

MEDIÇÃO DE ESPESSURA DE FILMES COM AUXÍLIO DE PERFILOMETRIA E ENSAIO DE CALOTESTE¹

George Lucas Barreto Neves²

Fábio Pereira Ramanery³

Everton Galvão de Neiva^{3,4}

Carlos Wagner Moura e Silva⁵

José Roberto Tavares Branco^{3,6}

Resumo

A caracterização tribológica laboratorial de recobrimentos para aplicações de engenharia é uma etapa muito importante no desenvolvimento de novos filmes. Vários são os ensaios que permitem avaliar a performance desses materiais sob diversas condições de testes, contudo, uma característica do recobrimento é essencial: a sua espessura. De maneira direta ou indireta, a espessura de um recobrimento pode ser medida utilizando-se diversas técnicas, simples ou complexas, e dentre essas a perfilometria tem um papel de destaque. Nesse trabalho foi mostrado como a técnica de perfilometria pode ser eficiente para a medição tanto de filmes finos quanto de filmes espessos. Filmes de carbono, silício e níquel fósforo tiveram sua espessura avaliada por perfilometria bidimensional, medindo-se degraus feitos nos próprios filmes ou avaliando a mudança de rugosidade nas amostras após ensaio micro-abrasivo do tipo Caloteste. Os valores de espessura obtidos para os filmes de carbono (espessura $\approx 2,13\mu\text{m}$) foram similares aos valores medidos nas imagens de MEV da seção transversal do mesmo filme. Contudo, se o filme depositado é muito fino (caso dos filmes de silício, espessura $\approx 86\text{nm}$) a visualização do degrau é prejudicada devido à similaridade dos perfis efetivos do filme e do substrato. Vale realçar que essa metodologia pode ser utilizada com sucesso para filmes transparentes e para casos onde a aderência entre o filme e o substrato é ruim, ao contrário do método tradicional baseado em observações ópticas.

Palavras-chave: Perfilometria; Caloteste; Espessura; Filmes finos.

EVALUATION OF COATING THICKNESS BY CONTACT PROBE PROFILOMETER AND CRATER GRINDING METHOD

Abstract

The tribological characterization of coatings for engineering applications is a very important stage in the development of new films. Although many procedures can be used to estimate the performance of these materials under different tests conditions and the determination of thickness is an essential step of the characterization process. Coating thickness might be measured using diverse techniques, one of them being the profilometer. In this paper, it was shown that profilometry is an efficient technique to measure the thickness of both thin and thick films. The thickness of C, Si and Ni-P films has been evaluated by 2-D profilometry. The procedure consists of measuring steps made in the films or evaluating the roughness changes in the samples tested with the crater grinding method. The thickness results for the carbon films ($t \approx 2.13 \mu\text{m}$) were similar to the values estimated from the SEM images of the film transversal section. However, if the film is very thin (as for the Si films, $t \approx 86 \text{ nm}$) the visualization of the step is difficult due to the similarity of the effective profiles of the film and the substrate. It is worth to stress that this methodology can be used with transparent films or even when the film/substrate adhesion is low, in opposition to the traditional methods based on optical analysis.

Key-words: Profilometer, Ball test, Thickness, Thin films.

¹ 62º Congresso Anual da ABM, de 23 a 27 de julho de 2007, Vitória – ES.

² Bolsista de Iniciação Científica, Universidade Federal de Minas Gerais – UFMG.

³ Pesquisador, Fundação Centro Tecnológico de Minas Gerais – CETEC.

⁴ Mestrando, Rede Temática em Engenharia de Materiais - REDEMAT (UFOP-CETEC-UEMG).

⁵ Doutorando, Rede Temática em Engenharia de Materiais - REDEMAT (UFOP-CETEC-UEMG).

⁶ Professor, Rede Temática em Engenharia de Materiais - REDEMAT (UFOP-CETEC-UEMG).

1 INTRODUÇÃO

Em todas as aplicações possíveis, os materiais de engenharia estão em interação direta e constante com o meio onde se encontram, passando por situações mais ou menos agressivas, o que sugere uma programação de manutenção e/ou substituição desses materiais até então projetados ou já em utilização. Em muitos ramos da engenharia, para se obter uma melhoria do desempenho de um componente torna-se necessário aplicar ao material em questão um tratamento superficial ou um recobrimento. Assim, existem razões econômicas e de engenharia direcionando tal necessidade para o desenvolvimento e a aplicação de modificações superficiais que retardem falhas relacionadas à superfície, aumentando a vida útil do substrato ou material base.⁽¹⁻³⁾ Existem dois objetivos comuns no uso da engenharia de superfície para aplicações tribológicas: aumentar a resistência ao desgaste da superfície do material e modificar o seu comportamento friccional.⁽⁴⁾ Contudo, a eficiência das técnicas de modificação e de recobrimento superficial depende do conhecimento prévio das propriedades exigidas para uma determinada aplicação e das características obtidas com o produto final.

