



MINISTÉRIO DA CIÊNCIA E TECNOLOGIA
INSTITUTO NACIONAL DE PESQUISAS ESPACIAIS

INPE-7240-PRE/3144

RELATÓRIO CIENTÍFICO PARA A FAPESP

Mário Ueda

Participação na “International Conference on Ion Beam Analysis,
IBA – 14”, combined with “European Conference on Accelerators in Applied Research
and Technology, ECAART– 6.”

INPE
São José dos Campos
1999



MINISTÉRIO DA CIÊNCIA E TECNOLOGIA
INSTITUTO NACIONAL DE PESQUISAS ESPACIAIS

INPE-7240-PRE/3144

RELATÓRIO CIENTÍFICO PARA A FAPESP

Mário Ueda

Participação na “ International Conference on Ion Beam Analysis,
IBA – 14”, combined with “European Conference on Accelerators in Applied Research
and Technology, ECAART– 6.”

INPE
São José dos Campos
1999

MINISTÉRIO DA CIÊNCIA E TECNOLOGIA
INSTITUTO NACIONAL DE PESQUISAS ESPACIAIS

INPE-7240-PRE/3144

RELATÓRIO CIENTÍFICO PARA A FAPESP

Mário Ueda

Participação na “International Conference on Ion Beam Analysis,
IBA – 14”, combined with “European Conference on Accelerators in Applied Research
and Technology, ECAART- 6.”

INPE
São José dos Campos
1999

MINISTÉRIO DA CIÊNCIA E TECNOLOGIA
INSTITUTO NACIONAL DE PESQUISAS ESPACIAIS

RELATÓRIO CIENTÍFICO PARA FAPESP

Dr. Mário Ueda

Participação nas conferências:

***“International Conference on Ion Beam
Analysis, IBA -14”***

e

***“European Conference on Accelerators in Applied
Research and Technology, ECAART-6”***

(Rossendorf, Dresden – Alemanha)

**INPE
São José dos Campos
Setembro de 1999**

RELATÓRIO CIENTÍFICO PARA FAPESP

Processo: 99/04595-0

Data de elaboração do relatório: 9/9/99

Projeto: Auxílio para participação na conferência "*International Conference on Ion Beam Analysis IBA-14*" combined with "*European Conference on Accelerators in Applied Research and Technology ECAART-6*", realizada em Dresden, Alemanha e visitas científicas ao Institute of Ion Beam Physics and Materials Research (IBPMR), Forschungszentrum Rossendorf e à companhia GBS Elektronik, ambos localizados em Rossendorf, Dresden.

Período: 26/7/99 a 11/8/99

Autor/outorgado: MARIO UEDA

Endereço: Laboratório Associado de Plasma (LAP)

Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais (INPE)

Caixa Postal 515

12227-010- São José dos Campos, S.Paulo

Atividades Realizadas e Resultados Principais

1A - Participação na conferência “International Conference on Ion Beam Analysis (IBA)-14 combined with European Conference on Accelerators in Applied Research and Technology (ECAART)-6, Dresden, Alemanha

A conferência internacional sobre “*Ion Beam Analysis (IBA)*” é uma conferência já consolidada e reconhecida mundialmente e nesta 14ª vez da sua realização foi combinada com a “*European Conference on Accelerators in Applied Research and Technology ECAART*”, que transcorreu pela 6ª vez. A próxima conferência do IBA será realizada na Austrália em 2001 e a ECAART no Reino Unido, no mesmo ano.

O IBA-14/ECAART-6 contou com a participação de cerca de 350 pesquisadores de todo o mundo, com apresentações de 20 trabalhos convidados, 72 orais e cerca de 300 posters. Estas apresentações foram divididas em palestras convidadas (40 min), orais (20 min) e posters que foram expostas por 2 dias e tiveram de ser discutidos com os autores por 2:30h.

A ênfase da conferência foi, obviamente, na área de análise de superfícies por feixe de íons. A seguir, em termos de números de trabalhos apresentados, vieram aquelas sobre implantação iônica, microfioses, deposição de filmes assistidos por feixe, aplicações de feixes em áreas diversas como estudos de autenticidade de objetos de arte, tratamento de tumores, medidas de poluições, caracterização da atmosfera de Marte, etc.

