ponte possui comprimento de 125µm, largura de 20µm, e espessura de 1,2µm.



Figura 4.2 – Viga bi-engastada microfabricada em SiO<sub>2</sub>. (a) vista ao microscópio. (b) vista por microscopia de fundo escuro.

A Figura 4.3 (a) apresenta o que seria uma microestrutura suspensa, contudo o quadrado no meio está ancorado ao substrato de silício (Si). Assim as barras são nada mais que pontes, que estão engastadas nas extremidades do quadrado maior, e no meio das arestas do quadrado menor ao centro. A Figura 4.3 (b) apresenta a mesma microestrutura, desta vez vista por microscopia de fundo escuro, para melhor visualização das barras. Cada barra possui comprimento de 140µm, largura de 20µm, e espessura de 1,2µm.



Figura 4.3 – Microestrutura suspensa microfabricada em SiO<sub>2</sub>. (a) vista ao microscópio. (b) vista por microscopia de fundo escuro.

# 4.2 Microestruturas de nitreto de silício e óxido de silício usinadas em solução de KOH

A Figura 4.4 apresenta a lâmina com os corpos de prova (microestruturas) fabricados em nitreto de silício (Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>) e óxido de silício (SiO<sub>2</sub>), e usinados em solução de hidróxido de potássio (KOH). Na Figura 4.4 (a) é apresentada a lâmina comparada com uma lapiseira de 14,5cm de comprimento, e na Figura 4.4 (b) as microestruturas são comparadas com a ponta de 0,5mm de diâmetro da lapiseira.



Figura 4.4 – Amostra com corpos de prova em Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> e SiO<sub>2</sub> usinados em KOH (a) comparada com a lapiseira de 14,5cm (b) comparada com ponta de lapiseira de 0,5mm de diâmetro

A Figura 4.5 apresenta um cantilever microfabricado utilizando-se óxido de silício como filme base, e um filme de nitreto de silício na superfície. A extremidade engastada está na parte superior, e a livre na parte inferior da foto. Na extremidade engastada nota-se uma ponta abaixo da estrutura, que é o resquício do substrato de silício remanescente da corrosão anisotrópica. Analisando as imagens é possível deduzir que o cantilever está com a extremidade livre em um nível acima da extremidade engastada, pois para se chegar da Figura 4.5(a) para Figura 4.5(b) é necessário afastar o foco. A Figura 4.5 (c) apresenta a mesma microestrutura vista por microscopia de fundo escuro, e pode-se notar que o material ficou comprimido na parte superior na forma de ondas na superfície da estrutura. O cantilever possui comprimento de 120µm, largura de 50µm, e espessura de 1,3µm (sendo a espessura composta por 1,2µm de óxido de silício, e 0,1µm de nitreto de silício).



Figura 4.5 – Cantilever microfabricado em Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> e SiO<sub>2</sub> (a) foco na extremidade engastada, (b) foco na extremidade livre, (c) vista por microscopia de fundo escuro.

Para avaliar tal desnivelamento sofrido pelas microestruturas, foi feita uma perfilômetria 3D utilizando-se um perfilômetro marca Vecco modelo Dektak 150 disponível no Laboratório de Microfabricação (LMF) do Laboratório Nacional de Nanotecnologia (LNNano).

O perfilômetro Vecco Dektak150 é mostrado na Figura 4.6.



Figura 4.6 – Perfilômetro Vecco Dektak 150.

O conjunto perfilômetro e computador utilizado nesta análise é apresentado na Figura 4.7.



Figura 4.7 – Conjunto perfilômetro e computador.

O resultado obtido foi que a extremidade livre estava aproximadamente 8,3µm acima da extremidade engastada. Este desnível corresponde a 7% do comprimento total do cantilever. A força aplicada pela ponteira foi de 5mgf (miligrama-força). A Figura 4.8 apresenta o perfil obtido.



Figura 4.8 – Imagem obtida pela perfilometria 3D do cantilever de  $Si_3N_4$  e SiO<sub>2</sub>.

Na Figura 4.9 é apresentada a perfilometria, de um cantilever semi-usinado. Percebe-se que a ponta do cantilever se levanta à medida que se solta do substrato. Na Figura 4.9 (a) pode-se

notar que a parte ainda presa ao substrato de silício forma uma ponta, como na base do cantilever corroído na Figura 4.5.

Este desnivelamento visto na Figura 4.9 foi notado apenas nas amostras compostas por nitreto de silício e óxido de silício e usinadas em solução de hidróxido de potássio, mas não nas amostras compostas usinadas em hidróxido de amônio (NH<sub>4</sub>OH), e também não ocorreu nas amostras de óxido de silício usinadas em hidróxido de potássio.

Uma hipótese para a variação no nivelamento das estruturas, é que a corrosão com hidróxido de potássio foi mais intensa, liberando mais bolhas de hidrogênio ( $H_2$ ) durante a corrosão do silício no mesmo período, forçando as estruturas para cima.