A avaliação das características de um sistema conjugado recobrimento/substrato pode ser realizada por diversos ensaios que procuram qualificar e quantificar aspectos relacionados à microestrutura, dureza, aderência, resistência ao desgaste, sua capacidade de propagar ou reter trincas, entre outras, e muito dessa avaliação pode ser realizada através de investigações tribológicas. Sendo assim, a determinação da espessura dos filmes se faz importante porque fornece dados que complementam essa análise tribológica e permite cálculos de parâmetros do processo de deposição dos filmes, propriedades óptica-eletrônicas, etc. Contudo, nem sempre é tão simples realizar essa medição.

Atualmente, a medição de espessura de filmes por ser feita de maneira direta ou indireta. Microscopia óptica (MO) e Caloteste são as técnicas mais utilizadas para a medição indireta da espessura. Utilizando um microscópio óptico acoplado a um micrômetro é possível, variando-se o foco entre a superfície do substrato e a superfície do filme, se estimar a espessura de filmes espessos. Contudo, essa técnica sofre grande influência do erro associado ao operador no tocante ao ajuste de foco nas superfícies e a visualização da coloração do filme. E ainda, se o filme for transparente, não será possível realizar a medição. A técnica de Caloteste, desenvolvida a princípio para medição da resistência a abrasão de filmes,⁽⁵⁾ permite o cálculo da espessura de filmes espessos a partir da medição do diâmetro das calotas de desgaste do filme e do substrato em microscópio óptico.⁽⁶⁾ Contudo, se essas calotas não estiverem bem definidas e geometricamente circulares não será possível medir esses diâmetros.

Já para medição direta da espessura de filmes, a metodologia mais utilizada é a que utiliza como recurso um degrau feito no filme. As técnicas mais usadas a perfilometria, a microscopia de força atômica (MFA) e a microscopia eletrônica de varredura (MEV). Comparativamente, a técnica de perfilometria apresenta maior confiabilidade do que a de MO para filmes diversos. Entretanto, ela somente será eficiente se no filme estudado tiver um degrau bem definido de forma que se possa medir a diferença de altura entre o substrato e o filme.⁽⁷⁾ Essa afirmação também vale para a MFA, contudo para aplicação em filmes finos. E finalmente, utilizando imagens de MEV da seção transversal dos filmes é possível se medir a espessura de filmes diversos.⁽⁸⁾ Contudo, dependendo da condutividade elétrica do material, se faz necessária a metalização do filme com uma película de ouro ou de carbono para

melhorar sua condutância. E para filmes muito finos, a focalização da imagem torna-se mais difícil o que requer equipamentos mais sofisticados. Sendo assim, esses recursos complementares para a análise em MEV fazem dessa técnica a mais cara entre as outras. Vale lembrar que também é possível se medir espessuras acima de 1 micron visualizando a seção transversal de filmes com MO.

Dessa forma, buscando desenvolver uma metodologia de ensaio confiável e com relativo baixo custo operacional esse trabalho se propõe a mostrar que a técnica de perfilometria é eficiente para a medição de filmes finos (0,1 a 3 μm de espessura) e filmes espessos ($> 3 \mu\text{m}$ de espessura) produzidos por processos de deposição diversos.

2 MATERIAL E MÉTODOS

A espessura dos filmes finos será medida utilizando a técnica de perfilometria.⁽⁷⁾ O degrau necessário para a medição será produzido com a colocação de uma gota de material cerâmico (nitrato de boro) na superfície do substrato que receberá o filme a ser depositado.

A topografia e textura da superfície de um material são resultados direto do seu processo de produção ou acabamento. Ampliando uma pequena parte de uma superfície, Figura 1, podemos observar certos elementos que compõem essas características:⁽⁹⁾ rugosidade, ondulação, orientação das irregularidades, passo das irregularidades, altura ou amplitude das irregularidades.

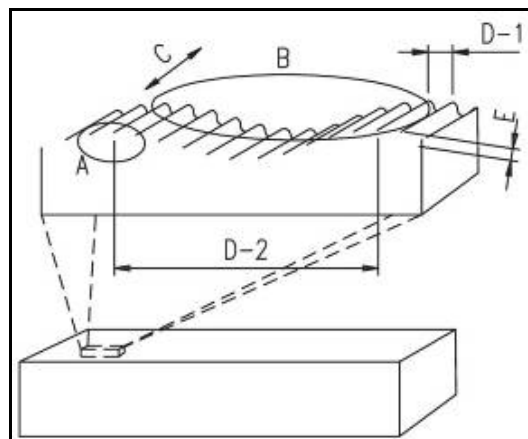


Figura 1. Representação esquemática do perfil efetivo de uma superfície:⁽⁹⁾ (A) rugosidade; (B) ondulação; (C) orientação das irregularidades; (D) passo das irregularidades; (E) altura ou amplitude das irregularidades.

