



República Federativa do Brasil  
Ministério do Desenvolvimento, Indústria  
e do Comércio Exterior  
Instituto Nacional da Propriedade Industrial.

(21) **PI 1004593-7 A2**

(22) Data de Depósito: 05/11/2010  
(43) Data da Publicação: 26/02/2013  
(RPI 2199)



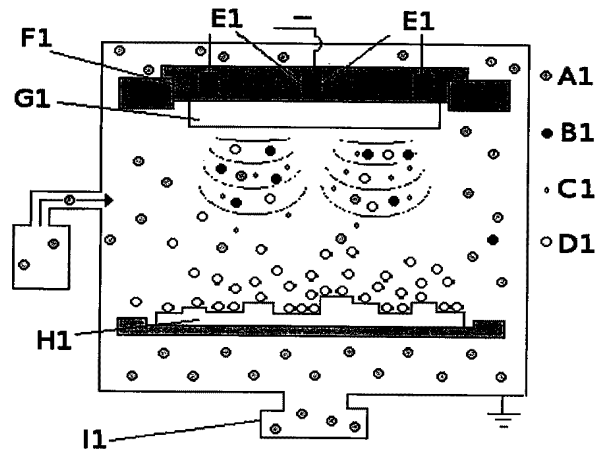
(51) *Int.Cl.:*  
C23C 14/08  
C23C 14/35  
C23C 14/04  
C01G 1/02

(54) **Título:** PROCESSO DE PRODUÇÃO DE FILMES FINOS DE ÓXIDO DE VANÁDIO

(73) **Titular(es):** Instituto Militar de Engenharia - IME

(72) **Inventor(es):** Carlos Luiz Ferreira, Marcelo Silva Bortolini de Castro

(57) **Resumo:** PROCESSO DE PRODUÇÃO DE FILMES FINOS DE ÓXIDO DE VANÁDIO. A presente invenção descreve um processo de produção de filmes finos de óxido de vanádio, através de pulverização catódica, utilizando um alvo de pentóxido de divanádio ( $V_2O_5$ ), sem a necessidade de tratamento térmico posterior. Em especial, a presente invenção compreende a fabricação de filmes finos de óxido de vanádio (VOx), utilizados como camada termossensível de sensores de radiação, como bolômetros, tecnologia de muito interesse para as áreas de medicina, veterinária, sensoriamento remoto, manutenção preditiva, controle de processos industriais, construção civil, automobilística, segurança de instalações, militar e aeroespacial.



## **Relatório Descritivo de Patente de Invenção**

### **PROCESSO DE PRODUÇÃO DE FILMES FINOS DE ÓXIDO DE VANÁDIO**

#### **Campo da Invenção**

5 A presente invenção descreve um processo de produção de filmes finos de óxido de vanádio, através de pulverização catódica, utilizando um alvo de pentóxido de vanádio ( $V_2O_5$ ), sem a necessidade de tratamento térmico posterior. Em especial, a presente invenção compreende a fabricação de filmes finos de óxido de vanádio ( $VO_x$ ), utilizados como camada termossensível de

10 sensores de radiação, como bolômetros, tecnologia de muito interesse para as áreas de medicina, veterinária, sensoriamento remoto, manutenção preditiva, controle de processos industriais, construção civil, automobilística, segurança de instalações, militar e aeroespacial. A presente invenção se situa no campo da ciência dos materiais.

15

#### **Antecedentes da Invenção**

Sensores são de muita utilidade em todas as áreas de tecnologia, e têm a finalidade de expandir a percepção humana para a observação e monitoramento de fenômenos ou processos. Eles são, basicamente, transdutores, ou seja,

20 transformam sinais físicos em outros, de características diferentes, para que possam ser lidos por um equipamento específico ou por um indivíduo. Por exemplo, quando a junção metalúrgica de um termopar está submetida a um sinal térmico diferente em suas extremidades (diferença de temperatura) um sinal elétrico (diferença de potencial) surge entre as suas extremidades abertas.

25 Este novo sinal (elétrico) é então processado, digital ou analogicamente, de forma a tornar-se um valor numérico, quantitativo, dando ao pesquisador a informação relativa à temperatura do material sob análise.

O corpo humano também possui seus sensores naturais. Os olhos transformam um sinal eletromagnético (luz) num sinal eletroquímico que,

30 conduzido pelo sistema nervoso, chega ao cérebro, onde é processado, dando à pessoa a percepção de cores, contrastes e brilhos. Os ouvidos, por sua vez, são

sensores de sinais mecânicos (ondas sonoras); a pele possui sensores térmicos e mecânicos, enquanto que o nariz e a língua são sensores químicos.

Para ampliar a capacidade de percepção humana, criaram-se sensores artificiais. Entre estes e os sensores biológicos naturais há, entretanto, uma característica comum: a limitação de suas faixas de trabalho ou limites de detecção. Assim como o olho humano somente percebe ondas eletromagnéticas na estreita faixa de comprimentos de onda entre 0,4 e 0,7  $\mu\text{m}$ , aproximadamente, o mesmo ocorre com os sensores de câmeras filmadoras infravermelhas, que costumam trabalhar na faixa entre 8 a 12  $\mu\text{m}$ .

Sendo assim, cada fenômeno físico ou químico que se deseje observar ou monitorar necessitará de um sensor, ou de uma série de sensores em seqüência, operando dentro de certos limites, de maneira a transformar (adequar) a informação à percepção humana. Dentre os inúmeros tipos de detectores existentes, os sensores de infravermelho possibilitam a percepção da radiação eletromagnética em faixas que, em geral, vão desde 0,8  $\mu\text{m}$  até 14  $\mu\text{m}$  de comprimento de onda, dependendo do detector. Somente algumas aplicações em astronomia utilizam sensores que operam em comprimentos de onda acima deste limite. A importância destes sensores reside na possibilidade de expandir a percepção humana para faixas nas quais o olho não é capaz de perceber. Suas respostas podem variar desde um sinal sonoro (alarme) a um termograma (imagem colorida artificialmente que destaca diferenças de temperatura).

Esta expansão dos limites da capacidade humana permite a percepção da radiação emitida por todo e qualquer corpo (algo que possui massa e volume). Todo corpo emite radiação térmica em função de sua temperatura, sendo esta relação idealmente descrita pela Lei de Planck. Uma lâmpada incandescente acesa, por exemplo, tem seu filamento de tungstênio à temperatura de aproximadamente 2500  $^{\circ}\text{C}$ , correspondendo a um pico de emissão em aproximadamente 1  $\mu\text{m}$  (infravermelho). O corpo humano com um pico de emissão em 9,3  $\mu\text{m}$ , devido a sua temperatura média de 36,5  $^{\circ}\text{C}$ , ou o pneu de um caminhão em deslocamento, por exemplo, emitem diferentes

espectros de radiação, perceptíveis apenas na faixa do infravermelho, devido às suas menores temperaturas.

