

CONSTRUÇÃO DE UMA MICROBALANÇA DE QUARTZO
ACOPLADA A UMA FONTE EVAPORAÇÃO PARA
APLICAÇÕES EM ULTRA ALTO VÁCUO (UHV)

Carlos Achete e Horst Niehus*

LESI/COPPE/UFRJ C.P. 68505 Rio de Janeiro

*IGV/KFA Jülich - Alemanha

Construiu-se uma microbalança de quartzo para determinação da espessura de camadas ultra finas, em conjunto com uma fonte de evaporação. A construção divide-se em duas partes, uma parte eletrônica e uma de mecânica fina.

A parte eletrônica consiste na construção de um oscilador e de um circuito regulador de temperatura, para manter o cristal na sua temperatura de inversão. Todo o sistema foi montado num passador de corrente, compatível com as condições de ultra alto vácuo. O medidor tem uma sensibilidade para medir espessura menor que 0,1 monocamada.

Microbalança, Espessura, Quartzo

1. INTRODUÇÃO

Existe, atualmente, uma série de técnicas utilizadas para a determinação de espessura de camadas finas. Não existe, no entanto, um método universal e para cada aplicação deve-se escolher o mais apropriado.

Pode-se dividir os vários métodos, conhecidos, nos seguintes grupos: 1) métodos de medidas óticas; 2) métodos que dependem da determinação da massa do material depositado; 3) os que dependem de medidas elétricas e 4) métodos especiais.

Nós descrevemos, neste trabalho, a montagem de um dispositivo, que é conhecido como medidor de espessura por cristal de

quartzo, que depende da determinação da massa e é, portanto, classificado no grupo 2 acima. Este, é um método também usado em aparelhos de deposição, comerciais, e funciona segundo o princípio descrito a seguir.

É conhecido que, a frequência de um oscilador de quartzo decresce quando uma camada de um material estranho é depositado sobre sua superfície. A espessura desta camada está obviamente relacionada com sua massa de acordo com a relação $d = m/s \rho$ (1) (onde s = área depositada e ρ = densidade do material). Por outro lado, temos que a frequência característica do cristal F_0 depende de sua espessura (d_q) e de uma constante N segundo a relação; $F_0 = N/d_q$ (2). Uma modificação na frequência dada por (2) dependerá consequentemente de uma modificação na massa, teremos então $\Delta f/f_0 = \Delta d/d_q$.

Medindo-se, portanto, Δf com grande precisão, pode-se obter um método de determinação de espessura ou massa, de camadas ultra finas (1-4).

Da literatura (1-2) são conhecidos medidores por osciladores de quartzo com frequência de 5, 10 e 14 MHz. Neste trabalho apresentamos os detalhes de construção de uma microbalança de 20 MHz. O nosso interesse principal no presente trabalho é, conseguir precisão na determinação da massa de decimos de uma monocamada.

A sensibilidade esperada para uma microbalança deste tipo é dada por $C_f = f^2/N\rho_q$. Como a sensibilidade é proporcional a f^2 , deve-se trabalhar com frequência tão alta quanto possível. Por outro lado com o aumento da frequência a faixa de medida para filmes finos torna-se cada vez menor, isto é, torna-se mais sensível. Deve-se portanto encontrar um compromisso entre aplicabilidade e máximo limite de sensibilidade, e este está em torno de 20 MHz.

2. MONTAGEM

A figura 1 mostra o diagrama de bloco, resumizando o esquema de funcionamento da microbalança de quartzo para medida de espessura.

O oscilador de quartzo encontra-se dentro do recipiente de ultra alto vácuo à pressão $< 3 \times 10^{-10}$ Torr. Nesta mesma

câmara estão montados duas técnicas de análise de superfície, espectroscopia de elétrons Auger (AES) e espectrometria de massa de íons secundários (SIMS). O cristal de quartzo oscila paralelamente a um oscilador, montado fora do recipiente, e a variação da frequência é medida por um frequencímetro de alta precisão. Ligado ao sistema temos também um circuito controlador da tensão aplicada ao filamento, que mantém constante a temperatura no cristal. Este circuito é realimentado por um termistor preso ao cristal.