Sendo assim, uma técnica de baixo custo bem eficiente para esse tipo de caracterização é a de perfilometria. Ela permite o cálculo da rugosidade da superfície e da espessura de filmes além de possibilitar, via perfilometria tridimensional, uma análise da textura superficial em escala nanométrica e a visualização da topografia da superfície, Figura 2. A espessura do filme é medida avaliando-se a diferença de altura entre o filme e o substrato (degrau), Figura 2b.

A leitura perfilométrica consiste no apalpamento de uma superfície através de um estilete (apalpador) que desloca um sistema de LVDT (Linear Variable Differential Transformer - transformador diferencial linear variável), Figura 2a. Esse deslocamento, transmitido mecanicamente para o sistema LVDT, gera impulsos elétricos que são digitalizados e transmitidos a um computador onde é feita a montagem da imagem e sua posterior análise.

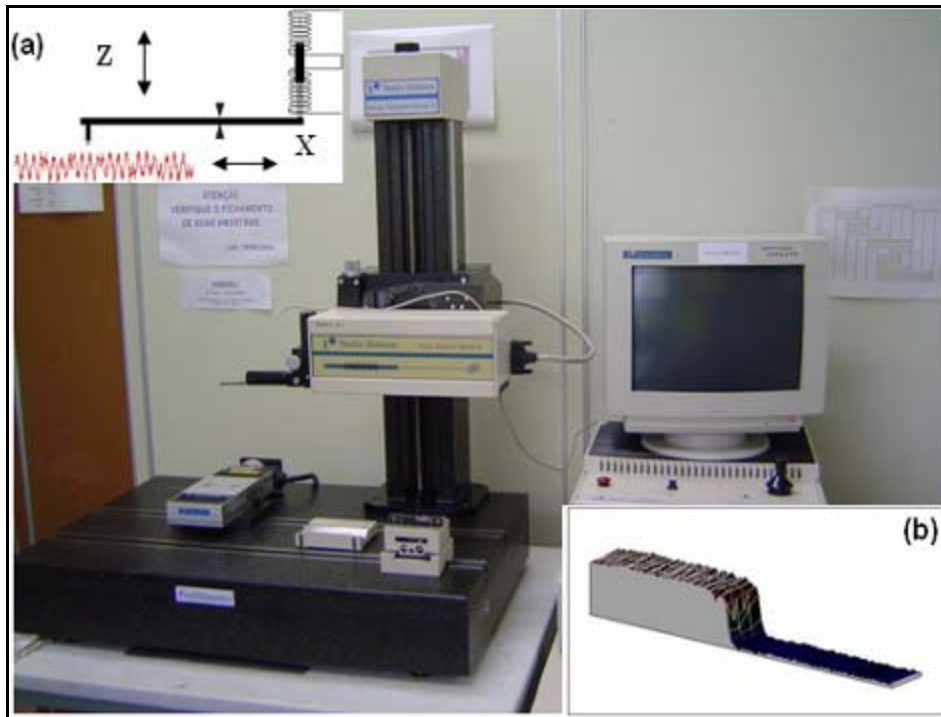


Figura 2. Equipamento para análise de topografia e textura superficial: (a) mecanismo de leitura, (b) Imagem 3D da superfície de um filme de carbono.

A medição da espessura de filmes espessos será também realizada por perfilometria, contudo, primeiramente a superfície da amostra sofrerá um desgaste micro-abrasivo tipo Caloteste de maneira a gerar nessa amostra uma calota de desgaste tanto no filme quanto no substrato. A diferença entre as texturas da superfície de desgaste do filme e do substrato permitirá a avaliação da espessura, Figura 3.