São muitos os campos onde os sensores infravermelhos são de enorme utilidade. No campo militar, ver sem ser visto e detectar sem ser detectado dão  
5 uma imensa vantagem tática e estratégica. Por exemplo, utilizar equipamentos dotados de sensores de infravermelho, tal como uma luneta de visão termal, permite ao combatente visualizar e atirar contra o inimigo durante a noite, sem que este último sequer saiba de onde partiu o tiro.

No campo da Medicina e Veterinária, a Termometria Cutânea  
10 Infravermelha, ou Termografia Infravermelha, por exemplo, é um dos métodos mais avançados de diagnóstico por imagem digital da atualidade. Com o seu auxílio, os médicos são capazes de localizar inúmeras doenças e distúrbios, muitas vezes não detectados por outros métodos, de forma precoce, não invasiva e sem nenhum contato físico. Além disto, o equipamento não emite  
15 nenhum tipo de radiação e o exame é totalmente indolor, podendo ser empregado em crianças e gestantes sem risco algum.

No campo de sensoriamento remoto, satélites de recursos naturais, ou seja, aqueles satélites que foram construídos para observar e coletar dados da superfície terrestre, como a área ocupada por florestas, por exemplo, carregam  
20 a bordo um conjunto de sensores (sistema sensor) que operam em diferentes faixas do espectro eletromagnético, inclusive o infravermelho. Sendo assim, tem-se uma coleta da energia emitida e/ou refletida em forma multiespectral. Além disso, os satélites passam por um mesmo ponto da superfície terrestre periodicamente. Com esta repetitividade dos satélites, podemos obter dados de  
25 uma área agrícola várias vezes durante seu ciclo de crescimento e desenvolvimento. Isso permite criar um banco de dados com informações multitemporais.

No campo da manutenção preditiva, a inspeção termográfica infravermelha permite a visualização de imagens não perceptíveis à visão  
30 humana, indicando principalmente superaquecimentos devidos a atrito excessivo de peças móveis, mau contato elétrico, falta de lubrificação, rolamentos

defeituosos ou gastos, refrigeração insuficiente, etc. As regiões indevidamente frias também são facilmente localizadas.

Na área industrial, os sensores infravermelho podem ser utilizados para automação de operações (como termômetros e/ou interruptores), contagem de 5 peças produzidas, no controle da qualidade e na segurança do trabalho. Nesta última, sistemas tipo “cortina” protegem o operador, desligando automaticamente uma prensa, por exemplo, caso alguma parte de seu corpo ultrapasse uma região de segurança da máquina.

Na construção civil, a utilização de câmeras infravermelhas permite a 10 localização de tubulações e infiltrações sem a necessidade de derrubar paredes ou lajes. Além disto, imagens termográficas são também utilizadas para verificar as condições de isolamento térmico de uma casa ou edifício, especialmente em regiões de clima frio.

Na automobilística, câmeras infravermelhas começaram a ser adaptadas 15 a veículos comerciais, proporcionando melhores condições de visibilidade à noite e sob neblina. Elas aumentam a profundidade do campo visual de 3 a 5 vezes, em relação ao espectro visível, facilitam a percepção de pedestres e reduzem ou eliminam o ofuscamento da visão pelos faróis dos veículos transitando em sentido contrário.

20 No campo da segurança de instalações, os sensores de presença servem tanto para o monitoramento em sistemas de alarme, como para a abertura ou fechamento automático de portas, ou também como simples anunciadores da chegada de um cliente numa loja. Baseiam-se puramente na detecção da radiação infravermelha emitida pelo corpo humano, não sendo necessário 25 nenhum imageamento. Exemplos destes dispositivos são facilmente encontrados em bancos, shoppings e aeroportos. Equipamentos mais sofisticados, entretanto, podem estar conectados a circuitos internos de televisão, permitindo o monitoramento da área externa de uma instalação residencial, industrial ou militar.

30 No campo aeroespacial, uma aplicação é o visor de horizonte estático. Sua finalidade é captar a radiação infravermelha emitida pela terra, radiação

esta centrada na banda de emissão do CO<sub>2</sub> (por volta de 15 μm). Com esta informação é possível determinar-se a posição do horizonte, informação esta útil à determinação da posição de um veículo espacial ou um satélite. Nesta faixa de radiação, os sensores precisam ser mantidos resfriados a baixas temperaturas (criogênicas), dificultando enormemente a construção e a operação do sistema de imageamento. Neste caso é mais vantajoso utilizar os sensores termoelétricos (piroelétricos, bolômetros ou termopilhas).

Recentemente, a observação astronômica no infravermelho possibilitou novas descobertas científicas. Matrizes de detectores, resfriados ou não, instalados em telescópios na superfície da Terra ou em satélites orbitando o planeta, são utilizados para fazer um imageamento do espaço.

No âmbito patentário, foram localizados alguns documentos relevantes que serão descritos a seguir.

O documento US 4,393,095 revela um método de produção de filmes finos de óxido de vanádio por deposição de vapor químico. A presente invenção difere deste documento pelo fato de compreender um processo de produção de filmes finos de óxido de vanádio por pulverização catódica, não utilizando vapor químico.

O documento US 5,801,383 revela um processo de produção de filmes finos de VO<sub>x</sub>, com X maior do que 1,875 e menor do que 2 compreendendo tratamento térmico após a deposição do filme e um bolômetro contendo o filme. A presente invenção difere deste documento pelo fato do processo de produção aqui descrito não exigir um tratamento térmico após a deposição do filme.

O documento US 6,127,914 revela filme fino de oxinitrato de vanádio e processo de produção do mesmo em atmosfera de gás nitrogênio. A presente invenção difere deste documento pelo fato de compreender um processo de produção de filmes finos de óxido de vanádio e ocorrer em atmosfera de argônio em temperaturas ambientes.

O documento US 6,322,670 revela processo de produção de material microbolômetro (VO<sub>x</sub>) flexível de alta performance através de pulverização catódica não assistida por magnetron. A presente invenção difere deste

documento pelo fato de compreender processo de produção de filmes finos realizada por pulverização catódica assistida por campo magnético permanente (“magnetron”) em temperaturas abaixo de 315°C.

5 O documento US 6,333,270 revela processo de produção de filmes finos de óxido de vanádio compreendendo deposição assistida por plasma de gás flúor em alta temperatura. A presente invenção difere deste documento pelo fato de compreender processo de produção por pulverização catódica com plasma de gás argônio e por ocorrer em temperaturas menores.