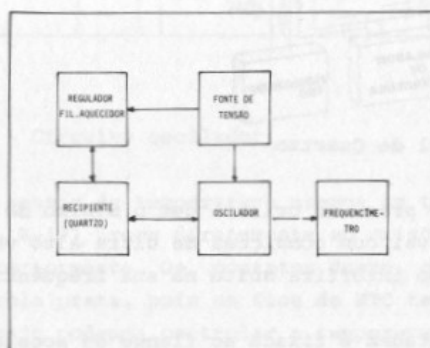


Figura 1 - Diagrama de Bloco de Funcionamento da Microbalança

2.1 Cristal Medidor

O desenho da montagem do cristal de quartzo juntamente com o sensor de temperatura e o filamento aquecedor sobre suas bases, é apresentado na figura (2).

Como pode se ver na figura 2, o cristal e o filamento são montados em suportes separados e cobertos por uma câpsula de aço inox. Da câmara de traz, onde está o filamento, é emitido o calor através de uma abertura na parede do invólucro diretamente sobre o cristal. O envólucro da frente tem, da mesma maneira, uma abertura na parte detrás virado para o filamento e uma na frente, através da qual é depositado o material a ser medido a espessura. O diâmetro do furo é determinado pelo diâmetro do eletrodo de ouro depositado sobre o

quartzo.

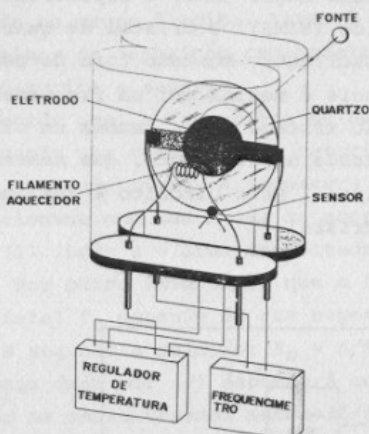


Figura 2 - Cristal de Quartzo

O termistor é preso ao cristal com o mínimo de uma cola cerâmica, compatível com condições de ultra alto vácuo, e numa posição que não interfira muito na sua frequência de oscilação.

Toda esta montagem é fixada ao flange de acoplamento por arames de aço inoxidável, de 2 mm de diâmetro. Estes arames foram escolhidos, porque com este diâmetro conseguimos a rigidez mecânica suficiente para suportar o sistema a uma distância de aproximadamente 20 cm do flange. O flange, no qual está montado o sistema, é um passador de corrente de 10 pinos da Varian.

Junto ao flange, pelo lado de fora, foi montado o circuito oscilador (5) figura 3 em uma pequena caixa de alumínio. Com isto evitamos problemas de capacitância que poderiam surgir com cabos longos.

A frequência de saída do circuito oscilador é medida por um frequencímetro com precisão de 2×10^{-11} HZ com o tempo acima de 24 horas. Variações de 10^{-8} HZ podem ser medidas, com grande precisão.

Para manter o cristal oscilador à temperatura correspondente ao seu ponto de inversão, na curva frequência de osci-

lação x temperatura (no caso 80°C), usamos um filamento aquecedor cuja tensão é regulada pelo circuito da figura 4.

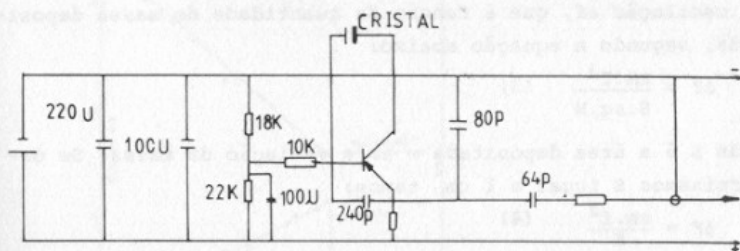


Figura 3 - Circuito oscilador

Como sensor de temperatura, usamos um termistor NTC (SIEMENS, K-19), preso diretamente ao cristal como já foi descrito anteriormente. Os contatos deste com os cabos, são feitos com cola prata, pois os fios de NTC tem $\varnothing = 0,025 \text{ mm}$. Com este arranjo podemos controlar a temperatura do cristal com precisão de $0,01^{\circ}\text{C}$; obtemos assim uma ótima estabilidade na frequência de oscilação do cristal em função do tempo e tem-

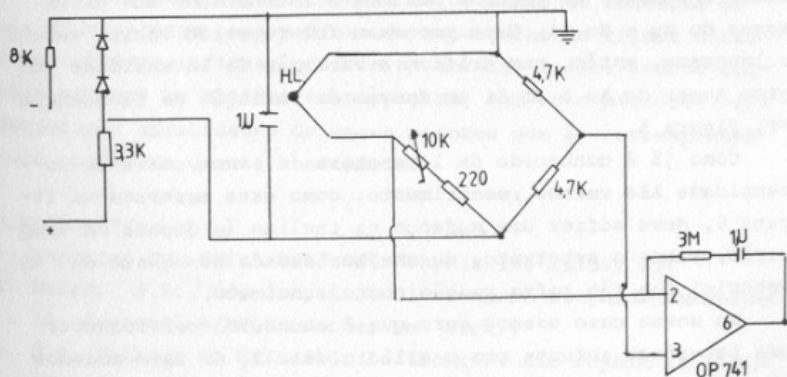


Figura 4 - Circuito do regulador de temperatura.