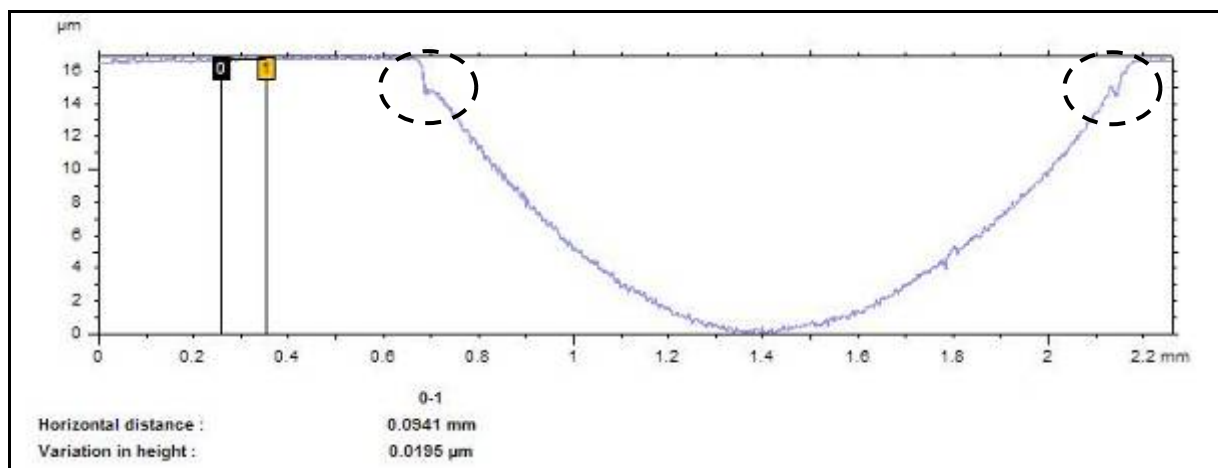


Figura 3. Perfil da calota de desgaste. Em destaque, região onde ocorre a mudança entre as texturas da superfície de desgaste do filme e do substrato.

O ensaio de desgaste micro-abrasivo tipo Caloteste consiste numa micro-abrasão a três corpos: amostra, contra-corpo (esfera) e abrasivo, Figura 4. O desgaste provocado na amostra produzirá calotas esféricas na mesma, calotas que permitirão medir no recobrimento e no substrato valores de diâmetros que serão utilizados para calcular a espessura do filme⁽⁶⁾ (Figura 5A).

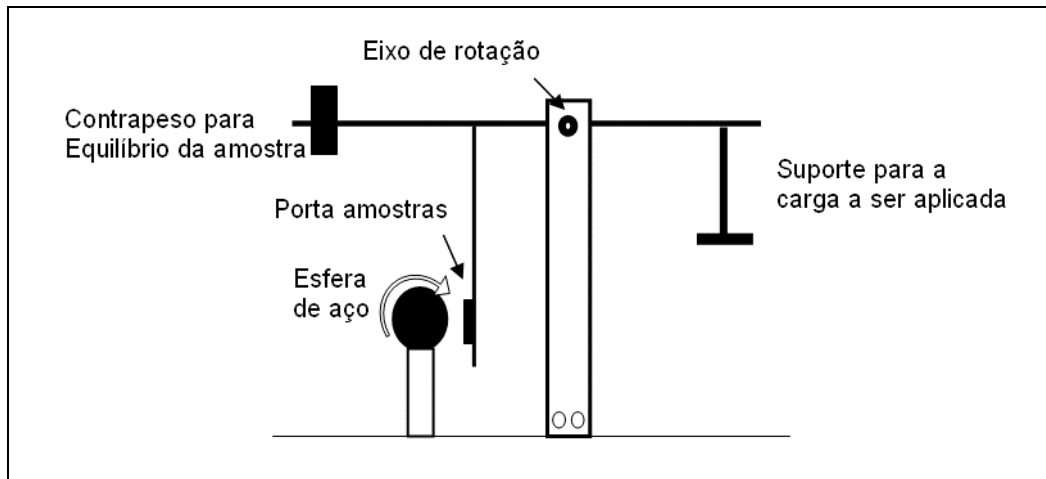


Figura 4. Representação esquemática da dinâmica do ensaio de desgaste micro-abrasivo tipo Caloteste.

Com os valores de diâmetro obtidos, equações matemáticas são usadas para calcular a espessura do filme e o coeficiente de desgaste tanto do recobrimento quanto do substrato.^(5,6) Porém, se essas calotas não tiverem boa definição (círculos perfeitos) ou os filmes forem transparentes, a medição dessas calotas em MO será dificultada, comprometendo a exatidão dos resultados, Figura 5b.

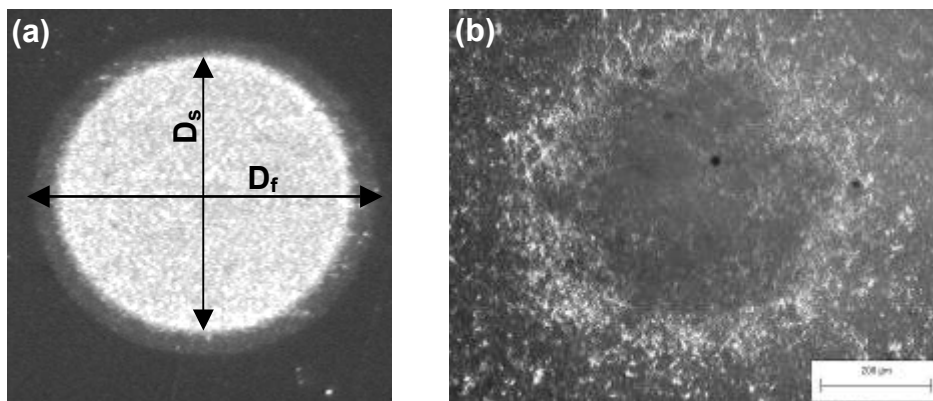


Figura 5. (a) Fotografia de uma calota esférica num filme de carbono, produzida por um desgaste micro-abrasivo tipo Caloteste, onde D_s é o diâmetro da calota no substrato e D_f é o diâmetro da calota no filme. (b) Fotografia de uma "calota" num filme de níquel fósforo também produzida por desgaste tipo Caloteste.