Outro fator que pode ter contribuído para o desnivelamento durante a corrosão, é o posicionamento das microestruturas. Se a extremidade livre das microestruturas estiver voltada para baixo durante a corrosão, as bolhas liberadas forçarão mais a estrutura do que se a extremidade livre estivesse voltada para cima. Isto ocorre, pois as bolhas ao subirem para superfície geram um torque maior na estrutura, quando a mesma está com a extremidade livre voltada para baixo.



Figura 4.9 – Perfilometria 3D de cantilever parcialmente usinado.

A Figura 4.10 apresenta uma ponte microfabricada com óxido de silício como filme base, e com um filme de nitreto de silício na superfície. Na Figura 4.10 (a) ela é vista sob luz incidente, e na Figura 4.10 (b) é vista por microscopia de fundo escuro. A ponte atravessa a foto na diagonal, sendo engastada na extremidade superior esquerda e na extremidade inferior direita.

Esta ponte, apresentada na Figura 4.10, possui comprimento de 150 $\mu$ m, largura de 20 $\mu$ m, e espessura de 1,3 $\mu$ m (sendo a espessura composta por 1,2 $\mu$ m de óxido de silício, e 0,1 $\mu$ m de nitreto de silício).



Figura 4.10 – Viga bi-engastada microfabricada em Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> e SiO<sub>2</sub>. (a) vista ao microscópio. (b) vista por microscopia de fundo escuro.

# 4.3 Microestruturas de Nitreto de silício e óxido de silício usinadas em solução de NH₄OH

A Figura 4.11 apresenta a lâmina com os corpos de prova (microestruturas) fabricados em nitreto de silício (Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>) e óxido de silício (SiO<sub>2</sub>), e usinados em solução de hidróxido de amônio (NH<sub>4</sub>OH). Na Figura 4.11 (a) é apresentada a lâmina comparada com uma lapiseira de 14,5cm de comprimento, e na Figura 4.11 (b) as microestruturas são comparadas com a ponta de 0,5mm de diâmetro da lapiseira.



Figura 4.11 – Amostra com corpos de prova em  $Si_3N_4$  e  $SiO_2$  usinados em  $NH_4OH$  (a) comparada com a lapiseira de 14,5cm (b) comparada com ponta de lapiseira de 0,5mm de espessura.

A Figura 4.12 apresenta uma microestrutura suspensa, com o quadrado no meio fixado ao substrato de silício (Si). Assim as barras são pontes (microvigas bi-engastadas), que estão engastadas nas extremidades do quadrado maior, e no meio das arestas do quadrado menor ao centro. A Figura 4.12 (a) apresenta a microestrutura vista sob luz incidente, e a Figura 4.12 (b) apresenta a microestrutura sobre microscopia de fundo escuro. Cada barra possui comprimento de 80µm, largura de 20µm, e espessura de 1,3µm (sendo a espessura composta por 1,2µm de óxido de silício, e 0,1µm de nitreto de silício).



Figura 4.12 – Microestrutura suspensa microfabricada em Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> e SiO<sub>2</sub>. (a) vista ao microscópio. (b) vista por microscopia de fundo escuro.

#### 4.4 Falhas na Microfabricação

Durante a microfabricação podem ocorrer avarias nas microestruturas que podem deixa-las inutilizadas para os fins de caracterização de propriedades mecânicas. A seguir, serão apresentadas algumas delas.

A Figura 4.13 apresenta uma ponte com as extremidades excessivamente corroídas. Esta falha altera a seção transversal nas extremidades, sendo que a modelagem matemática foi feita considerando-se a seção transversal constante ao longo de todo o comprimento.



Figura 4.13 - Viga bi-engastada em Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> e SiO<sub>2</sub> com extremidades corroídas.

A Figura 4.14 apresenta duas pontes fraturadas no meio. Durante a usinagem do silício são liberadas bolhas de  $H_2$ . Essas bolhas sobem para superfície da solução corrosiva, e podem ter forçado as estruturas para cima, até o ponto de quebra. O mesmo ocorreu com o cantilever da Figura 4.5, que se curvou para cima.



Figura 4.14 – Vigas bi-engastadas em  $Si_3N_4$  e SiO<sub>2</sub> com quebra no meio.

A amostra da Figura 4.15 apresenta as mesmas falhas das Figura 4.13 e Figura 4.14: extremidades corroidas e quebra no meio.



Figura 4.15 – Viga bi-engastada em Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> e SiO<sub>2</sub> com extremidades corroídas, e quebra no meio.

A Figura 4.16 apresenta uma microestrutura suspensa. A falha apresentada é semelhante à da Figura 4.13: excesso de corrosão. O substrato de silício, onde se apoiava o quadrado central feito em nitreto de silício e óxido de silício, foi corroído em excesso, permitindo que as extremidades do quadrado central ficassem livres e fossem defletidas juntamente com as pontes

que nelas estão presas durante o ensaio de caracterização, afetando os resultados finais dos experimentos de caracterização.