10 O documento US 6,485,619 revela método para formar filme de óxido metálico compreendendo uma etapa de formação de um pré-filme metálico e aterramento do mesmo compreendendo processo de deposição em alta temperatura. A presente invenção difere deste documento pelo fato de não requerer formação de pré-filme metálico e por ocorrer em baixas temperaturas de substrato.

15

### **Sumário da Invenção**

Em um aspecto, a presente invenção descreve processo de produção de filmes finos de óxido de vanádio em temperatura ambiente, através de pulverização catódica, utilizando um alvo de  $V_2O_5$ , sem a necessidade de um tratamento térmico posterior.

20 É um objeto da presente invenção o processo de produção de filmes finos de óxido de vanádio compreendendo a deposição de filmes finos de óxido de vanádio por pulverização catódica assistida por um campo magnético constante em substratos com temperaturas menores que 315 °C, utilizando um material alvo de  $V_2O_5$ .

Em uma realização preferencial, a deposição do óxido de vanádio ocorre com o substrato à temperatura ambiente.

Em uma realização preferencial, o tratamento térmico posterior a deposição é dispensado.

30 Em uma realização preferencial, o material alvo, ao passar pela etapa de deposição, sofre uma perda de oxigênio, depositando-se na forma de  $VO_x$ .

Em uma realização preferencial, o processo de deposição compreende um sistema de deposição por pulverização catódica por radiofrequência (RF) assistida por um campo magnético constante (magnetron), em atmosfera de gás argônio, com quantidades variadas de gás oxigênio.

5 É um objeto adicional da presente invenção, filmes finos de óxido de vanádio obtidos pelo processo de produção descrito acima.

Em uma realização preferencial, o filme fino de óxido de vanádio obtido pelo referido processo de produção de é do tipo  $VO_x$  com X variando entre 2,5 ( $V_2O_5$ ) e 1,5 ( $V_2O_3$ ) e com coeficiente de variação da resistência em função da  
10 temperatura (TCR) de  $-0,02$  a  $-5,63\% K^{-1}$ .

É um objeto adicional da presente invenção, um dispositivo compreendendo filmes finos de óxido de vanádio utilizados como camada termossensível de sensores de radiação.

Estes e outros objetos da invenção serão imediatamente valorizados  
15 pelos versados na arte e pelas empresas com interesses no segmento, e serão descritos em detalhes suficientes para sua reprodução na descrição a seguir.

### **Breve Descrição das Figuras**

A Figura 1 mostra uma ilustração técnica de deposição por pulverização  
20 catódica assistida por campo magnético constante. A1 representa moléculas de argônio; B1 representa íons de argônio; C1 representa elétrons; D1 representa moléculas do material alvo; E1 representa magnetos; F1 representa o catodo; H1 representa o substrato; I1 representa bomba de vácuo.

A Figura 2 mostra uma representação esquemática dos contatos  
25 elétricos depositados sobre uma amostra. A2 representa contatos de alumínio; B2 representa o filme de  $VO_x$ ; C2 representa o substrato.

A Figura 3 mostra máscaras utilizadas para a produção dos filmes de  $VO_x$ .

A Figura 4 mostra uma representação dos contatos de alumínio  
30 eqüidistante e alinhadamente depositados sobre o  $VO_x$ .

A Figura 5 mostra a variação da resistência em função das distâncias entre contatos.

A Figura 6 mostra uma representação esquemática do circuito auxiliar utilizado para a caracterização elétrica dos filmes de  $VO_x$ .

5 A Figura 7 mostra a curva  $\ln R \times$  Temperatura da caracterização elétrica da amostra 20070727 a temperatura ambiente.

### **Descrição Detalhada da Invenção**

Os exemplos aqui mostrados têm o intuito somente de exemplificar uma das inúmeras maneiras de se realizar a invenção, contudo sem limitar, o escopo da mesma.

#### **Processo de produção de filmes finos de óxido de vanádio**

O processo de produção de filmes finos de óxido de vanádio da presente invenção compreende a deposição de filmes finos de óxido de vanádio por pulverização catódica assistida por um campo magnético constante em substratos com temperaturas menores que  $315^\circ\text{C}$ , utilizando um material alvo de  $V_2O_5$ .

A deposição de filmes finos de óxido de vanádio da presente invenção compreende uma técnica de ejeção de átomos de um material alvo de  $V_2O_5$  para serem depositados sobre um substrato com temperaturas menores que  $315^\circ\text{C}$ , preferencialmente a temperatura ambiente.

Em uma realização preferencial, o processo de deposição compreende um sistema de deposição por pulverização catódica por radiofrequência (RF) assistida por um campo magnético constante (magnetron), em atmosfera de gás argônio, com quantidades variadas de gás oxigênio.

Em uma realização preferencial, a deposição do óxido de vanádio ocorre com o substrato à temperatura ambiente.

Uma das grandes vantagens do processo da presente invenção é a dispensa de tratamento térmico posterior.

30 **Filmes finos de óxido de vanádio**

Os filmes finos de óxido de vanádio da presente invenção compreendem quaisquer filmes finos obtidos a partir de óxido de vanádio e por meio do processo descrito acima. Em uma realização preferencial, o filme fino de óxido de vanádio obtido é do tipo  $VO_x$  com X variando entre 1,5 ( $V_2O_3$ ) e 2,5 ( $V_2O_5$ ).

5 Em uma realização preferencial, são produzidos filmes com espessuras entre 100 e 400 nm e com coeficiente de variação da resistência em função da temperatura (TCR) de  $-0,02$  a  $-5,63\% K^{-1}$ .

#### Dispositivos Compreendendo os Filmes Finos

10 Os filmes finos obtidos pela presente invenção são utilizados como camada termossensível de sensores de radiação. Exemplos de dispositivos adequados incluem, sem limitação, sensores tipo bolômetro, tecnologia de muito interesse para as áreas de medicina, veterinária, sensoriamento remoto, manutenção preditiva, controle de processos industriais, construção civil, automobilística, segurança de instalações, militar e aeroespacial.