3 RESULTADOS

Utilizando a técnica de deposição física de vapor (*Physical Vapour Deposition – PVD*), filmes finos de silício e de carbono foram gerados pelo processo de evaporação por feixe de elétrons de um alvo de silício (processo *e-beam*) e por pulverização catódica de um alvo de grafite (processo *sputtering*), respectivamente. Ambos os filmes foram depositados sobre substratos de silício e analisados com a técnica de perfilometria bidimensional. Filmes espessos de níquel fósforo (Ni-P) depositados sobre substratos de aço carbono por banho químico foram avaliados com a técnica de Caloteste assistida por perfilometria. Filmes de carbono depositados sobre aço também foram analisados. Os resultados dessas medições estão apresentados na Tabela 1.

Tabela 1. Valores de espessura de filmes obtidos para diversas técnicas de ensaio.

Amostra	Perfilometria ¹	Perfilometria ²	Caloteste	MEV
Carbono	2,13 ± 0,01 μm	2,13 ± 0,02 μm	2,12 ± 0,05 μm	2,14 ± 0,01 μm
Carbono ³	-	2,11 ± 0,03 μm	-	-
Silício	86 ± 5 nm	-	-	-
Ni-P	-	6,21 ± 0,04 μm	6,09 ± 0,71 μm	-

¹ Medida da espessura no degrau; ² Medida da espessura na calota; ³ Medição feita em amostra com calota deformada.

Imagem de MEV do filme de carbono foi gerada para validar a medida da espessura desse filme pela técnica de perfilometria e Caloteste, Figura 6.

Para as amostras que sofreram desgaste, a espessura também foi calculada pela metodologia sugerida pela norma.⁽⁵⁾ Os perfis dos degraus feitos nas amostras de carbono e silício são mostrados na Figura 7. Os perfis das calotas geradas nas amostras de Ni-P são mostradas na Figura 8 e das amostras de carbono, na Figura 9.

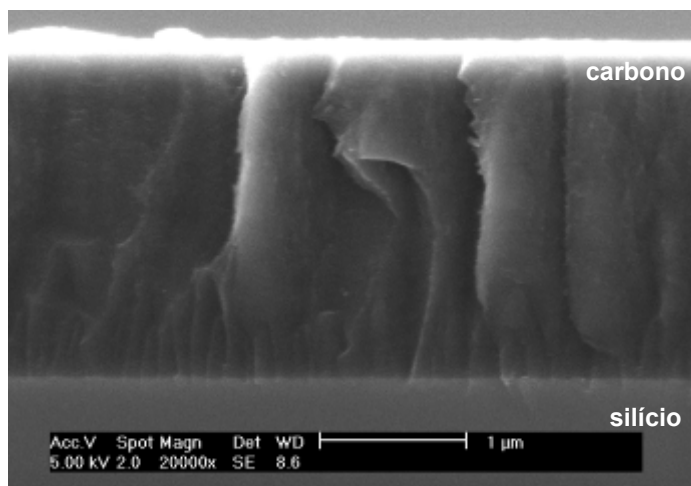


Figura 6. Imagem de MEV da seção transversal do filme de carbono depositado sobre substrato de silício.

4 DISCUSSÃO

Os valores de espessura obtidos com a medição da altura do degrau feito nos filmes de carbono depositados sobre substratos de silício foram similares aos valores medidos nas imagens de MEV da seção transversal do mesmo filme. Isso mostra que, para a criação de um degrau para a realização das medidas de espessura em filmes finos, a utilização de um material cerâmico (nesse caso específico, o nitrato de boro) é muito eficiente. Contudo, se o filme depositado é muito fino (espessuras menores que 100 nm) a visualização do degrau é prejudicada devido à similaridade dos perfis efetivos do filme e do substrato, piorada pela ampliação das irregularidades desses perfis uma vez que a distância entre o ponto mais alto e o ponto mais baixo da imagem foi muito reduzida. Sujeiras na superfície do filme também prejudicam muito essa medida dentro desse contexto.