Dentro da nossa área específica de Implantação Iônica por Imersão em Plasma (IIP), pudemos assistir à 2 apresentações orais: - a primeira O 03-1, “*Analysis of the Crystalline Quality and Hydrogen Content in SMART-CUT Silicon*” por M.B.Breese (UK), que descreveu resultados obtidos com Si processado pelo método IIP, resultando na clivagem de “wafer” e obtenção de camadas finíssimas de Si a custo muito baixo; - a segunda, O 08-1, tratou da produção e análise de superfícies com nanoporos por IIP em diversos tipos de materiais. Intitulado “*IBA of Nanoporous Surfaces Produced by He-Implantation and Oxidized by Plasma-Immersion Ion-Implantation*”, foi apresentado por A.Markowitz (New Zealand). Um outro trabalho, oralmente apresentado por S.Parascadola (Germany), discutiu assuntos muito próximos da nossa pesquisa em IIP, sob o título “*Influence of Temperature, Dose Rate and Oxygen Partial Pressure on the Ion Nitriding of Aluminum*” sob o número O 013-2.

Durante as duas sessões de posters, nos quais cerca de 300 trabalhos foram apresentados, participamos com 3 posters da área de IIP (serão discutidos adiante). Além disso, foram apresentados:

- *"Plasma-Based Implantation and Analysis of Silicon"* by K.A.Meyer et al (South Africa), P1-42.
- *"Trench Homogeneity in Plasma Immersion Ion Implantation"* by P.Huber et al (Augsburg, Germany), P2-35.
- *"Diffusion Study of Plasma Ion Implantation of H in Silicon"* by T.Som (India), P2-48.

Estes trabalhos, embora fossem de bom nível, tratavam essencialmente de técnicas muito específicas de análises dos substratos processados por IIP. Por isso, não pudemos entrar nos detalhes do processamento IIP em si com os autores.

Muito relacionado com os nossos resultados em IIP foi o poster P2-54 *"Ion Nitriding of Aluminum-Experimental Investigation of the Thermal Transport"* by T.Telbizova et al (Dresden, Germany), onde estudos sobre a difusão de nitrogênio no Al foi realizado sob condições muito controladas de temperatura e usando isótopos de nitrogênio ^{14}N e ^{15}N , para facilitar análise posterior da difusão destes elementos. No caso do Poster P2-80 *"Real-Time in Situ ERDA Diagnostics of Surface Processes Governing the Ion Nitriding of Stainless Steel"* by S.Parascandola et al (Dresden, Germany), as discussões decorrentes com o autor principal já resultaram em possibilidades de trabalho conjunto, pois o código usado por ele, TRIDYN (TRIM dinâmico), poderia ser aplicado aos nossos resultados imediatamente.

Outros trabalhos em formato de posters foram visitados, em particular os relacionados com Si poroso e Si implantado com Érbio, etc, para fins de aplicações em emissões PL (Photoluminescence). Isto porque estamos iniciando experimento deste tipo no INPE e há uma necessidade de se coletar dados atualizados nesta área. Tivemos a oportunidade de conversar com o Dr. F. Paszti (Hungary) que é uma autoridade em silício poroso, e obtivemos informações bastante recentes sobre este assunto.

Muitas apresentações de trabalhos convidados foram extremamente interessantes e educativas. *"Plasma Physics with Intense Laser and Ion Beams"* by Dr. H.H.Hoffman (Germany), descreveu o estado de arte da área, incluindo a discussão sobre possibilidades de construção de reator de fusão à base de feixe de ions pesados. *"Microbeam Analysis of Semiconductor Devices and Processes"*, ministrado por Dr.M.Takai (Japan), discutiu sobre a microanálise local de dispositivos miniaturizados e úteis na microeletrônica atual. O Dr.S.Machi (IAEA-Áustria) descreveu as diversas aplicações de aceleradores (em particular produzindo feixe

de elétrons de alta potência) na área de controle de poluição sob o título *“Application of Accelerators for Radiation Processing and Environmental Protection”*.