Figura 4.16 – Microestrutura suspensa microfabricada em Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> e SiO<sub>2</sub>

#### 4.5 Discussão dos resultados da microfabricação

Considerando-se os resultados referentes à fabricação das amostras, é necessário ressaltar que a corrosão do substrato de silício deve ser bem controlada, para que as dimensões das microestruturas não se tornem menores ou maiores que o esperado.

Caso sejam menores (situação menos crítica), podem ocorrer erros no cálculo das características mecânicas, uma vez que o comprimento é utilizado nas equações da rigidez e tensão de ruptura. Contudo, este problema pode ser contornado facilmente, apenas verificando-se os gráficos de deflexão fornecidos pelo perfilômetro. Caso fiquem maiores (situação mais crítica), todo o cálculo das características será afetado, pois as extremidades terão geometrias diferentes do esperado, comprometendo toda a modelagem.

Para se evitar o desnivelamento observado nestas amostras, corrosões lentas são mais indicadas, bem como o posicionamento das estruturas de forma que as bolhas de hidrogênio liberadas durante o processo de corrosão não exerçam forças sobre as mesmas.

# 5 EXPERIMENTOS DE CARACTERIZAÇÃO

Neste capítulo são apresentados os experimentos de caracterização das propriedades mecânicas, e os resultados obtidos.

Inicialmente a amostra é inserida sobre a mesa posicionadora, abaixo da ponteira do perfilômetro, conforme Figura 5.1.



Figura 5.1 – Amostra inserida no perfilômetro.

Em seguida é feito o ajuste da posição da amostra, e a microestrutura é alinhada com o sentido de varredura (*scan*) da ponteira do perfilômetro. Para isso utiliza-se a função "posicionamento da amostra" do software do perfilômetro. A tela de posicionamento é mostrada na Figura 5.2.

O centro dos eixos de coordenadas que aparece ao centro define o local onde a ponteira irá iniciar a varredura, contudo a ponteira não toca a amostra diretamente naquele ponto em um primeiro momento. A ponteira desce na extremidade direita do eixo horizontal e se desloca até o centro se arrastando pela superfície da amostra.

Para evitar que as amostras fossem avariadas durante esse processo de posicionamento da ponteira, as mesmas foram colocadas além da extrema direita do eixo de coordenadas horizontal (Figura 5.2), para que a ponteira não descesse diretamente sobre as microestruturas suspensas. Isto causou um espaço "morto" de aproximadamente 300µm nos gráficos gerados pelo perfilômetro, que é justamente a distância do ponto inicial da varredura, até o ponto onde se inicia a microestrutura.



Figura 5.2 – Tela de posicionamento da ponteira

A Figura 5.3 apresenta a tela de scan do perfilômetro no momento em que a ponteira está na posição inicial do processo de varredura. Um fato interessante é que não se consegue ver as microestruturas suspensas usinadas em solução de hidróxido de potássio (KOH), apenas o poço corroído abaixo delas. Assim, para realização da varredura dessas amostras, foi necessário

memorizar a posição das estruturas vistas previamente ao microscópio, e utilizar resquícios de corrosão no silício como guias.



Figura 5.3 – Tela de varredura do perfilômetro.

A Figura 5.4 mostra a ponteira varrendo o corpo de prova, neste caso uma ponte. Para se comprovar que a ponteira esta varrendo a amostra sem cair no poço, previamente é feita a medida da profundidade da corrosão daquela amostra.



Figura 5.4 – Ponteira varrendo o corpo de prova.
Ao final da varredura a ponteira se levantava e retornava automaticamente para a posição inicial pré-estabelecida, possibilitando assim realizar nova varredura sem a necessidade de posicionar novamente a amostra.

#### 5.1 Microestruturas de óxido de silício usinadas em solução de KOH

O primeiro passo foi avaliar a profundidade da corrosão do hidróxido de potássio (KOH) no substrato de silício das amostras microfabricadas em óxido de silício. A Figura 5.5 apresenta o gráfico do perfil da corrosão. O eixo horizontal representa o deslocamento horizontal em mícrons, e o eixo vertical representa altura em Ångströms. Cursores "R" e "M" são os cursores de referencia e medida, respectivamente. As medidas de comprimento e altura são tomadas com relação à posição desses dois cursores. A medida da profundidade da corrosão obtida foi de 15,4µm.



Figura 5.5 – Perfil da corrosão no substrato de silício das amostras de SiO<sub>2</sub>.

Na Figura 5.6 é apresentado o gráfico gerado pelo software do perfilômetro, para um experimento de deflexão com uma ponte de óxido de silício, quando aplicada uma carga de 10mgf (miligrama-força). Nota-se que a ponteira do perfilômetro seguiu quase que em linha reta até chegar à posição 350µm do eixo horizontal, onde começou a percorrer a ponte, e a partir daí passou a se deslocar verticalmente para baixo, atingindo o ponto de deflexão máximo na posição horizontal de 420µm. Nesta condição de máxima deflexão é possível caracterizar-se o módulo de Young do material que constitui a microestrutura.