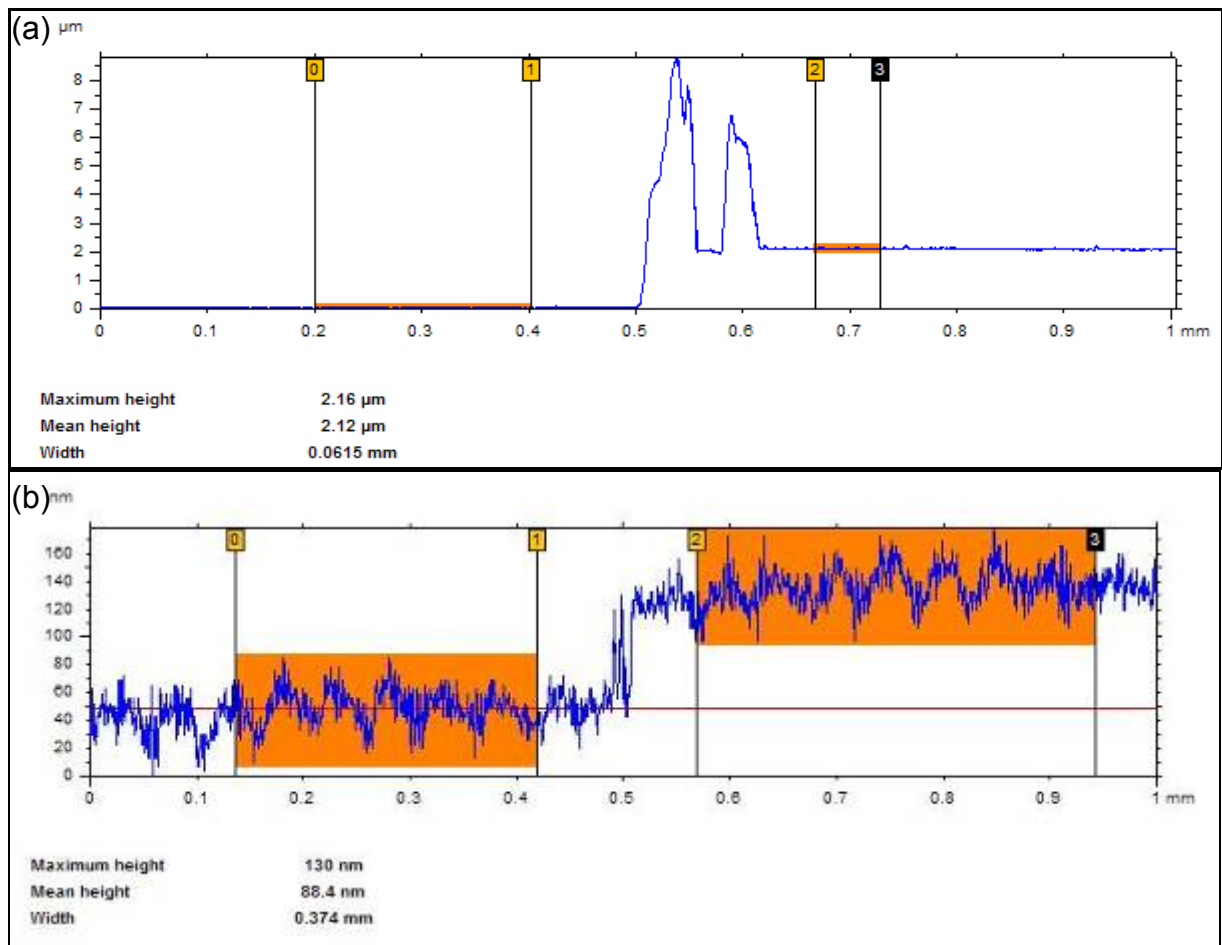


Figura 7. (a) Degrau gerado na superfície do filme de carbono. (b) Degrau gerado na superfície do filme de silício.