Duas palestras convidadas ficaram memorizadas devido ao alto nível das apresentações e conteúdos interessantes: *“Expanding Frontiers of Neutron Scattering ”* by A.D.Taylor (UK) e *“Heavy Ion Tumor Therapy ”* by M.Schloz (Germany).

No geral, trabalhos de alto nível foram apresentados nesta conferência e foram coletadas várias informações críticas para o progresso do nosso experimento no LAP/INPE, versando sobre implantação iônica, em particular processamento IIP.

1B - Sobre a apresentação dos nossos trabalhos

Os nossos trabalhos foram apresentados na forma de posters:

- *“Analysis of X-ray Rocking curves in (100) Silicon Crystals Implanted with Nitrogen by Plasma Immersion Ion Implantation”*, by Abramof et al, P1-38.
- *“Plasma Immersion Ion Implantation Using a Glow Discharge Source with Controlled Plasma Potential”*, by M.Ueda et al, P1-45.
- *“Plasma Immersion Ion Implantation of Nitrogen into Austenitic Stainless Steel at Low Plasma Potential and Sputtering Rates”*, by G.F.Gomes et al, P1-47.

Eles ficaram expostos por 2 dias e durante a apresentação de 2:30 horas tivemos a oportunidade de apresentá-los e discutir os nossos resultados com cerca de 15 pesquisadores da área. Em particular, foram importantes as discussões com: Dr.R.Gunzel (Rossendorf, Germany), Prof.F.C.Zawislak (UFRGS, Brazil), Dr. S.Parascandola (Rossendorf, Germany), Msc. T.Telbizova (Rossendorf, Germany), S.Mikhailov (Switzerland), T.Kimura (Japan), e Dr. J.F.D.Chubaci (USP, Brazil).

As discussões (mais de 1 hora) com o Dr.Gunzel foram muito proveitosas, pois ele é, atualmente, um dos pesquisadores mais importantes do mundo nesta área de IIP. Coloquei-o a par das nossas atividades na área, mostrando os nossos resultados através dos posters em exposição. A partir daí discutimos a possibilidade da realização de experimento de implantação IIP de Si com nitrogênio ou outros átomos no dispositivo de Rossendorf. Analisando-se os resultados de simulações de raio-X de alta resolução com “rocking curves” cheios de batimentos obtidos para uma penetração de nitrogênio de cerca de 300nm em silício, chegamos à conclusão precipitada de que não seria possível obter tal profundidade de implantação com o dispositivo de Rossendorf, que chega até 40 keV. E, assim, o experimento proposto foi abortado. Mais tarde se verificou, pelas

medidas Auger de Si implantado com nitrogênio a 10 keV usando o nosso implantador IIP do INPE, que a penetração tinha sido de cerca de 90nm. Conseqüentemente, teria sido fácil atingir profundidades de 100-300nm com o implantador do Dr.Gunzel. Este fato será novamente discutido no relatório, na parte referente à visita ao Instituto IBPMR.

Com ele discutimos também sobre os seus (do Dr.Gunzel) resultados recentes de implantação IIP de aços, nos quais têm sido obtidos profundidades de implantações de nitrogênio acima de 10 μ m. Na realidade, esta excelente performance é devida à difusão do nitrogênio implantado graças à temperaturas de cerca de 400°C, resultante dos pulsos de alta tensão com alta taxa de repetição (>1kHz). São necessários cerca de 10 horas de processamento IIP para atingir estes resultados no dispositivo do Dr.Gunzel.

Entretanto, este tratamento tão profundo implica na remoção de Cr das camadas rentes à superfície, o que fragiliza o aço contra a sua corrosão. O ideal, segundo ele, parece ser tratamentos que resultam em poucos microns de profundidade, os quais podem ser obtidos em tempos bem menores. É o que se verifica nos nossos tratamentos recentes de aço inox por nitrogênio com sistema IIP do INPE.

Outros assuntos sobre IIP de interesse comum foram discutidos com o Dr.Gunzel, os quais serão relatados posteriormente.

As discussões com o Dr.Parascandola, especialista em difusão de elementos em tratamentos de superfícies por feixe de íons, poderão já resultar em trabalhos de cooperação sobre a dinâmica da difusão de nitrogênio em Al, SS 304 e no Si.