15

#### Exemplo 1. Realização Preferencial

##### Equipamento de Deposição por Pulverização Catódica

O equipamento empregado neste trabalho foi um sistema de deposição por pulverização catódica por radiofrequência (RF), assistida por um campo magnético constante ("magnetron"), ao qual foram implementadas algumas melhorias. O sistema era composto de uma câmara cilíndrica de aço inoxidável 316, no interior da qual estava colocada uma base suporte para substratos, um obturador ("shutter") e um catodo desenvolvido pela US GUN, modelo US'GUN II. Na lateral do sistema existia uma válvula agulha para entrada de argônio e dois medidores de pressão fabricados pela Balzers (um Penning e um Pirani). A radiofrequência era gerada por uma fonte de RF fabricada pela Advanced Energy, modelo RFX 600, conectada a um casador automático de impedância desenvolvido pela US'GUN, modelo ATX. O sistema dispõe de um conjunto de bombas de vácuo, composto de uma bomba mecânica selada a óleo modelo M18, da Edwards, e uma bomba mecânica turbomolecular, modelo TPH 220, fabricada pela Pfeiffer.

20

25

30

Para atender as necessidades deste trabalho, foram especificadas e implementadas as seguintes melhorias no sistema:

1) Instalação do medidor de pressão capacitivo modelo 626A – Baratron, de alta precisão, fabricado pela MKS, com faixa de atuação recomendável de 1 a  $5 \times 10^{-3}$  Torr para controle e  $5 \times 10^{-4}$  Torr para leitura;

2) Instalação do acionador de válvula de entrada de gases para controle de pressão modelo 250E, fabricado pela MKS que atua sobre o Baratron modelo 626A e o indicador digital modelo 247D;

3) Dois controladores de fluxo de massa modelo 2179A, fabricado pela MKS, sendo um com fluxo máximo de 100 sccm, calibrado para argônio, e outro com fluxo máximo de 10 sccm, calibrado para oxigênio;

4) Instalação de indicador digital e fonte de potência modelo 247D, fabricado pela MKS, com capacidade para alimentar até quatro controladores de fluxo de massa;

5) Substituição do catodo antigo por um novo, modelo MAK 3” fabricado pela MeiVac;

6) Fabricação e instalação de um aquecedor de substratos refrigerado a água;

#### Equipamentos de Caracterização

Neste trabalho utilizaram-se as seguintes técnicas de análise de materiais:

- Difração de raios X;
- Espectroscopia óptica;
- Espectroscopia de fotoelétrons excitados por raios X;
- Microscopia de força atômica;
- Microscopia óptica;
- Microscopia eletrônica de varredura.

As especificações dos equipamentos utilizados e a descrição do sistema montado serão apresentadas a seguir.

#### Difração de Raios X

Em todos os ensaios de difração de raios X utilizaram-se fontes de radiação monocromática  $K\alpha Cu$  (1,54184Å). Foram empregadas duas técnicas:  $\theta/2\theta$  acoplado e incidência rasante.

5 Para a realização dos ensaios tipo  $\theta/2\theta$  acoplados empregou-se os seguintes equipamentos:

- difratômetro modelo HZG4, da Zeiss, dotado de um gerador de raios X modelo ID 3000, da Seifert;

10 - difratômetro Shimadzu XRD 7000 do Projeto Especial Carbono do Centro Tecnológico do Exército (CTEx), utilizando uma fenda de 0,3 mm no detector; Para a realização dos ensaios tipo incidência rasante:

- difratômetro Siemens D5000, utilizando uma fenda de 0,6 mm no detector.

### Espectroscopia Óptica

15 Os ensaios de espectroscopia óptica, para obtenção das curvas de transmitância e refletância em função do comprimento de onda do feixe incidente, foram realizados utilizando-se um espectrofotômetro modelo CARY 5000, fabricado pela Varian. Os dados foram processados com o auxílio do software ORIGIN, versão 4.5. Para as medidas de transmitância empregou-se a técnica de feixe duplo, usando o ar como referência para a calibração. Para 20 as medidas de refletância, empregaram-se o acessório de refletância do Cary 5000 e um espelho de alta refletividade, formado por uma camada refletora de alumínio, depositada sobre um substrato de alumina vitrificada.

### Espectroscopia de Fotoelétrons Excitados por Raios X

25 Para a realização dos ensaios de espectroscopia de fotoelétrons excitados por raios X, utilizou-se o espectromicroscópio de superfícies modelo KRATOS XSAM. A análise foi realizada em ambiente de ultra alto vácuo empregando-se uma fonte excitadora de radiação  $K\alpha$  do magnésio, com energia de 1253,6 eV. Foram empregadas diferentes potências para análises das diferentes amostras, variando-se de 13 a 65 kV. Como referência de 30 energia de ligação foi usado o valor de 248,8 eV para o componente principal do pico C1s, associado a hidrocarbonetos sempre presentes e adsorvidos na

superfície das amostras. O ajuste dos picos foi feito utilizando-se um software fornecido pelo fabricante do equipamento, através de aproximações de curvas gaussianas e mistas gaussianas/lorentzianas pelo método dos mínimos quadrados. A subtração do background foi feita pelo método Shirley (SMITH, 1994, pág. 45).

#### Microscopia de Força Atômica

Para a análise morfológica da superfície de algumas amostras empregaram-se os microscópios de força atômica JPK NANOWIZARD, modelo 1M PLUS, e TOPOMETRIX TMX2010 DISCOVERY. As análises utilizando o microscópio JPK foram feitas no modo contato, com taxa de varredura de linha de 0,9 a 3 Hz, e áreas observadas de  $0,5\mu\text{ m} \times 0,5\mu\text{ m}$  a  $1\mu\text{ m} \times 1\mu\text{ m}$ , dependendo da amostra. As análises utilizando o microscópio DISCOVERY foram realizadas no modo não-contato, com taxas de varredura de 1 a  $10\mu\text{ m/s}$  e áreas observadas variando de  $0,5\mu\text{ m} \times 0,5\mu\text{ m}$  a  $5\mu\text{ m} \times 5\mu\text{ m}$ .

#### Microscopia Óptica

A microscopia óptica foi empregada para a visualização da estrutura de um microbolômetro pronto. Para isto utilizou-se um microscópio óptico OLYMPUS modelo PME3.

#### Microscopia Eletrônica de Varredura

Através da microscopia eletrônica de varredura analisou-se a estrutura do microbolômetro. O equipamento empregado foi um microscópio JEOL, modelo JSM 5800 LV, com fonte de tungstênio. Foram obtidas imagens com aumentos de 230x a 4500x, empregando uma tensão de 15 KV e usando o detector de elétrons secundários. Por este ensaio foi possível observar a estrutura suspensa do microbolômetro.

#### Caracterização Elétrica

A caracterização mais importante é a que avalia o TCR dos filmes fabricados, ou seja, a caracterização elétrica. Para que esta caracterização seja eficiente e eficaz, é preciso desenvolver um sistema que propicie contatos ôhmicos com os filmes de  $\text{VO}_x$ , atmosfera inerte ou vácuo, variação de temperatura das amostras e aquisição automática dos dados. Sendo assim,

construiu-se um sistema de caracterização elétrica que será apresentado a seguir.