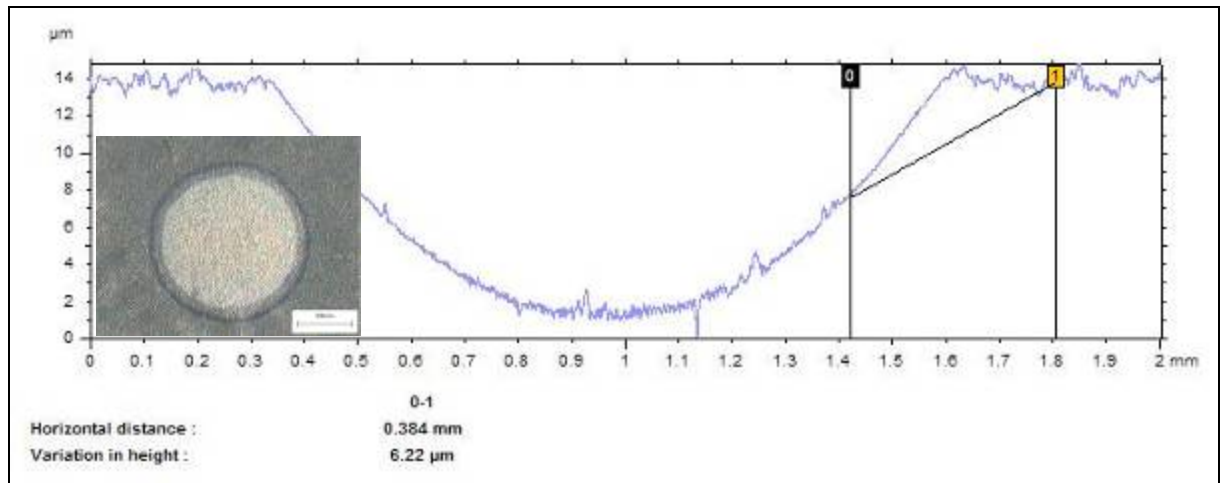


Figura 8. Perfil das calotas geradas nos filmes de Ni-P.

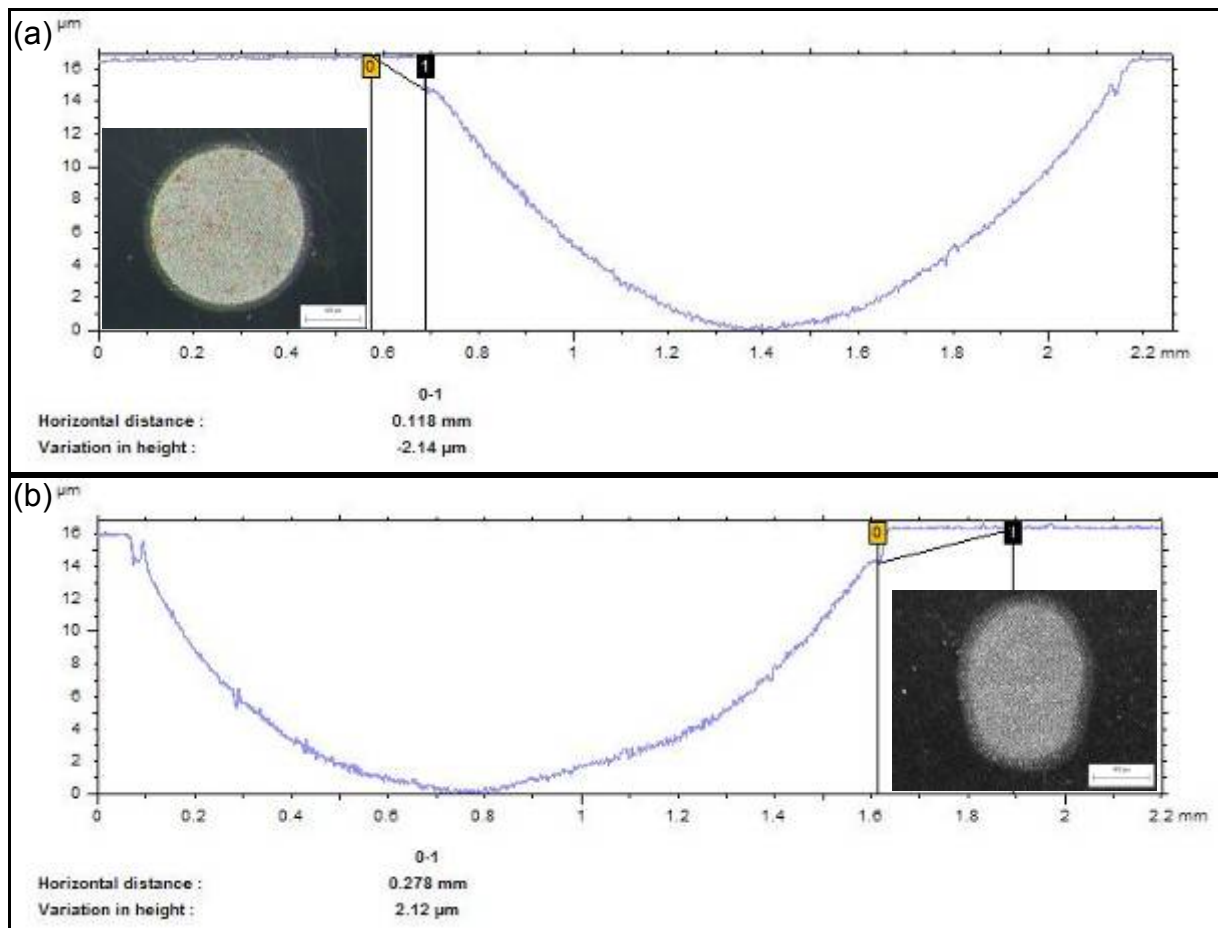


Figura 9. Perfil da calota gerada no conjugado filme de carbono/substrato de aço: (a) para uma calota perfeita e (b) para uma calota deformada. Em destaque, fotos das calotas.