O Dr. Chubaci reconheceu a importância do nosso trabalho e também nos acenou com possibilidades de medidas conjuntas das superfícies tratadas, pois, ele atua na área de IBAD (Ion Beam Assisted Deposition) na USP e, também, na área de análise de superfícies.

O Dr.Mikhailov ofereceu serviços de análise de superfície para materiais tratados por IIP no seu laboratório do Ion Beam Analysis Center, na Suíça, do qual é diretor. Embora não tenha ficado claro se isto seria gratuito ou não, deveremos brevemente entrar em contato com ele para levar adiante este propósito.

O Prof. Zawislak confirmou a importância do processamento IIP quando da aplicação de implantação iônica em escala industrial. Como é sabido, ele é autoridade mundial na área de implantação iônica tradicional usando aceleradores, e a sua vista aos nossos posters foi recebida com muita honra.

Também tivemos a oportunidade de apresentar os nossos trabalhos para outros pesquisadores interessados no processo IIP como Dr.Ramos (Mexico), no processo de “etching”,

afetando a implantação como Dr.N.Q.Khan (Hungary), no processo de difusão durante a implantação IIP em aço e Alumínio como Msc. Telbizova (Germany) e nos resultados de raio-X de alta resolução como Dr.T.Eichhorn (Germany).

Enfim, pudemos disseminar os nossos resultados satisfatoriamente, colhemos muitas informações relevantes para o progresso do nosso experimento IIP e se abriram muitas oportunidades de cooperação internacional (e nacional!) na área da nossa atuação.

Finalmente, submetemos os 3 artigos completos (correspondentes aos 3 posters apresentados) para publicação na revista *Nuclear Instruments and Methods B* e também atuamos como “referee” do artigo correspondente ao poster P1-042, sobre implantação IIP em Si.

2 - Trabalhos realizados no Forschungszentrum Rossendorf, Institute of Ion Beam Physics and Materials Research (IBPMR), Rossendorf, Germany

Como esta foi a nossa segunda visita ao IBPMR em Rossendorf, O Dr.H.Reuther (“host scientist”) me levou diretamente ao seu novo laboratório de análise de superfície por Auger Electron Spectroscopy (AES), no dia 2 de agosto, dispensando a visita a outras dependências do Instituto. Discutimos, então, imediatamente sobre as amostras implantadas por IIP no INPE, e programamos a sequência de análises de 12 amostras de diferentes materiais. Só para referência, em um laboratório brasileiro, o custo de análise similar chega a US\$2.000 por amostra. Portanto, no total, este serviço teria nos custado cerca de US\$24.000. Em função de ser este um trabalho de cooperação, o Dr.Reuther, junto com a técnica Mrs. Quaritsch, realizou as medidas inteiramente sem ônus para nós. Foram realizadas medidas AES consecutivas, durante 3 dias integralmente dedicadas às nossas amostras, apesar de uma grande quantidade de amostras em fila. Isto demonstrou claramente o grande interesse do Dr. Reuther de dar continuidade a nossos trabalhos de cooperação.

A marca do sistema Auger/XPS do Dr.Reuther é:

FISONS Instruments

Modelo: MicroLab 310-F

Ele possui alta resolução em energia, o que nos permitiu através de AES realizar identificações e medidas de perfis de compostos como SiO₂, Si₃N₄, além de medidas básicas de perfis de concentração atômica de átomos implantados por IIP. O sistema XPS (X-ray Photoelectron

Spectroscopy), neste dispositivo fornece somente informações superficiais e não permite medidas com “depth profiling”. Portanto, ele não foi acionado para análise das nossas amostras.

Na fotografia da Fig.1, mostramos o dispositivo MicroLab 310-F. A pressão de base neste sistema é de 5×10^{-9} Torr e a pressão de operação durante o “depth profiling” é de 7×10^{-7} Torr. O “sputtering” é feito com feixe de argônio de 3 keV e elétrons de energias de até 2.5 keV são tipicamente usados na análise da superfície exposta.