O circuito oscilador e o aquecedor são alimentados por fontes independentes para evitar problemas de interferência.

2.2 Calibração do Medidor de Espessura

Depositando uma camada de um material estranho sobre o cristal de quartzo provoca-se uma variação de sua frequência de oscilação Δf , que é função da quantidade de massa depositada, segundo a equação abaixo:

$$\Delta F = \frac{\Delta m \cdot f^2}{S \cdot \rho q \cdot N} \quad (3)$$

onde S é a área depositada e Δm a variação da massa. Se determinamos S igual a 1 cm^2 temos:

$$\Delta F = \frac{\Delta m \cdot f^2}{K} \quad (4)$$

com esta relação podemos por exemplo, calcular qual a variação da frequência provocada pela deposição de 1 monocamada de ou ro sobre o quartzo. Sabemos que uma monocamada compacta de Au tem a densidade de $4,565 \times 10^{-7} \text{ g/cm}^2$, portanto usando a equação (4) temos que a deposição desta monocamada provocará uma variação da frequência $\Delta F = 100 \text{ Hz}$.

Para calibrar experimentalmente este dispositivo de medição usamos a espectroscopia Auger da seguinte maneira. A partir de um filamento de tungstênio foi evaporado ouro sobre um substrato de silício e sobre o cristal de quartzo. Depois de cada evaporação aquecemos a amostra à 900 K, para homogeneizar a camada. Em seguida medimos a intensidade dos picos Auger do Au e do Si. Este processo foi repetido várias vezes, e lançamos, então, num gráfico a variação da intensidade do pico Auger do Au e do Si em função da variação da frequência Δf , figura 5.

Como já é conhecido da literatura (6), uma curva de intensidade AES versus recobrimento, como esta mostrada na figura 6, deve sofrer uma mudança na inclinação depois da deposição, sobre o substrato, de uma monocamada homogênea de um material que não sofra reação com o substrato.

No nosso caso usamos ouro que é conhecido por fornecer uma interface abrupta com o silício (6). E, de fato podemos observar na figura 6 que a variação na inclinação da curva o

corre em torno de $\Delta F = 100$ Hz, que é exatamente o valor calculado para a quantidade correspondente a uma monocamada compacta de ouro.

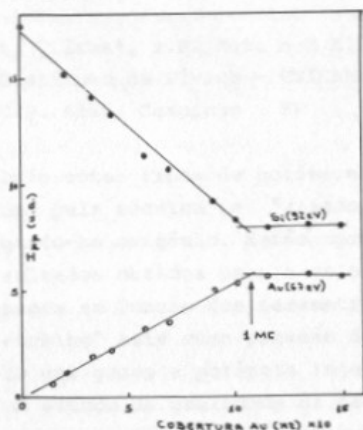


Figura 5 - Altura do pico AES do Au e Si em função da variação da frequência de oscilação do quartzo.

Desta mesma curva, podemos inferir que esta microbalança tem sensibilidade para determinar quantidade de massa inferior a um décimo de uma monocamada.

3. CONCLUSÃO

Apresentamos neste trabalho os detalhes da montagem de uma microbalança para medidas de espessuras de filmes ultra finos. Podemos afirmar que com um arranjo relativamente simples obtemos um medidor de espessura, com sensibilidade para determinar quantidades de massa menores que às correspondentes a um décimo de uma monocamada.

BIBLIOGRAFIA

1. Sanebrey, G. Zeitschrift für Physik 155 (1959) 206
2. Wolsky, S.P., Zdandur, E.J, Ultra micro weight Determination in Controlled Enviroments, New York.
3. H.K. Pulkey, H. Hilbrand, Zeitschrift für Physik 24 (1967) 15.
4. R. Chabicowsky, Vakuum-Technir 5 (1970) 101.

5. Sarkoniski, H. Lexika-verlag Grafenau-Döflingen (1975).
6. Horst Niehus, Tese de Doutorado, Clausfhal, 1975.