Quanto à utilização de perfilometria para apoiar a metodologia de obtenção da espessura de filmes por Caloteste, a técnica se mostrou eficiente tanto para as calotas ditas perfeitas quanto para as calotas deformadas, Figura 9. Porém, foi observado que o sucesso da técnica de desgaste tipo Caloteste está intimamente associado com a boa aderência do filme ao substrato e com a uniformidade do filme. Se essa condição de aderência não for satisfeita, ao colocar a amostra em condições de ensaio o filme delaminará gerando calotas deformadas, impossibilitando o cálculo da taxa e coeficientes de desgaste. Quanto à topografia do filme, foi observado que recobrimentos depositados por PVD apresentam uma maior uniformidade na espessura do filme, comparativamente aos outros processos (banho químico, por exemplo), e isso facilitou em muito a medição da espessura do filme. Por fim, foi observado também que para filmes com espessuras abaixo de $1\mu\text{m}$ fica difícil de se calcular a espessura dos filmes segundo a norma⁽⁶⁾ porque a observação por MO das calotas de desgaste fica muito prejudicada.

5 CONCLUSÃO

A técnica de perfilometria é viável para a medição de espessura de filmes numa ampla faixa de valores (filmes com espessura acima de 100 nm) se forem atendidas duas condições básicas: boa definição do degrau referência para a medida da espessura e pouca ondulação da superfície do filme. O nitrato de boro se mostrou um bom material para a fabricação desse degrau referência.

A técnica de desgaste micro-abrasivo tipo Caloteste se mostrou eficiente para o cálculo de espessura para filmes com camadas acima de 1 μm , com boa aderência e boa uniformidade da camada de filme. A técnica de perfilometria é eficiente para a medição da espessura em calotas de desgaste perfeitas e em calotas ditas deformadas.

Agradecimentos

Os autores agradecem à colaboração dos pesquisadores do Setor de Tecnologia Metalúrgica do CETEC, do Grupo de Materiais e Engenharia de Superfície da Universidade de Coimbra e ao apoio financeiro da FAPEMIG.

REFERÊNCIAS

- 1 SILVA, I.F. Estudo da emissão acústica e corrente de motor para avaliação de desempenho de brocas revestidas. In: SEMINÁRIO REDEMAT, 2003, Ouro Preto. Anais... Ouro Preto: REDEMAT, 2003.
- 2 MOURA E SILVA, C.W.; BRANCO, J.R.T.; CAVALEIRO, A. influência do hidrogênio nas propriedades dos filmes de DLC com tungstênio incorporado. In: 17º CONGRESSO BRASILEIRO DE ENGENHARIA E CIÊNCIA DOS MATERIAIS, 2006, Foz do Iguaçu. Anais... Foz do Iguaçu: CBECiMat, 2006.
- 3 NEIVA, E.G.; MOURA E SILVA, C.W.; SADE, W.; BRANCO, J.R.T. Avaliação das propriedades mecânicas e tribológicas de recobrimentos químicos de Ni-P e Ni-P/ Al_2O_3 . In: 17º CONGRESSO BRASILEIRO DE ENGENHARIA E CIÊNCIA DOS MATERIAIS, 2006, Foz do Iguaçu. Anais... Foz do Iguaçu: CBECiMat, 2006.
- 4 HUTCHINGS, I.M. Tribology: friction and wear of engineering materials, 1992.
- 5 EUROPEAN COMMITTEE FOR STANDARDIZATION, prENV 1071-6:2001. Advanced technical ceramics — Methods of test for ceramic coatings — Part 6: Determination of the abrasion resistance of coatings by a microabrasion wear test, Junho de 2001.
- 6 EUROPEAN COMMITTEE FOR STANDARDIZATION, prEN 1071-2:2002. European Standard, Advanced technical ceramics – Methods of test for ceramic coatings – Part 2: Determination of coating thickness by the crater grinding method, Maio de 2002.
- 7 EUROPEAN COMMITTEE FOR STANDARDIZATION, prEN 1071-1:2002. Advanced technical ceramics - Methods of test for ceramic coatings - Part 1: Determination of coating thickness by contact probe profilometer, Agosto de 2002.
- 8 EUROPEAN COMMITTEE FOR STANDARDIZATION, prCEN/TS 1071-10:2002. Advanced technical ceramics — Methods of test for ceramic coatings — Part 10: Determination of coating thickness by cross sectioning, Novembro de 2002.
- 9 Metrologia: Aula 18 – Rugosidade. Telecurso 2000, Cursos Profissionalizantes. Disponível em:
<http://antiga.bibvirt.futuro.usp.br/textos/tem_outros/cursprofissionalizante/tc2000/metrologia/aula18.pdf> Acesso em: 21 jan. 2007.