Os resultados obtidos estão resumidos abaixo:

- 1- Medidas AES de 12 amostras incluindo Al (x 1), Si (x 7), SS 304 (x 2), tratadas por processamento IIP e 2 por processo à plasma do tipo theta-pinch (UNICAMP).
- 2- Medidas de perfis de concentração de nitrogênio implantado em substrato de Si (100) por implantação IIP. Na Fig.2 mostramos o perfil para o caso com tratamento a 12kV, 100 μ s de duração de pulso, a 670Hz, com o período de exposição de 15 min. A dose retida neste caso foi de cerca de 5×10^{17} cm⁻², o que permitiu a formação de nitreto de silício Si₃N₄ que foi identificado através do deslocamento em energia dos elétrons Auger próximo ao do Si.
- 3- A dose retida nas implantações com doses baixas crescem com o tempo de exposição, mas para aquelas com exposições acima de 30 min ocorre a sua saturação, provavelmente devido a efeitos de sputtering.
- 4- A penetração de nitrogênio no Si foi bem maior que o range de cerca de 15 nm (N₂⁺ com 12 kV), excedendo 90nm, certamente devido à difusão do nitrogênio no substrato, pois a temperatura do Si deve ter atingido cerca de 350°C.
- 5- O controle do potencial de plasma ϕ_p havia permitido anteriormente a implantação de boa qualidade em Si e foi confirmado em amostras de SS 304 (1.5×10^{17} cm⁻²) quando estas amostras ficaram expostas a pulsos de 12 kV, 5 μ s de duração, 20Hz e com tempo de irradiação de cerca de 1500 min em plasmas com $\phi_p < 70V$. Entretanto, no caso do Al, a formação de uma espessa camada de Al₂O₃ impediu uma boa retenção de nitrogênio (foi observada somente cerca de 10% de concentração atômica), e a dose retida se estabilizou em 5×10^{16} cm⁻². Portanto, a redução de potencial de plasma não melhorou o tratamento IIP de Al 5040.
- 6- O aço inox SS 304 foi sujeito às altas temperaturas: pulsos com 12 kV, 100 μ s de duração, 670 Hz e até 60 min de exposição. Os resultados de análise AES indicam que ocorreram implantações de nitrogênio com doses retidas acima de 5×10^{18} cm⁻². A profundidade de implantação obtida com irradiações de 12 min foi superior a 180nm e naquelas amostras com irradiações de 60 min foi maior que 1 μ m. Este efeito de penetrações 10 vezes maior que o “range” no primeiro caso e 100 vezes maior no segundo é decididamente devido à difusão de

resultados das nossas simulações, que não incluíam efeitos térmicos, concluímos da necessidade de íons de energias bem superiores à disponíveis no laboratório do Dr.Gunzel. Ademais, o pesquisador pos-doc que iria me acompanhar no experimento havia se desentendido com o Dr.Gunzel uma semana antes da minha visita e deixado o grupo. O seu laboratório estava sendo também remodelado e a maioria do pessoal do grupo estava de férias (incluindo o próprio Dr.Gunzel). Isto tudo acabou impedindo a realização do experimento durante a minha visita ao instituto.

Entretanto, após a conferência dos nossos resultados de AES dos silícios implantados com nitrogênio, cheguei à conclusão de que valeria a pena tentar realizar tal experimento. Pois, descobrimos que a penetração do nitrogênio (por implante/difusão) em Si superava de 4 a 5 vezes a distância esperada por efeitos balísticos, quando pulsos de altíssimas frequências eram utilizadas. Desta forma, foram deixadas amostras preparadas de Si para serem implantadas pelo Dr.Gunzel nos meses vindouros. O recozimento de tais amostras deverá revelar resultados ainda mais interessantes, de acordo com a literatura encontrada recentemente.

O Dr.Gunzel também se mostrou bastante receptivo quanto à nossa idéia de nos visitar no ano que vem para realizarmos experimentos conjuntos no INPE. Esta visita seria essencial para um salto da qualidade dos nossos experimentos em IIP, e deveremos submeter esta proposta, em breve, à FAPESP.

5 - Coleta de material bibliográfico

Foi realizado um intenso esforço em coletar a máxima quantidade bibliográfica sobre implantação IIP na biblioteca do IBPMR e no laboratório de feixes daquele instituto. Isto resultou em centenas de xerox de artigos recentíssimos cujo peso excedeu 10kg. No Brasil carecemos, em particular no INPE e CTA, de fontes para atualizações bibliográficas, o que dificulta demasiadamente o progresso dos experimentos em áreas de ponta. As tentativas da FAPESP de preencher estas lacunas, possibilitando bibliografias por meios eletrônicos, poderão sanar parcialmente esta deficiência.