### Contatos

Uma grande preocupação na área de semicondutores é a obtenção de contatos ôhmicos entre o material semicondutor e os contatos elétricos, normalmente metálicos. Dependendo dos materiais empregados existe o risco da formação indesejável de uma Barreira Schottky. No caso do  $VO_x$ , o comportamento esperado é o de um resistor e caso houvesse uma barreira de contato, esta atuaria como se houvesse um diodo em série com o filme depositado. Isto pode ser facilmente analisado através de uma curva  $I$  (corrente) x  $V$  (tensão). Caso o contato seja ôhmico, o comportamento será apenas o de um resistor, ou seja, o resultado aparecerá como uma linha reta passando pela origem em um gráfico  $I$  x  $V$ . Caso contrário, aparecerá uma curva sinuosa.

As referências bibliográficas apontam para três possíveis candidatos para os contatos metálicos ôhmicos dos filmes de  $VO_x$ : um filme de alumínio (ROZEM, 2006); uma dupla camada de uma liga níquel-cromo e ouro (WANG, S. B., 2005b); ou uma dupla camada de cromo e ouro (HAN, 2005). Dada a simplicidade de obtenção, optou-se pelos contatos de alumínio. A Figura 2 mostra uma representação esquemática de como ficavam as amostras, após a deposição dos contatos.

Procurou-se padronizar o tamanho e a forma das amostras, especialmente para as caracterizações elétricas que deveriam ser feitas. O objetivo era garantir de modo simples que todas as áreas superficiais depositadas de filmes fossem iguais e quadradas, facilitando a comparação dos resultados das medidas de resistência elétrica. Sendo assim, foi projetado um conjunto de máscaras, conforme apresentado na Figura 3. As máscaras foram produzidas com chapas aço inoxidável 316 de 0,4mm de espessura, cortadas a laser por empresa especializada.

A primeira máscara (MÁSCARA 1) tinha por finalidade aprisionar seis substratos, mantendo fixas suas posições (A3, B3, C3, D3, E3, F3) durante

todo o processo de produção das amostras. A MÁSCARA 2 era colocada sobre os substratos e alinhada pelos quatro furos circulares existentes nas extremidades de ambas as máscaras. Para evitar deslocamentos das máscaras durante o processo de deposição, a MÁSCARA 2 era fixada à MÁSCARA 1 utilizando-se de anilhas de aluminas que eram colocadas nos orifícios de alinhamento. Por este processo eram então produzidas seis amostras com áreas superficiais de VO<sub>x</sub> geometricamente idênticas.

Produzidos os filmes de VO<sub>x</sub>, quatro amostras eram retiradas e duas eram deixadas em suas posições originais (B3 e F3). A MÁSCARA 2 era então substituída pela MÁSCARA 3. Simultaneamente, trocava-se o alvo de V<sub>2</sub>O<sub>5</sub> por outro de Al. Em seguida o equipamento era fechado novamente e era realizada a deposição dos contatos de alumínio. Este procedimento garantia que todas as amostras teriam a mesma superfície de VO<sub>x</sub> coberta por Al. Além disso, as áreas superficiais dos filmes de VO<sub>x</sub>, com contatos de alumínio depositados, ficavam com uma superfície quadrada de 10 x 10 mm (Figura 2). Desta forma, a medida da resistência elétrica do filme era igual à sua resistividade superficial quadrada (ρs) dada em Ω/□.

Para estimar a resistência de contato foi empregado o método TLM ou "Transmission Line Method". Por este método, contatos de alumínio de mesmo tamanho foram depositados alinhadamente, com distâncias precisas e bem definidas entre eles. Mediu-se a resistência elétrica em função da distância entre contatos (Figura 4). A partir destas medidas pôde-se traçar um gráfico distância x resistência elétrica (Figura 5).

A resistência de contato é estimada como metade do valor da resistência correspondente à distância nula. Logo:

$$R_c = \frac{R(d=0)}{2} = \frac{547,2}{2} = 273,6 \Omega \quad (\text{EQ. 7.1})$$

Onde R<sub>c</sub> é a resistência de contato entre VO<sub>x</sub> e Al.

A margem de erro é de ±5,4Ω.

#### Sistema de vácuo

Projetou-se um sistema de vácuo para a realização da caracterização elétrica, pois de acordo com referências bibliográficas, o comportamento elétrico dos óxidos de vanádio é afetado pela atmosfera em que se encontram, sendo pesquisada a sua aplicação como sensor de gases (RELLA, 1999). Além disto, pretendia-se variar a temperatura das amostras abaixo da temperatura ambiente e caso isto não fosse realizado em vácuo, haveria a condensação de água na superfície da amostra, colocando-a em curto-circuito.

O sistema desenvolvido é composto por uma câmara de vácuo cilíndrica e uma tampa, feitas de aço inoxidável 316, montadas sobre uma base de alumínio. O bombeamento é feito com o auxílio de uma bomba de vácuo com sistema de palhetas rotativas lubrificadas a óleo, modelo 141, fabricada pela PRIMAR, comumente utilizada para evacuar dissecadores, atingindo um vácuo grosseiro, porém suficiente para os fins a que se destina.

No interior da câmara montou-se um dispositivo em teflon para fixar uma placa Peltier, um termopar e dois terminais elétricos de cobre. As amostras eram colocadas sobre a placa Peltier que submetida a variadas tensões provocava o aquecimento ou resfriamento dos filmes de  $VO_x$ . O termopar, fixado sobre um substrato idêntico aos utilizados para a deposição dos filmes, monitorava a temperatura da amostra. Os terminais elétricos eram ajustados manualmente de maneira a fazer um bom contato com a camada de alumínio das amostras.

#### Aquisição de dados

Foi projetado e montado um sistema com a finalidade de comandar a variação de temperatura da placa Peltier, capturar e armazenar dados, tudo de forma automática, seguindo uma programação previamente estabelecida. O sistema era constituído por:

- uma unidade de aquisição de dados modelo EXPLORER – GLX, fabricada pela Pasco;
- um sensor de temperatura modelo PS-2125, da Pasco;
- um sensor de tensão/corrente modelo PS-2115, da Pasco;

- um amplificador de potência específico para a unidade GLX com saída de até 1A de corrente;
- uma fonte de alimentação simétrica modelo MPL-3303, da MINIPA;
- um amplificador de potência desenvolvido à parte pelo Instituto Militar de Engenharia (IME).