Figura 5.6 – Experimento de caracterização do módulo de Young com uma ponte de SiO<sub>2</sub>.

A varredura foi feita repetidamente, com incremento de 1mgf da força de contato a cada iteração. O software do perfilômetro permite que seja feita apenas uma varredura por comando, assim para realizar sucessivas varreduras foi preciso inserir um comando manual para cada uma.

As varreduras foram realizadas até a fratura da microestrutura. Na Figura 5.7 é apresentado o gráfico gerado pelo software do perfilômetro, para um experimento onde ocorre a fratura da ponte de SiO<sub>2</sub>.

Como dito anteriormente, nota-se na Figura 5.7 que a ponteira do perfilômetro seguiu quase que em linha reta até chegar à posição 350µm do eixo horizontal, onde começou a percorrer a ponte, e a partir daí passou a se deslocar verticalmente para baixo, e quando chegou a posição horizontal de 415µm desceu diretamente até atingir o fundo do poço corroído. A partir daí concluiu-se que a ponte tinha-se fraturado. É nesta condição que é possível caracterizar-se a tensão de ruptura do material analisado.



Figura 5.7 – Experimento de caracterização da tensão de ruptura com uma ponte de SiO<sub>2</sub>.

A amostra foi retirada do perfilômetro e levada para ser observada ao microscópio. Na Figura 5.8 é apresentada a ponte de óxido de silício fraturada durante o experimento de caracterização, com o ponto de fratura em destaque.



Figura 5.8 – Ponte de SiO<sub>2</sub> fraturada durante os experimentos. (a) vista da estrutura completa, com circulo ao redor da fratura. (b) zoom no local da fratura.

O software do perfilômetro permite que os dados dos experimentos sejam exportados como arquivos texto, ou seja, arquivos com extensão ".TXT". Assim, com o auxílio do software

MATLAB, foi possível unir em um único gráfico todas as varreduras feitas na microestrutura, e desta forma, visualizar a evolução da deflexão vertical da amostra com o aumento da carga. As varreduras foram iniciadas com 5mgf, a menor força de contato permitida pelo equipamento, e encerradas quando ocorreu a fratura da amostra em 22mgf. A Figura 5.9 apresenta este gráfico com a evolução da deflexão vertical da ponte microfabricada em óxido de silício.



Figura 5.9 – Evolução da deflexão vertical da ponte de SiO<sub>2</sub>.

## 5.2 Microestruturas compostas de nitreto de silício e óxido de silício usinadas em solução de KOH

Tal como foi feito anteriormente com a amostra microfabricada em óxido de silício, o primeiro passo foi avaliar a profundidade da corrosão da solução de hidróxido de potássio (KOH) no substrato de silício das amostras compostas microfabricadas em nitreto de silício e óxido de silício. A Figura 5.10 apresenta o gráfico do perfil da corrosão. O eixo horizontal representa o deslocamento horizontal em micros, e o eixo vertical representa altura em Ångströms. Cursores "R" e "M" são os cursores de referencia e medida, respectivamente. As medidas de comprimento e altura são tomadas com relação à posição desses dois cursores. A medida da profundidade da corrosão obtida foi de 45,7µm.



Figura 5.10 – Perfil da corrosão do KOH no substrato de silício das amostras de Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> e SiO<sub>2</sub>.

A Figura 5.11 apresenta gráfico gerado no software MATLAB, a partir dos dados fornecidos pelo software do perfilômetro, durante a realização dos experimentos com um cantilever microfabricado em óxido de silício e nitreto de silício. O cantilever se inicia na posição  $360\mu m$ , onde se encontra a extremidade engastada, e termina na posição  $510\mu m$ , onde se encontra a extremidade livre. O cantilever e foi varrido repetidas vezes pela ponteira do perfilômetro com força de contato inicial de 5mgf, e incremento de 1 mgf da força de contato a cada iteração, finalizando as varreduras com 40mgf, o fundo de escala do equipamento.

Pode-se notar na Figura 5.11, que quanto mais a ponteira do perfilômetro de aproxima da extremidade livre do cantilever, mais a posição vertical oscila. Tal fato tornou difícil a determinação da deflexão exata do cantilever, ao contrário do que ocorreu com as pontes, motivo pelo qual as pontes de mostraram mais adequadas para os experimentos de caracterização mecânica. Nesta figura, nota-se também que o cantilever parou de defletir-se abaixo de 1,5µm, sendo que a profundidade medida do poço foi de 45,7µm. Aparentemente a estrutura encontrou um batente, que a impediu de se defletir adentrando mais o poço.



Figura 5.11 – Evolução da deflexão vertical do cantilever composto de Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> e SiO<sub>2</sub>.

