

Influência do *etching* de N₂ em intercâmara de silício para adesão de filmes de a-C:H em aço

C. Alquati, C. D. Boeira, L.M.Leidens, A.F. Michels, C. A. Figueroa

Introdução

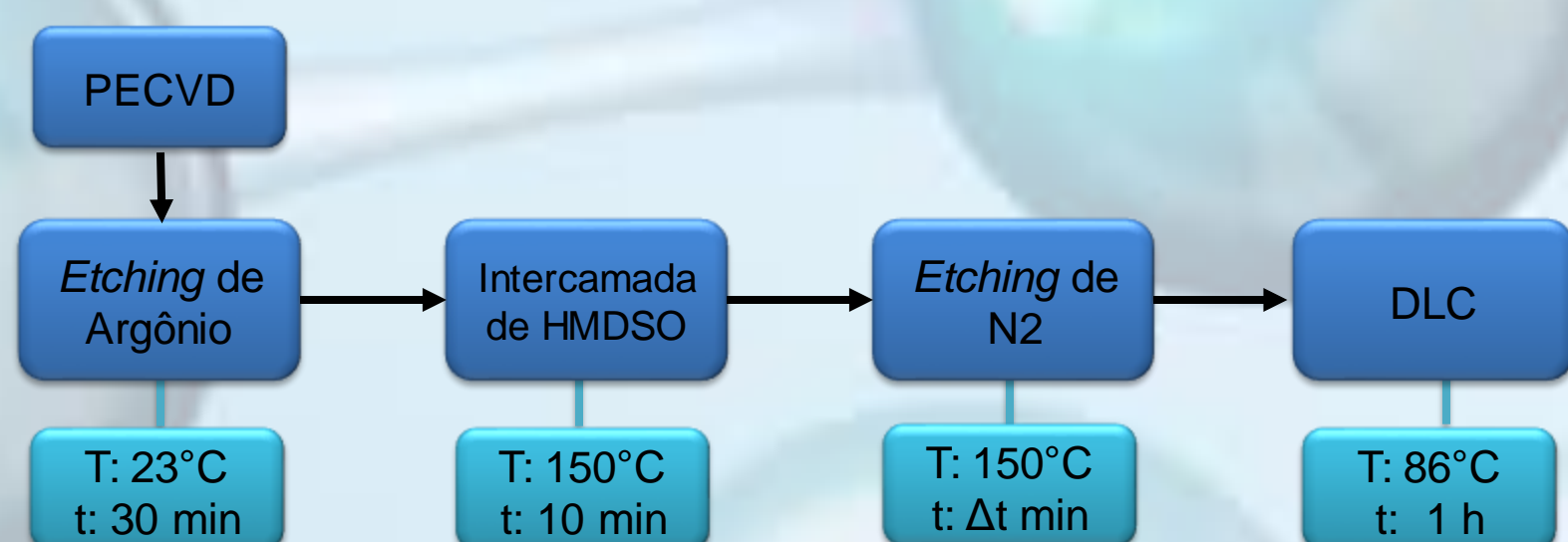
Mesmo com pesquisas sendo desenvolvidas ao longo de quatro décadas, o uso de filmes finos de carbono amorfo hidrogenado (a-C:H) são restritos devido a sua baixa adesão em ligas ferrosas. Uma alternativa para resolver este problema com a deposição de uma camada intermediária contendo Si para aumentar a aderência entre o filme e o substrato [1]. A literatura aponta bons resultados de adesão a partir deste método para temperaturas acima de 300°C, abaixo disso o problema de adesão é decorrente. Estudos recentes propõem que a adesão pode ser obtida em baixas temperaturas, quando a intercâmara de Si é submetida a *etching* de H₂ [2,3].

Objetivo

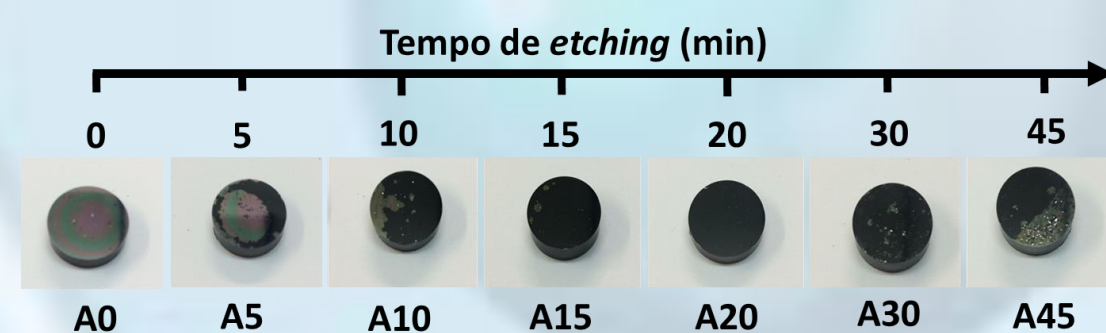
Neste trabalho foi realizado *etching* de N₂ em intercâmaras depositadas usando precursor contendo Si, hexametildissiloxano (HMDSO), a fim de melhorar a adesão de filmes de DLC em substratos de aço AISI 52100.

