

## A MICROESTRUTURA DE FILMES FINOS DE ALUMÍNIO TRATADOS TERMICAMENTE

Nildemar A. Ferreira, Waldemar A. Monteiro - Departamento de Metalurgia Nuclear, IPEN-CNEN/SP

Este trabalho visou o acompanhamento da evolução do tamanho de grão de filmes finos de alumínio de alta pureza por meio de um microscópio eletrônico de transmissão (JEOL-JEM 200 C) que possui estágio quente propiciando a realização de tratamentos térmicos e observações microestruturais simultaneamente.

O processo de produção do filme fino é muito importante; para tanto devemos procurar produzi-lo de tal forma que não haja inicialmente uma textura preferencial dos grãos formados, além disso devemos ter o substrato de deposição do filme fino à temperatura ambiente, obtendo como consequência um elevado refino de grão (tamanho de grão da ordem de 50 80nm). Devemos ter, também, durante a deposição do filme fino sobre o substrato ( $\text{NaCl}$ ), um vácuo da ordem de  $10^{-5}$  torr. O filme fino de alumínio obtido, após a dissolução do substrato em água, é colocado sobre telas de cobre e deixando secar em dissecador; nesta condição, o filme é levado ao estágio quente do microscópio eletrônico de transmissão onde se faz o acompanhamento microestrutural dos filmes finos de alumínio durante aquecimento dos mesmos desde a temperatura ambiente até  $500^{\circ}\text{C}$ .

Além do acompanhamento da evolução microestrutural, foram realizados padrões de difração de área selecionada dos filmes finos que sofreram aquecimento. (A mesma abertura de área selecionada foi utilizada durante todo o estudo).

A figura 1 nos mostra a micrografia eletrônica com o seu respectivo padrão de difração do filme fino de alumínio produzido inicialmente; nota-se pela microestrutura observada e pelo seu diagrama de difração a distribuição ao acaso dos grãos produzidos (tamanho médio dos grãos = 85nm).

A elevação da temperatura do filme fino de alumínio até  $100^{\circ}\text{C}$ , traz como consequência um crescimento aleatório dos grãos como pode ser constatado pela figura 2, onde podemos ver um grande número de grãos em contraste enquanto que o padrão de difração começa a apresentar os anéis com pontos discretos indicando, já um início de preferência dos mesmos por algumas direções de crescimento (tamanho de grão=200nm).

Quando a temperatura do filme fino atinge  $300^{\circ}\text{C}$ , já se pode notar crescimento preferencial de grãos, o que pode ser constatado por meio da microestrutura e do diagrama de difração da figura 3. (tamanho médio de grão = 300nm).

A figura 4 apresenta o filme fino de alumínio em temperatura de 350°C, onde se constata um maior crescimento preferencial de certos grãos e em algumas regiões já se nota a sobreposição de grãos devido ao crescimento de um deles sobre o outro (tamanho médio de grão = 335nm).

O padrão de difração do filme fino de alumínio a temperatura de 400°C nos mostra (figura 5) variações na distribuição dos grãos com relação a sua orientação cristalográfica de crescimento (tamanho médio de grão = 535nm).

Em temperaturas mais elevadas, observou-se um crescimento acentuado dos grãos tal que a evolução microestrutural é muito rápida dificultando a obtenção de imagens estáveis. Além disso, começa a se acentuar a contaminação do filme fino com formação de óxidos.

A figura 6 mostra a microestrutura do filme fino após recozimento a 420°C, os grãos são da mesma ordem de grandeza aos grãos da microestrutura de chapas de alumínio obtidas por processos termomecânicos convencionais (tamanho médio de grão = 1000nm).

A figura 7 apresenta a evolução do filme fino de alumínio a temperatura de 450°C; os grãos crescem muito rápido e provocam instabilidade no filme dificultando uma melhor observação do mesmo, o padrão de difração fica cada vez mais semelhante ao padrão de pontos (tamanho médio de grão = 2µm). Finalmente a figura 8 mostra a temperatura mais elevada do filme fino, 500°C (tamanho médio de grão = 3µm). Acima desta temperatura ocorrem oxidações que invalidam o prosseguimento do aumento de temperatura do filme fino.

Estudos de tratamentos térmicos de filmes finos onde se pode acompanhar a evolução da microestrutura facilitam o entendimento de possíveis alterações que podem sofrer camadas finas de filmes que são depositadas sobre materiais com função protetora e que por processos de aquecimento levam a uma quebra destas propriedades devido a alterações de tamanho de grão (diminuição da resistência mecânica e a corrosão).

(Observação: A barra em cada micrografia eletrônica representa 1 µm).