A Figura 5.12 apresenta gráfico gerado no software MATLAB a partir dos dados fornecidos pelo software do perfilômetro durante a realização dos experimentos com uma microestrutura suspensa, composta por duas pontes. A ponte 1 se inicia na posição 420 $\mu$ m e termina na posição 620 $\mu$ m, e a ponte 2 se inicia na posição 790 $\mu$ m e termina na posição 970 $\mu$ m. As pontes foram varridas repetidas vezes pela ponteira do perfilômetro com força de contato inicial de 5mgf, e incremento de 1 mgf da força de contato a cada iteração, finalizando as varreduras com 40mgf, o fundo de escala do equipamento.



Figura 5.12 – Evolução da deflexão vertical da microestrutura suspensa composta de Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> e SiO<sub>2</sub>.

Quando varridas com a força de contato no intervalo de 5mgf a 8mgf, as microestruturas da Figura 5.12 sofreram pequena deflexão mas se mantiveram curvadas para cima. Com a aplicação de 9mgf a ponte 1 inverteu de posição e ficou acomodada com curvatura para baixo, enquanto ponte 2 gerou resistência para se acomodar à nova posição, se curvando para baixo quando a ponteira passava próxima ao ponto 900µm e retornando à posição inicial após a varredura, apenas se acomodando totalmente à nova posição quando submetida a uma força de contato de 13mgf. Possivelmente essa deformação sucessiva gerou um ponto de fragilidade na ponte 2, e esta sofreu fratura quando aplicada força de contato de 29mgf, justamente próximo à posição 900µm. Essa foi uma das pouquíssimas microestruturas com filme de nitreto de silício que se fraturou.

A Figura 5.13 apresenta outro experimento com resultado interessante. Neste experimento uma ponte fraturou-se logo na primeira varredura quando aplicado 5mgf de força de contato voltando-se para cima.



Figura 5.13 – Primeira varredura em ponte em  $Si_3N_4$  e SiO<sub>2</sub> que se rompeu voltando-se para cima.

No experimento da Figura 5.13, a ponteira começa a percorrer a ponte no ponto 350µm e vai subindo pela curvatura da estrutura, quando no ponto 540µm foi jogada subitamente para cima, movendo-se da altura de 100kÅ para 480kÅ, e desceu pelo resto da estrutura, voltando à base no ponto 700µm, onde terminou a varredura da estrutura e voltou à base ancorada ao

substrato. Esta quebra ocorreu porque o material estava pré-tensionado, provavelmente em decorrência da corrosão com hidróxido de potássio.

Foi feita nova varredura com a mesma ponte da Figura 5.13, para se avaliar o novo estado da estrutura. Essa nova varredura é apresentada na Figura 5.14, e nela pode-se notar que ambos os lados da ponte se voltaram para cima conforme esperado.



Figura 5.14 – Segunda varredura em ponte em  $Si_3N_4$  e  $SiO_2$  que se rompeu voltando-se para cima.

## 5.3 Microestruturas compostas de nitreto de silício e óxido de silício usinadas em solução de NH₄OH

Tal como foi feito anteriormente com as amostras anteriores, o primeiro passo foi avaliar a profundidade da corrosão da solução de hidróxido de amônio (NH<sub>4</sub>OH) no substrato de silício das amostras compostas microfabricadas em nitreto de silício e óxido de silício. A Figura 5.15 apresenta o gráfico do perfil da corrosão. O eixo horizontal representa o deslocamento horizontal em micros, e o eixo vertical representa altura em Ångströms. Cursores "R" e "M" são os cursores de referencia e medida, respectivamente. As medidas de comprimento e altura são tomadas com

relação à posição desses dois cursores. A medida da profundidade da corrosão obtida foi de 17,3µm.



Figura 5.15 – Perfil da corrosão do NH<sub>4</sub>OH no substrato de silício das amostras de Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> e SiO<sub>2</sub>.

A Figura 5.16 apresenta gráfico gerado no software MATLAB a partir dos dados fornecidos pelo software do perfilômetro durante a realização dos experimentos com uma microestrutura suspensa, composta por duas pontes. A ponte 1 se inicia na posição  $350\mu m$  e termina na posição  $470\mu m$ , e a ponte 2 se inicia na posição  $660\mu m$  e termina na posição  $780\mu m$ . As pontes foram varridas repetidas vezes pela ponteira do perfilômetro com força de contato inicial de 5mgf, e incremento de 1 mgf da força de contato a cada iteração, finalizando as varreduras com 40mgf, o fundo de escala do equipamento.

Ainda na Figura 5.16, a base suspensa ancorada ao substrato de silício apresentou uma rugosidade inesperada no intervalo de 520µm a 550µm, provavelmente resultante do processo de microfabricação.



Figura 5.16 – Evolução da deflexão vertical da microestrutura suspensa composta de  $Si_3N_4$  e SiO<sub>2</sub>.

### 5.4 Resultados

Baseados nos experimentos descritos acima foram feitos os cálculos indicados no capítulo 2. Os resultados são apresentados nas tabelas a seguir. A Tabela 5.1 apresenta a média dos valores do módulo de Young, o desvio padrão e o numero de medidas tomadas para cada um dos materiais.