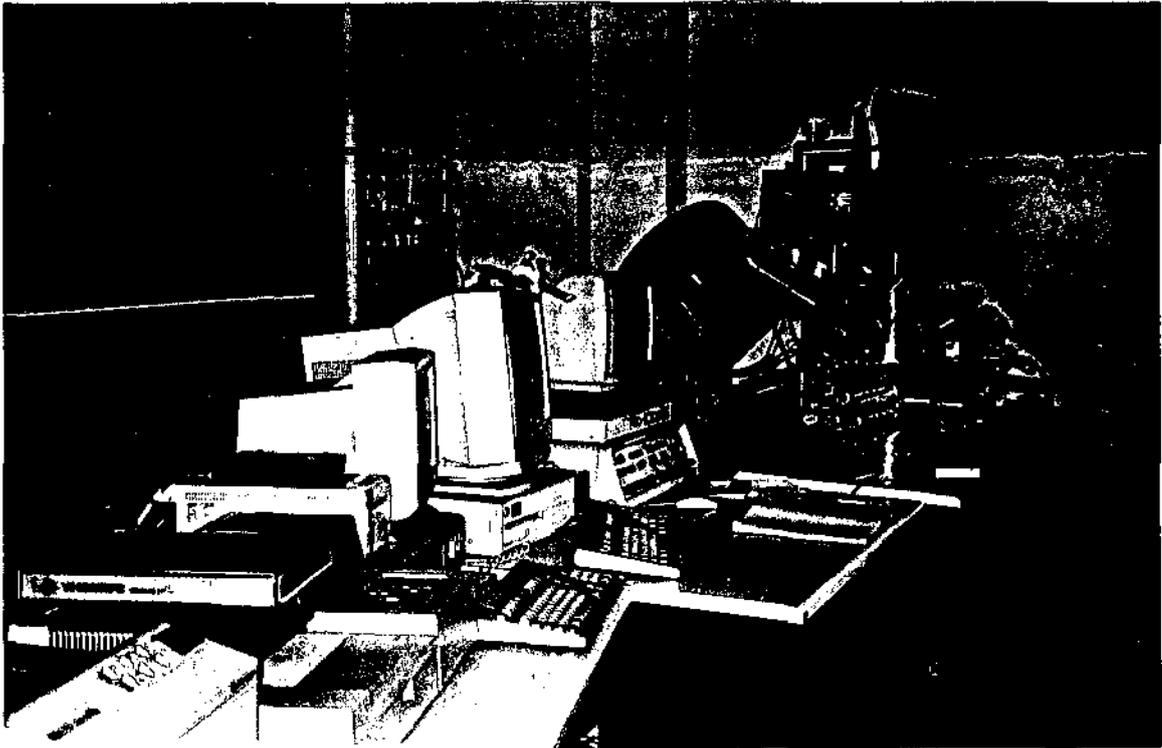


FIG. 1

AUGER PROFILE Si KL1 C:\UEDA.COL\890802D\PK_AREA 02-08-1999
 Depth Profile
 LABEL Fisons Surface Science