Materiais e Métodos

As deposições foram realizadas em um equipamento PECVD com fonte DC-pulsada aliado ao confinamento eletrostático, conforme esquema mostrado abaixo.



Neste estudo, o *etching* de N₂ em diferentes tempos foi realizada em intercâmaras contendo Si depositadas em aço AISI 52100 a fim de verificar o efeito da adesão conforme observa-se na Figura 1.

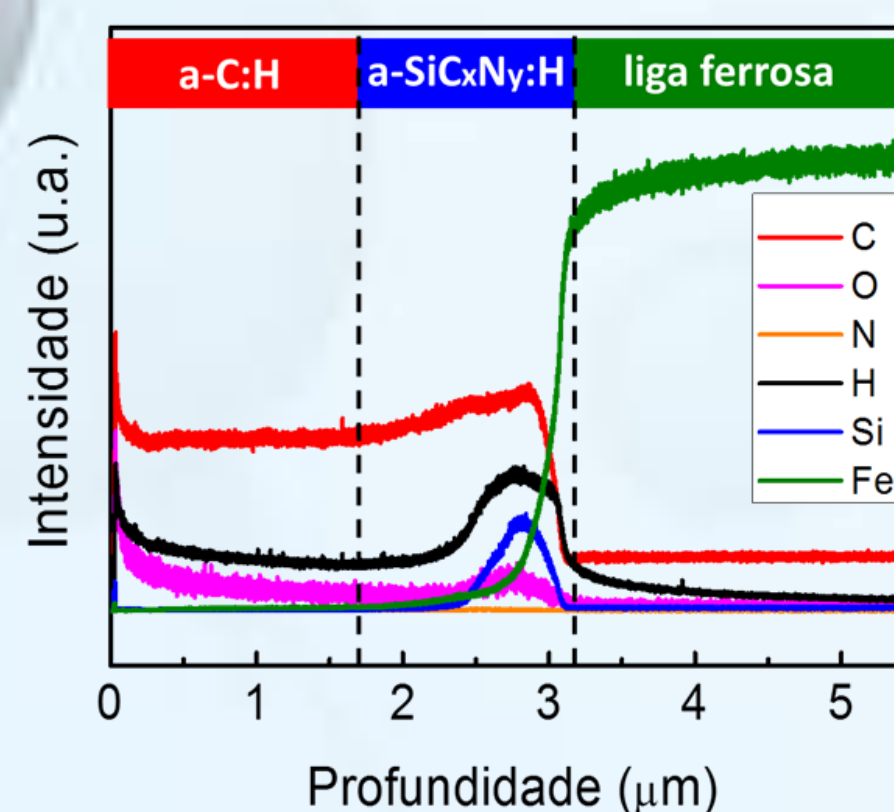
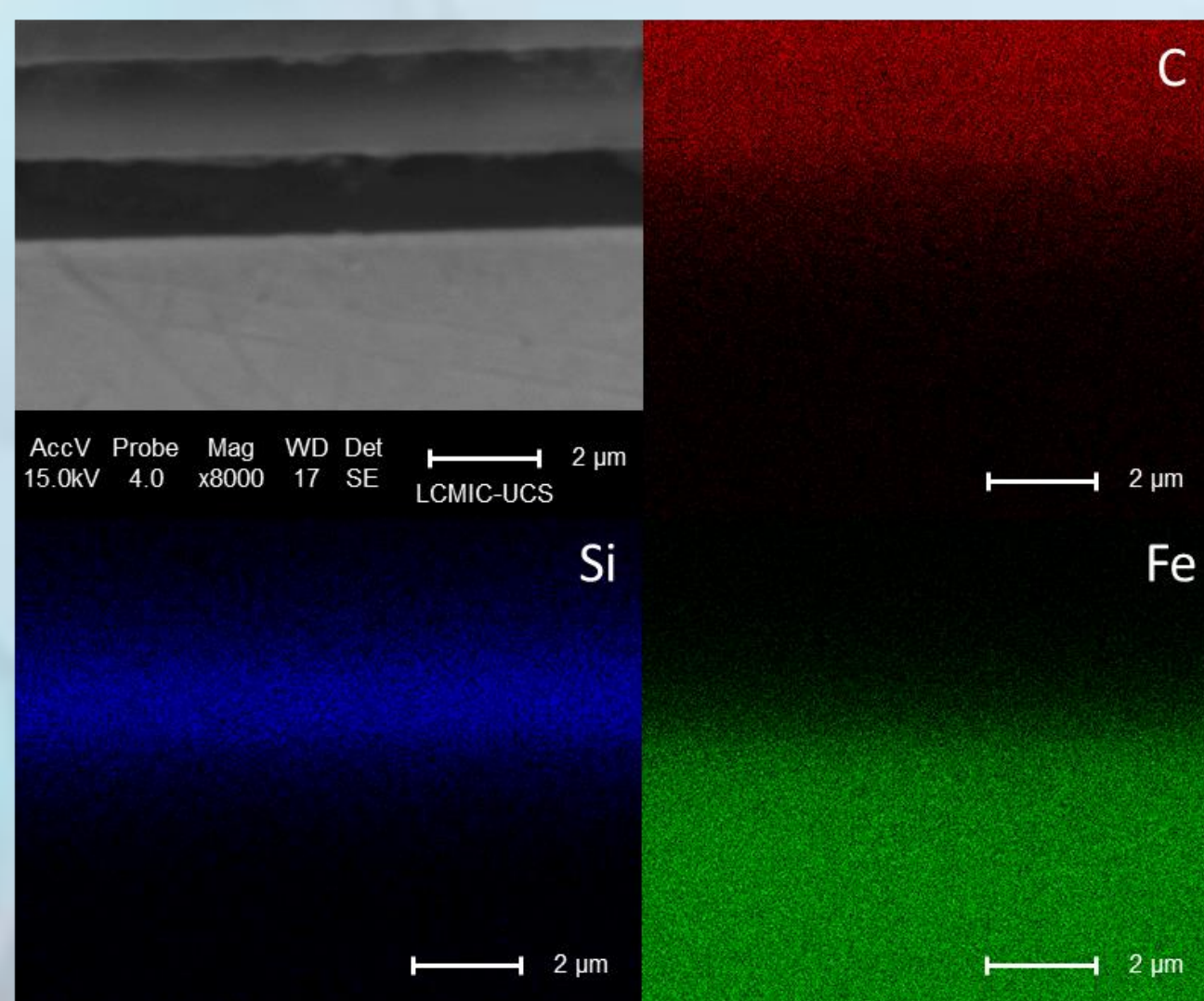