O conjunto formado pela unidade GLX juntamente com seu amplificador de potência, possibilitava a programação da tensão a ser aplicada na placa Peltier. Em função desta tensão aplicada, determinava-se a temperatura da amostra sob análise. Fazendo-se esta tensão variar linearmente na forma de uma rampa de subida e de descida (onda triangular), provocava-se a variação de temperatura do filme de  $VO_x$  dentro da faixa especificada.

A captura e o armazenamento dos dados também eram realizados pela unidade GLX, entretanto necessitava-se de um circuito auxiliar, conforme representação esquemática da Figura 6.

Uma fonte de tensão constante de 5,0 V alimentava todo o circuito, constituído por um resistor de referência e pela amostra em série. A tensão entre as extremidades do resistor de referência era capturada pelo GLX. Posteriormente, utilizando o software Origin, fazia-se a conversão do valor de tensão medido para o valor da resistência do filme de  $VO_x$ , através da EQ. 7.2.

$$R_f = \left( \frac{5 \times R_{Ref}}{V} \right) - R_{Ref} \quad (\text{EQ. 7.2})$$

Onde:

$R_f$  é a resistência do filme, medida pelo GLX ;

$R_{Ref}$  é a resistência de referência;

$V$  é a tensão entre as extremidades do resistor de referência, medida pelo GLX.

### Pulverização Catódica

A técnica empregada para a fabricação dos filmes finos de óxido de vanádio, descritos neste trabalho, foi a pulverização catódica por

radiofrequência assistida por campo magnético constante ou "RF Magnetron Sputtering".

Na pulverização catódica, os elétrons são obtidos a partir de uma forte polarização aplicada entre duas placas metálicas. De acordo com a ilustração da Figura 1, os elétrons gerados são acelerados, pelo campo elétrico existente entre as placas, através de um meio gasoso inerte (argônio) ou não (oxigênio). Devido à colisão entre os elétrons e os átomos do gás, elétrons de valência são arrancados da última camada destes átomos, ionizando-o. Estes novos elétrons irão se chocar com outros átomos e assim por diante em um efeito cascata. Este gás ionizado de carga positiva, ou plasma, é então atraído pelo catodo, pólo negativo do sistema. No caminho, os íons se chocam contra o material a ser depositado, também chamado de alvo. A colisão dos íons de argônio com o alvo provoca o arrancamento de material na forma de átomos e/ou grupos de átomos (moléculas), os quais se depositam sobre um substrato, localizado em qualquer parte do sistema.

O controle da pressão do sistema é importante e em um processo de deposição por pulverização catódica as pressões totais utilizadas são geralmente da ordem de 5 a 50 mTorr (0,67 a 6,7 Pa). Sob condições de pressão superiores, os elétrons não possuirão grande energia cinética, devido às colisões serem muito freqüentes, reduzindo a probabilidade de arrancarem elétrons das camadas mais externas dos átomos e diminuindo a eficiência do processo.

Por outro lado, a pressão do sistema também não deve ser muito baixa, sob pena de não haver gás suficiente para formar uma corrente auto-sustentável, pois a probabilidade de uma colisão também diminuiria muito. A tensão necessária para a inicialização (abertura) do plasma, também chamada de tensão de ruptura, é inversamente proporcional à pressão, ou seja, quanto menor a pressão, maior a tensão para iniciar o plasma.

A distância entre as placas, dada pela configuração do sistema, é também fator fundamental nas características do plasma. Quanto maior a distância entre elas, maior a corrente do plasma e, conseqüentemente, maior a

potência (para uma mesma diferença de potencial). O aumento na corrente iônica com o aumento do espaçamento entre eletrodos a uma dada pressão ocorre porque os elétrons que saem do catodo e chegam ao anodo realizam um número fixo de colisões ionizantes por unidade de comprimento de tal forma que quanto maiores às distâncias que eles percorrem mais colisões ionizantes ocorrem.

O tipo de gás utilizado, ou seja, a atmosfera gasosa é outro fator que influencia diretamente a ionização e, portanto, o comportamento do plasma. Dependendo do gás, a coloração e a ação do plasma sobre o alvo (agressividade) variam. A atmosfera de deposição é um dos principais parâmetros de controle na fabricação de filmes finos de  $VO_x$ .

De maneira simplificada pode-se dizer que a quantidade de íons, sua energia e natureza (tipo do gás) determinam a quantidade de material arrancado do alvo em função do tempo. Quanto maior a quantidade de material arrancada, maior será a quantidade depositada sobre o substrato (taxa de deposição). Esta última, entretanto, depende ainda de um fator geométrico entre as posições do alvo e do substrato.

A taxa de crescimento dos filmes ou taxa de deposição é, portanto, dependente de diversos fatores como: pressão e atmosfera de deposição, potência do canhão de íons e geometria do sistema.

Para os casos em que o alvo não é condutor, como neste trabalho, deve-se utilizar uma fonte de tensão alternada na faixa de radiofrequência (13,56 MHz). Quando a polaridade atrás do alvo é negativa, os íons são atraídos, chocando-se e roubando elétrons do alvo, que fica carregado positivamente. Quando a polaridade é invertida, elétrons são atraídos para o alvo, neutralizando-o. Este artifício, portanto, tem a finalidade de evitar o carregamento do alvo e/ou substrato pelos íons e/ou elétrons que chegam neles, através da inversão de polaridade. A frequência acima especificada (13,56 MHz) é padronizada internacionalmente, de modo a evitar interferências nas radiocomunicações.

Outra alternativa para obter-se melhor rendimento, é a simples colocação de ímãs atrás do alvo, de modo a fazer com que os íons fiquem “aprisionados” na região próxima a este, aumentando a taxa de pulverização, e permitindo a diminuição da pressão de trabalho. Este processo é chamado de “magnetron”.

#### Produção de Amostras

Baseando-se na revisão bibliográfica e em trabalhos anteriores verificou-se que os dois fatores de maior relevância para a definição do óxido a ser formado pelo processo de pulverização catódica são a temperatura do substrato e a atmosfera de deposição. Sendo assim, em quase todo o processo de produção de amostras, foram mantidos constantes todos os outros parâmetros de deposição, de maneira a isolar os mais relevantes. Além disto, todas as amostras foram produzidas utilizando substratos de vidro.

A numeração das amostras seguiu o seguinte protocolo:

AMOSTRA – AAAA MM DD

Onde AAAA representa o ano, MM o mês e DD o dia em que foi produzida.

A amostra 20080920, de coloração amarela esverdeada, depositada à temperatura ambiente sob uma atmosfera de 1% de  $O_2$ , deu origem a um difratograma compatível com uma estrutura amorfa ou nanocristalina, sem picos de difração de raios X. A espessura do filme medida foi de 259 nm, correspondendo a uma taxa de 25,9 Å/min. A elevada resistência elétrica da amostra, acima de 20 M $\Omega$  a 27 °C (resistividade superior a 518  $\Omega$ .cm), inviabilizou sua caracterização elétrica.