	Média	Desvio padrão	Número de Varreduras
Óxido de Silício (SiO <sub>2</sub> )	64,9 GPa	5,6 GPa	200
Nitreto de Silício (Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> ) - usinado com KOH	226,9 GPa	31,6 GPa	400
Nitreto de Silício (Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> ) - usinado com NH <sub>4</sub> OH	251,1 GPa	22,5 GPa	700

Tabela 5.1 – Resultados obtidos nos experimentos de caracterização do módulo de Young.

A Tabela 5.2 apresenta a média dos valores da tensão de ruptura, o desvio padrão e o numero de medidas tomadas para o óxido de silício.

Tabela $5.2 -$ Resultados oblidos nos experimentos de caracterização da Tensão de Ruptura do SiO <sub>2</sub> .					
	Média	Desvio padrão	Número de amostras fraturadas		
Óxido de Silício (SiO <sub>2</sub> )	659,0 MPa	68,3 MPa	10		

Tabela 5.2 – Resultados obtidos nos experimentos de caracterização da Tensão de Ruptura do SiO<sub>2</sub>

A tensão de ruptura das amostras com filmes de nitreto de silício não foi calculada, pois a grande maioria das microestruturas não se quebrou durante os experimentos. Concluiu-se então que as estruturas falharam por outros motivos, mas não por ter atingido-se o limite de resistencia do material.

#### 5.5 Discussão dos resultados dos experimentos de caracterização

Comparando-se os resultados obtidos neste trabalho com os encontrados na literatura, percebe-se que os valores do módulo de Young obtidos experimentalmente foram consistentes. No caso do óxido de silício, o valor obtido neste trabalho foi de 64,9GPa com desvio padrão de 5,6GPa. Já os valores da literatura variaram de 46GPa a 70GPa (Petersen, 1978). É importante ressaltar que os filmes de óxido de silício da literatura foram crescidos por oxidação térmica seca ou oxidação térmica úmida, enquanto o processo de crescimento de óxido de silício utilizado neste trabalho foi uma combinação de oxidação térmica seca e oxidação térmica úmida.

Quanto ao módulo de Young do nitreto de silício o valor obtido neste trabalho foi de 226,9GPa com desvio padrão de 31,6GPa, para a amostra que foi usinada em solução de hidróxido de potássio, e de 251,1GPa com desvio padrão de 22,5GPa, para a amostra que foi usinada em solução de hidróxido de amônio. Os valores da literatura variaram de 85GPa a 290GPa, sendo o menor valor obtido em 1992 (Kiesewetter et al, 1992) e o maior valor em 1989 (Tabata et al, 1989), e salientando que nestas referências o processo de deposição utilizado também foi o LPCVD. Portanto estes resultados também são consistentes com a literatura.

Até o momento da finalização da escrita deste trabalho, não foram encontrados artigos onde fossem determinados valores de tensão de ruptura de filmes de óxido de silício crescidos termicamente. A única referencia encontrada fazia menção ao óxido de silício fundido. O valor obtido neste trabalho foi de 659,0 MPa com desvio padrão de 68,3Mpa para tração. Já os valores

da literatura para o óxido de silício fundido são de 110 MPa para tração, e de 690MPa a 1380MPa para compressão (Palanna, 2009).

# 6 CONCLUSÕES

O objetivo deste trabalho foi desenvolver um método de caracterização de propriedades mecânicas de materiais utilizados na fabricação de MEMS, de baixo custo, e aplicável a uma ampla gama de materiais.

Para a fabricação dos corpos de prova, foi utilizado um método de fabricação já desenvolvido previamente, ainda assim, esta etapa tomou mais tempo do que se tinha planejado no projeto de pesquisa inicial, contudo possibilitou um conhecimento mais aprofundado em ciência dos materiais, e permitiu que o trabalho fosse além do estudo de mecânica dos sólidos.

Ainda referente à fabricação, o fato de se experimentar soluções diferentes para realizar as usinagens enriqueceu o trabalho final, e permitiu avaliar o se impacto desses processos no resultado final da fabricação dos corpos de prova.

Quanto aos experimentos de caracterização mecânica o esperado era que os cantilevers apresentassem resultados mais nítidos, com deslocamentos maiores para um mesmo intervalo de aplicação de forças do que os das pontes, e o que ocorreu foi justamente o oposto, já que os cantilevers vibravam muito quando a ponteira do perfilômetro se aproximava da extremidade livre. O motivo desta vibração ainda é desconhecido, vislumbrando possibilidade de pesquisa complementar.

Comparando os resultados obtidos neste trabalho com os encontrados na literatura, percebese que os valores do módulo de Young obtidos experimentalmente foram próximos dos encontrados na literatura. No caso do óxido de silício (SiO<sub>2</sub>), o valor obtido neste trabalho foi de 64,9GPa, Já os valores da literatura variaram de 46GPa a 70GPa (Petersen, 1978). É importante ressaltar que os filmes de óxido de silício da literatura foram crescidos por oxidação térmica seca ou oxidação térmica úmida, enquanto o processo de crescimento de óxido de silício utilizado neste trabalho foi uma combinação de oxidação térmica seca e oxidação térmica úmida.