Procedimento Experimental

As amostras foram caracterizadas: para análise estrutural do filme por Raman e a intercâmara por FTIR, as análises físico-químicas da estrutura filme/intercâmara/substrato foram analisadas por MEV, EDS e GDOES.

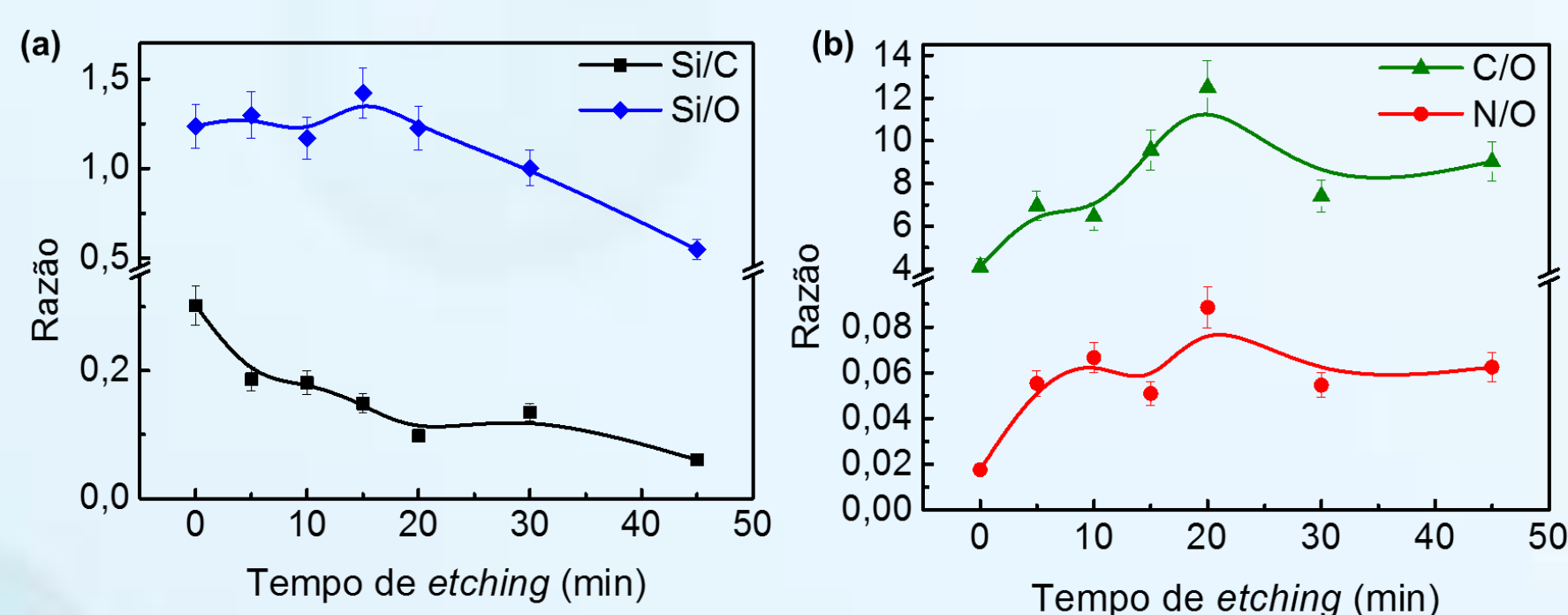
Resultados e discussões

A Figura 2 mostra a imagem de MEV, em corte transversal aliada ao mapa de EDS, essa técnica revela a composição química principal nas três diferentes regiões. Na primeira região observasse uma composição predominantemente composta por carbono. A região intermediária é composta por silício associado a composição do precursor líquido utilizado (hexametildissiloxano). Por fim a terceira região está associada a liga metálica utilizada no substrato evidenciada pela composição de ferro.



Análises de GDOES comprovam a composição dos elementos químicos presentes em função da profundidade da amostra e evidenciam os elementos químicos que a técnica de EDS não revela. Na figura 3 observa-se a composição do filme, de 0 a 2,5μm além de carbono a presença de hidrogênio e oxigênio é revelada, característica do precursor usado para deposição do filme de DLC (C₂H₂).

Na região da intercâmara de 2,5 a 3,2μm a composição de silício, hidrogênio, oxigênio e nitrogênio é observada. A presença do nitrogênio se deve ao *etching* realizado na intercâmara anterior a deposição do filme.



Os resultados obtidos pelo GD-OES permitiram comparar a composição química das intercâmaras contendo silício. Em uma análise detalhada da região da intercâmara as relações de sinal para Figura 4 revelam a análise das razões a) Si/C e Si/O e em b) C/O e N/O determinando uma tendência sobre o aumento (ou decréscimo) de um elemento químico específico em função do tempo de *etching* de nitrogênio utilizado [5,6]. A Figura 3 (a) mostra uma diminuição na relação Si/C de acordo com o processamento do tempo de *etching*. Da mesma forma a diminuição da relação Si/O é observada, de modo que a redução progressiva para Si (ou aumento C) para o aumento dos tempos de *etching*. Esta diminuição é atribuída à energia e à maior probabilidade de Si participar de reações químicas e deixar a superfície com espécies mais voláteis [1,6]. A Figura 3 (b) mostra uma diminuição do conteúdo relativo de oxigênio comparado ao carbono (na relação C/O) para tempos de condicionamento mais baixos, atingindo um ponto ideal de 20 minutos. A mesma tendência ocorre com a relação N/O. A literatura indica para intercâmaras depositadas por HMDSO o oxigênio relativo diminui em relação ao carbono. Isso ocorre por meio da remoção de átomos de oxigênio que são dissolvidos como espécies voláteis quando submetidos a altas temperaturas e, nesse caso, provavelmente removidos pelo ótimo tempo de *etching* [1,3].

Considerações finais

A influência do *etching* de N₂ em intercâmaras contendo silício obtidas por HMDSO foi verificada. Um melhor entendimento da cinética química envolvendo as espécies voláteis sob influência do *etching* e permitindo uma melhor compreensão da influência do oxigênio na adesão de filmes de a-C:H em ligas ferrosas.

Referências bibliográficas

- [1] F. Cemin, et al. ACS Appl. Mater. Interfaces. 7 (2015) 15909–15917.
- [2] A.E. Crespi, et al. Vacuum. 144 (2017) 243–246.
- [3] L.M. Leidens, et al. Appl. Surf. Sci. (2018).
- [4] Gallo, C. S. et al. IEEE Transactions on Plasma Science, 39, (2011) 3028-3032.
- [5] C.D. Boeira, et al. Thin Solid Films. 645 (2018) 351–357.
- [6] E.R. Petry, et al. Surf. Eng. 32 (2016).

Agradecimentos