A outra amostra depositada nas mesmas condições de pressão parcial de  $O_2$ , mas na temperatura de 300 °C foi a 20080921. Esta amostra, analisada por difração de raios X revelou a presença das fases  $V_2O_5$ ,  $VO_2$ ,  $V_5O_9$  e  $V_2O_3$  (FIG 8.18). Comparando-se com outra amostra, produzida à mesma temperatura, mas com 3% de  $O_2$ , observa-se uma redução na intensidade relativa e no número dos picos de difração da fase  $V_2O_5$ , aumento da quantidade e da intensidade relativa dos picos de  $V_5O_9$ , o surgimento da fase

VO<sub>2</sub> e um pequeno pico de V<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Esta amostra 20080921, com espessura de 236 nm, foi depositada sob uma taxa de 23,6 Å/min. Sua caracterização elétrica apresentou um TCR de -2,5%. K<sup>-1</sup>, com um erro de ±0,1%, para uma resistência elétrica de 820 KΩ à temperatura de 27 °C, correspondendo a uma resistividade de 19,4 Ω.cm.

O filme produzido nas condições de atmosfera de 0,5% de O<sub>2</sub> foi depositado sobre substrato aquecido a 300 °C, dando origem à amostra 20071102. Esta apresentou coloração marrom escuro e espessura de 240 nm, tendo sido depositada a uma taxa de 24 Å/min. A difração de raios X desta amostra revelou que ela era constituída basicamente de VO<sub>2</sub>. Com uma resistência de 470 Ω, à temperatura de 27 °C, o filme atingiu um TCR de -1,4 % . K<sup>-1</sup> com baixo nível de ruído e erro inferior a 0,005. O resultado mostra um aparente ciclo de histerese, característico do VO<sub>2</sub>, mas com inclinação e faixa de temperatura bem diferentes do referenciado na literatura para este óxido.

Os filmes depositados sem entrada de oxigênio (atmosfera 100% de argônio) e sem aquecimento dos substratos apresentaram TCR entre -1,4 e -1,8 %.K<sup>-1</sup> e foram caracterizados como sendo majoritariamente constituídos pela fase V<sub>5</sub>O<sub>9</sub>, apesar de apresentar um pico de V<sub>2</sub>O<sub>5</sub> e outro de V<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Este alto TCR (com erro inferior a 0,01) está coerente com a composição do óxido de vanádio V<sub>5</sub>O<sub>9</sub>. Wang S. B. e colaboradores (WANG S. B., 2005b) citam que os melhores valores de TCR são encontrados para amostras de VO<sub>x</sub> onde o valor de X é aproximadamente 1,98. No caso do V<sub>5</sub>O<sub>9</sub>, tem-se X = 1,8. Não foram encontradas referências bibliográficas que dissertassem sobre o comportamento elétrico da fase V<sub>5</sub>O<sub>9</sub>. A Figura 7 apresenta o gráfico LnR x temperatura, correspondente à amostra 20070727, depositada à temperatura ambiente e sem entrada de oxigênio (atmosfera 100% de Argonio). Fazendo-se uma regressão linear dos valores apresentados, obtém-se o TCR de aproximadamente -1,8%.K<sup>-1</sup>.

#### Montagem de um Dispositivo Sensor

Com o objetivo de testar a adequabilidade dos filmes produzidos como camada termossensível para detectores de infravermelho, produziu-se um

microbolômetro (monoelemento) sobre uma base de silício. De maneira simplificada podem-se resumir as etapas de fabricação em:

1ª) Oxidação úmida da pastilha de silício (wafer), gerando uma camada sacrificial de  $\text{SiO}_2$  com aproximadamente  $0,5 \mu\text{m}$  de espessura;

5 2ª) Deposição de uma camada de nitreto de silício ( $\text{Si}_3\text{N}_4$ ) de 50 nm por LPCVD (“Low Pressure Chemical Vapor Deposition”);

3ª) Deposição da camada termossensível de  $\text{VO}_x$  por pulverização catódica com espessura de aproximadamente 200nm;

4ª) Fotogração da estrutura;

10 5ª) Corrosão seca por plasma RIE (“Reactive Ion Etching”);

6ª) Fotogração dos contatos;

7ª) Deposição dos contatos de Al de  $1 \mu\text{m}$  através da técnica de “lift-off”;

8ª) Corrosão úmida e seletiva da camada sacrificial de  $\text{SiO}_2$ , utilizando uma solução à base de ácido fluorídrico (HF).

15 Após a última etapa, formou-se uma estrutura suspensa composta por uma camada inferior de nitreto de silício e uma camada superior de óxido de vanádio.

Encerrado o processo de fabricação realizou-se uma primeira caracterização elétrica para testar a continuidade do elemento suspenso (camada de  $\text{VO}_x/\text{Si}_3\text{N}_4$ ) e analisar sua resistência elétrica. Verificou-se que os contatos eram ôhmicos, com resistência de, aproximadamente, 10K $\Omega$ , perfeitamente adequada para este tipo de dispositivo.

Feita a caracterização elétrica inicial passou-se à caracterização do microbolômetro como detector de radiação. Para tanto foi necessária uma preparação inicial que pode ser resumida nas seguintes etapas:

1ª) Separação dos microbolômetros (corte do wafer de silício);

2ª) Fixação dos microbolômetros em uma cápsula comercial com cola adesiva;

25 3ª) Soldagem dos contatos elétricos do microbolômetro aos terminais internos da cápsula com fios de ouro por “wire bonding”;

30 4ª) Soldagem de fios de cobre nos terminais externos da cápsula;

Encerrada a preparação inicial, o microbolômetro (através do conector) foi ligado a um circuito elétrico montado numa placa de circuitos de teste (“protoboard”), utilizando uma resistência de referência. A leitura do sinal do microbolômetro foi feita utilizando-se um amplificador “Lock-In” acoplado a um “chopper”. A alimentação do circuito foi feita por uma fonte de tensão variável e corrente contínua. Como fonte de radiação utilizou-se um ferro de solda comum. A melhor configuração encontrada foi colocando-se o ferro de solda a uma distância de 5 cm do microbolômetro, alimentando-se o circuito com uma tensão contínua de 5,0 V e ajustando-se o “chopper” para girar na frequência de 40 Hz. Nestas condições de operação, colocava-se e retirava-se uma placa metálica (obstáculo) entre o ferro de solda e o microbolômetro, de maneira a avaliar a mudança na leitura do amplificador. Com o obstáculo, a leitura do amplificador variava entre 0,3 e 0,5  $\mu\text{V}$ . Retirando-se o obstáculo, a leitura do amplificador aumentava em cerca de cinco vezes, passando a variar entre 2,2 e 2,5  $\mu\text{V}$ . Esta variação poderia ser maior e o ruído menor caso o microbolômetro estivesse encapsulado em vácuo. As trocas de calor por convecção e condução com o ar são indesejáveis, pois reduzem a sensibilidade de um bolômetro.