Quanto ao módulo de Young do nitreto de silício  $(Si_3N_4)$  o valor obtido neste trabalho foi de 226,9GPa com desvio padrão de 31,6GPa, para a amostra que foi usinada em solução de

hidróxido de potássio (KOH), e de 251,1GPa, para a amostra que foi usinada em solução de hidróxido de amônio (NH<sub>4</sub>OH). Os valores da literatura variaram de 85GPa a 290GPa, sendo o menor valor obtido em 1992 (Kiesewetter et al, 1992) e o maior valor em 1989 (Tabata et al, 1989), e salientando que nestas referências o processo de deposição utilizado também foi o LPCVD.

Quanto à tensão de ruptura, não foram encontrados artigos onde fossem determinados valores de tensão de ruptura de filmes de óxido de silício crescidos termicamente. A única referencia encontrada fazia menção ao óxido de silício fundido. O valor obtido neste trabalho foi de 659,0MPa para tração. Já os valores da literatura são de 110MPa para tração, e de 690MPa a 1380MPa para compressão (Palanna, 2009).

As estruturas fabricadas com nitreto de silício  $(Si_3N_4)$  não se fraturaram, impossibilitando a determinação experimental da tensão de ruptura para este material. Assim, fabricar as estruturas com uma espessura de filme menor, e repetir os experimentos para determinar a tensão de ruptura do nitreto de silício é uma possibilidade de trabalho futuro.

Por fim, pode-se afirmar que o método de medição de propriedades mecânicas desenvolvido mostrou resultados consistentes com a literatura tanto para os valores do módulo de Young do óxido de silício quanto do nitreto de silício. A tensão de ruptura do óxido de silício carece de literatura, vislumbrando-se aí mais uma possibilidade de pesquisa complementar.

A seguir são apresentadas algumas sugestões de trabalhos futuros:

• Fabricar corpos de prova com espessuras diversas e repetir os experimentos, a fim de comprovar a possibilidade de se determinar o coeficiente de Poisson por este meio, como foi sugerido neste trabalho.

• Investigar a possibilidade de determinar a tensão residual da fabricação, a partir de deformações que o corpo de prova apresenta logo após o processo de fabricação, como empenamentos, como visto o que ocorreu com os corpos de prova microfabricados com filmes compostos de nitreto de silício e óxido de silício.

71

• Realizar os mesmos experimentos com materiais diversos, ou com os mesmos materiais, mas fabricados por diferentes processos, a fim de comprovar a flexibilidade e determinar melhor os limites de aplicação das técnicas de caracterização apresentada.

# **BIBLIOGRAFIA**

BALLESTRA, Alberto; BRUSA, Eugenio; PASQUALE, Giorgio De; MUNTEANU, Mircea Gh.; SOMÀ, Aurelio. **FEM modelling and experimental characterization of microbeams in presence of residual stress.** Analog Integrated Circuits and Signal Processing. Vol 63, No 3 (2010), pp477-488. 2010.

BARILLARO, G.; NANNINI, A.; PIOTTO, M. Electrochemical etching in HF solution for silicon micromachining. Sensors and Actuators A 102 pp195–201. 2002

BHAT, Somashekara; BHATTACHARYA, Enakshi. **Parameter extraction from simple electrical measurements on surface micromachined cantilevers.** J. Micro/Nanolith. MEMS MOEMS 6(4), 043013 (Oct–Dec 2007)

CHEN, Liang-Chia; HUANG, Yao-Ting; FAN, Kuang-Chao. A Dynamic 3-D Surface Profilometer With Nanoscale Measurement Resolution and MHz Bandwidth for MEMS Characterization. IEEE/ASME Transactions on Mechatronics, vol. 12, no. 3, june 2007

CLARKE, Peter; **Emkay's silicon MEMS microphone makes commercial debut**, EE Time, 2003. Disponível em: <u>http://www.eetimes.com/electronics-news/4090137/Emkay-s-silicon-MEMS-microphone-makes-commercial-debut</u> Acesso em: 4 de fevereiro de 2012

DELLA LUCIA, Felipe Lorenzo. **Microbolômetros resistivos em membrana suspensa**, Dissertação de Mestrado, Faculdade de Engenharia Elétrica e Computação, UNICAMP, Campinas, 2009.

FERREIRA, L. O. S.; MOEHLECKE, S.; A silicon micromechanical galvanometric scanner, Sensors and Actuators - A, Vol. 73, No. 3, pp. 252-260, 1999.

FERREIRA, Luiz Otávio Saraiva. **Introdução à Tecnologia LIGA**. Capitulo do livro da V Escola Brasileira de Microeletrônica – Microsistemas, Campinas, SP, 03-07 de maio de 1999. Disponivel em: <u>http://www.ccs.unicamp.br/cursos/ee941/download/cap15.pdf</u> Acesso em: 10 de abril de 2011.