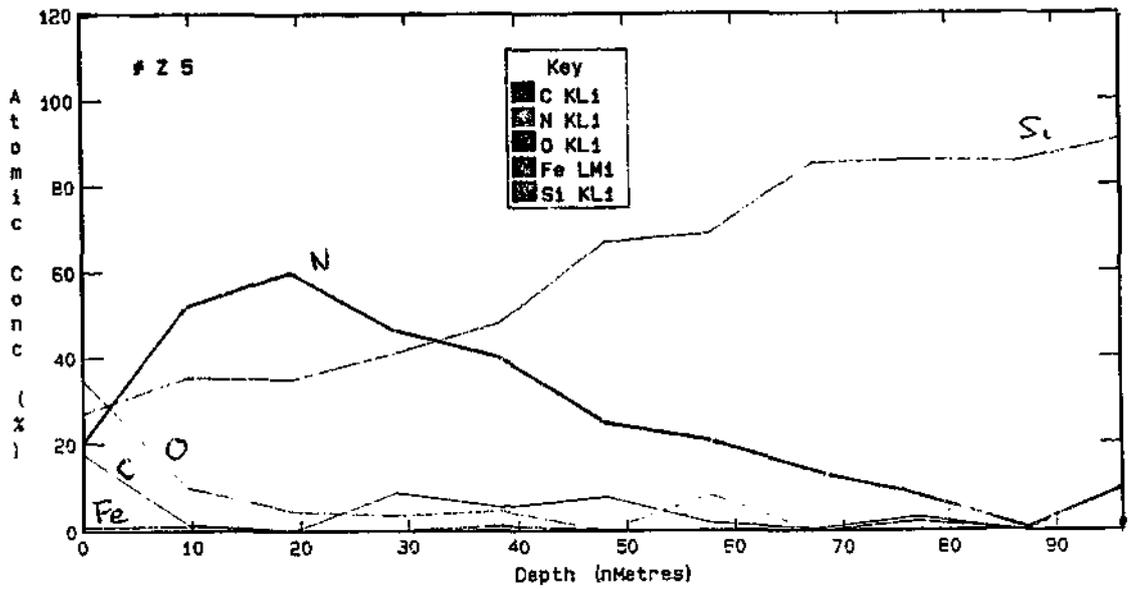
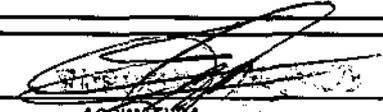
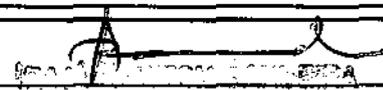


FIG. 2



AUTORIZAÇÃO PARA PUBLICAÇÃO

TÍTULO					
Participação na conferência "International Conference on Ion Beam Analysis (IBA)-14 combined with "European Conference on Accelerators in Applied Research and Technology (ECAART)-6"					
AUTOR					
MARIO UEDA					
TRADUTOR					
EDITOR					
ORIGEM LAP	PROJETO TECPLA	SÉRIE --	Nº DE PÁGINAS 10	Nº DE FOTOS --	Nº DE MAPAS - 59
TIPO					
<input type="checkbox"/> RPQ	<input checked="" type="checkbox"/> PRE	<input type="checkbox"/> NTC	<input type="checkbox"/> PRP	<input type="checkbox"/> MAN	<input type="checkbox"/> PUD
<input type="checkbox"/> TAE					
DIVULGAÇÃO					
<input checked="" type="checkbox"/> EXTERNA	<input type="checkbox"/> INTERNA	<input type="checkbox"/> RESERVADA	<input type="checkbox"/> LISTA DE DISTRIBUIÇÃO ANEXA		
PERIÓDICO/EVENTO					
Relatório Científico para FAPESP por ocasião da participação nos eventos acima mencionados no período de 26 a 30/07/1999					
CONVÊNIO					
FAPESP					
AUTORIZAÇÃO PRELIMINAR					
13/09/99					
REVISÃO TÉCNICA					
<input type="checkbox"/> SOLICITADA	<input checked="" type="checkbox"/> DISPENSADA				
ASSINATURA					
RECEBIDA ___/___/___	DEVOLVIDA ___/___/___				
ASSINATURA DO REVISOR					
REVISÃO DE LINGUAGEM					
<input type="checkbox"/> SOLICITADA	<input checked="" type="checkbox"/> DISPENSADA				
ASSINATURA					
Nº ___					
RECEBIDA ___/___/___	DEVOLVIDA ___/___/___				
ASSINATURA DO REVISOR					
PROCESSAMENTO/DATILOGRAFIA					
RECEBIDA ___/___/___	DEVOLVIDA ___/___/___				
ASSINATURA					
REVISÃO TIPOGRÁFICA					
RECEBIDA ___/___/___	DEVOLVIDA ___/___/___				
ASSINATURA					
AUTORIZAÇÃO FINAL					
13/09/99					
ASSINATURA					
PALAVRAS-CHAVE					
IMPLANTAÇÃO IÔNICA / PLASMA / TRATAMENTO SUPERFICIAL					