GUO, Hang; LAL, Amit. Characterization of micromachined silicon nitride membrane using resonant ultrasound spectroscopy. 2001 IEEE Ultrasonics Symposium. 2001

HOPCROFT, Matthew A.; MAT-Test: A New Method for Thin-Film Materials Characterization, Cambridge University Engineering Department, 2002.

KIESEWETTER, L.; ZHANG, J. M.; HOUDEAU, D.; STECKENBORN, A.; **Determination of Young's moduli of micromechanical thin films using the resonance method**. Sensors and Actuators A Physical : 35 (2), 153-159, 1992.

KLEMPNER, A. R.; MARINIS, R. T.; HEFTI, P.; PRYPUTNIEWICZ, R. J.; Experimental Determination of the Q-factors of Microcantilevers Coated With Thin Metal Films. Strain 45, 295–300. 2009

KOWALSKI, C. Dektak 6M Manual, Digital Instruments Veeco Metrology Group, 2002

LABAKI, Josué. **Notas De Aula De Resistência Dos Materiais II**. Versão 2009b. 2009. Disponível em: <u>www.fem.unicamp.br/~labaki/PED/labaki\_notas\_resmat2.pdf</u> Acesso em: 17 de junho de 2012

MADOU, Marc J (autor). **Fundamentals of microfabrication**. 1<sup>a</sup> ed. Boca Raton: CRC, c1998. 723p., il. ISBN 0849394511.

NELI, Roberto Ribeiro; **Desenvolvimento de Micro-Estruturas Mecânicas Sobre o Silício Através da Corrosão do Substrato pela Superfície**, Dissertação de Mestrado, Faculdade de Engenharia Elétrica e Computação, UNICAMP, Campinas, 2002.

OHRING, M. The materials science of thin films: deposition and structure. Academic Press, 2002.

PALANNA, OG.; Engineering Chemistry, TATA McGraw-Hill, 2009.

PASQUALE, G. De., SOMÀ, A. **Tecniche Di Microscopia Ottica Interferometrica Nelle Misure Statiche E Dinamiche Di Microstrutture Mems.** In: XXXVI Convegno Nazionale dell'Associazione Italiana per l'Analisi delle Sollecitazioni (AIAS 2007), Ischia, Italia Settembre 2007. pp da 445 a 447. 2007

PETERSEN, K.E.; , **Dynamic micromechanics on silicon: Techniques and devices**, IEEE Transactions on Electron Devices, vol.25, no.10, pp. 1241- 1250, 1978.

POWELL, Oliver; HARRISON, H. Barry. Anisotropic etching of {100} and {110} planes in (100) silicone. J. Micromech. Microeng. 11 (2001) 217–220

RIBAS, R.P. **Micro-Sistemas Integrados**. I Escola de Microeletrônica da SBC-Sul. Livro texto, cap. 15, editores R. Reis e M. Macarthy. pp. 265-284. 1999.

SHARPE, William N., Jr.; YUAN, Bin; VAIDYANATHAN, Ranji. **Measurements of Young's Modulus, Poisson's Ratio, and Tensile Strength of Polysilicon.** Proceedings of the Tenth IEEE International Workshop on Microelectromechanical Systems, Nagoya, Japan, 424-429. 1997.

SZE, S. M. Semiconductor Sensors. John Wiley & Sons, Inc., 1994.

TABATA, O.; KAWAHATA, K.; SUGIYAMA, S.; IGARASHI, I.; **Mechanical property measurements of thin films using load-deflection of composite rectangular membranes**. Sensors and Actuators, 20, p138, 1989.

TATSCH; Peter J. **Deposição de Filmes Finos.** Notas de aula da V Oficina de Microeletrônica, UNICAMP, 1996. Disponível em: <u>http://www.ccs.unicamp.br/cursos/fee107/download/cap11.pdf</u> Acesso em: 20 de março de 2011

THORNELL, Greger; JOHANSSON, Stefan; **Microprocessing at the fingertips**. J. Micromech. Microeng. 8 pp 251–262. 1998

VITTORIO, Salvatore A.; **MicroElectroMechanical Systems (MEMS)**, 2001. Disponível em: <u>http://www.csa.com/discoveryguides/mems/overview.php</u> Acesso em: 2 de fevereiro de 2001

YI, Taechung; KIM, Chang-Jin; **Measurement of mechanical properties for MEMS materials**. Measurement Science and Technology vol.10 No.8. pp.706–716. 1999

YOUNG, Warren C.; Budynas, Richard G.; **Roark's Formulas For Stress And Strain -Seventh Edition.** McGraw-Hill, 2002.

SUU, Thierry Le Van; DURAND, Stéphane; GÉNEVAUX, Jean-Michel. **Mesure de la précontrainte et du module d'élasticité équivalent d'une micro-poutre par profilométrie à stylet.** 18° Congrès Français de Mécanique Grenoble. 2007