Apesar do elevado ruído apresentado nas leituras feitas e da baixa sensibilidade, o aumento do sinal do “Lock-In” é uma comprovação do funcionamento do microbolômetro como sensor de radiação térmica e, conseqüentemente, da funcionalidade da camada de  $\text{VO}_x$  como material termossensível.

### Análises Finais

Os principais resultados e análises desenvolvidas neste trabalho podem ser assim resumidos:

1) Neste trabalho, variaram-se apenas dois parâmetros de deposição: a temperatura dos substratos e a atmosfera (composição gasosa). Com poucas exceções, foram mantidos constantes os parâmetros: pressão de deposição em 10 mTorr; distância alvo-substrato em 55 mm; potência aplicada no catodo de 125W; e pressão base inferior a  $3 \times 10^{-5}$  Torr. A taxa de deposição das

amostras foi consequência dos parâmetros fixados e/ou variados, sendo medida, mas não controlada.

2) Nas deposições realizadas com pressões parciais de oxigênio de 20, 5 e 3%, a temperatura dos substratos não teve influência significativa. Todos os filmes obtidos nestas condições eram majoritariamente constituídos pela fase  $V_2O_5$ , não importando se o substrato era ou não aquecido. Nestas deposições o fator relevante era a pressão parcial de  $O_2$ . Os filmes produzidos nestas condições tinham coloração basicamente amarela, ganhando uma tonalidade um pouco esverdeada na medida em que se reduzia a proporção de  $O_2$  na atmosfera de deposição. Todas as amostras depositadas nestas condições apresentaram resistência superior a  $1\text{ M}\Omega$ , sendo que a maioria superou  $10\text{ M}\Omega$ , inviabilizando suas caracterizações com os equipamentos disponíveis. Os filmes que ficaram com valores entre 1 e  $10\text{ M}\Omega$  de resistência elétrica também apresentaram elevado TCR, entretanto, devido ao elevado ruído associado, não são adequados para aplicação em bolômetros.

3) Deposições realizadas com pressões parciais de  $O_2$  iguais ou menores que 1% mostraram forte influência da temperatura de aquecimento dos substratos. Nestas situações, ambos os fatores pressão parcial de  $O_2$  e temperatura do substrato são igualmente relevantes. Os filmes depositados em atmosfera de argônio com 1% de  $O_2$  e sem aquecimento apresentaram coloração amarela esverdeada, estrutura amorfa, e resistência superior a  $20\text{ M}\Omega$  à temperatura ambiente. Diferentemente, os filmes depositados nas mesmas condições de atmosfera, mas aquecidos a  $300\text{ }^\circ\text{C}$ , possuíam coloração verde e eram constituídos pelas fases  $V_2O_5$ ,  $VO_2$ ,  $V_5O_9$  e  $V_2O_3$ . Estes últimos apresentaram resistência elétrica de  $820\text{ K}\Omega$ , à temperatura de  $27\text{ }^\circ\text{C}$ , e um TCR de  $-2,5\% \cdot K^{-1}$ .

4) Os filmes depositados em atmosfera de argônio com 0,5% de  $O_2$  tinham coloração marrom. Quando depositados à temperatura ambiente, as estruturas obtidas eram amorfas e a resistência dos filmes superavam  $20\text{ M}\Omega$ . Por outro lado, quando os substratos foram aquecidos a  $300\text{ }^\circ\text{C}$ , obteve-se um filme caracterizado como  $VO_2$ , com resistência elétrica de  $470\ \Omega$  e TCR de  $-1,4$

%  $K^{-1}$ . Sob temperaturas pouco superiores como 313 °C, atingiram-se valores de TCR de -2,1 %  $K^{-1}$  a -5,6 %  $K^{-1}$ .

5 5) Os filmes depositados sem entrada de oxigênio (atmosfera 100% de argônio) e sem aquecimento dos substratos apresentaram TCR entre -1,4 e -1,8 %  $K^{-1}$  e foram caracterizados como sendo majoritariamente constituídos pela fase  $V_5O_9$ . Por outro lado, filmes depositados em condições idênticas, mas com os substratos aquecidos a 300 °C apresentaram TCR entre -0,02 e -0,18 %  $K^{-1}$  e foram caracterizados como  $V_2O_3$ .

10 6) Dentre os filmes depositados, os que pareceram mais promissores para aplicação em bolômetros foram produzidos à temperatura ambiente em atmosfera 100% de argônio. Estes filmes apresentaram TCR próximo do referenciado em equipamentos comerciais e suas condições de deposição estão adequadas à sua fabricação diretamente sobre o circuito eletrônico de leitura do detector. O primeiro protótipo de um microbolômetro à base de  $VO_x$   
15 mostrou resultados promissores e demonstrou a adequabilidade do filme de  $VO_x$  produzido, depositado nestas condições, como camada termossensível.

Os versados na arte valorizarão os conhecimentos aqui apresentados e poderão reproduzir a invenção nas modalidades apresentadas e em outras variantes, abrangidos no escopo das reivindicações anexas.

**Reivindicações****PROCESSO DE PRODUÇÃO DE FILMES FINOS DE ÓXIDO DE VANÁDIO**

- 5 1. Processo de produção de filmes finos de óxido de vanádio caracterizado por compreender uma etapa de pulverização catódica assistida por um campo magnético constante em substratos com temperaturas menores que 315 °C, utilizando um material alvo de V<sub>2</sub>O<sub>5</sub>.
2. Processo de produção, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo substrato ser vidro.
- 10 3. Processo de produção, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pela temperatura estar compreendida na faixa que vai de 25°C a 300°C.
4. Processo de produção, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pela pressão de deposição ser escolhida dentre 5 mTorr a 50  
15 mTorr.
5. Processo de produção, de acordo com a reivindicação 4, caracterizado pela pressão ser 10 mTorr.
6. Processo de produção, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado por utilizar uma atmosfera de argônio ou uma atmosfera de uma  
20 mistura de argônio e oxigênio.
7. Processo de produção, de acordo com a reivindicação 6, caracterizado pela mistura de argônio e oxigênio compreender até 20% de oxigênio.

**Figuras**

FIGURA 1

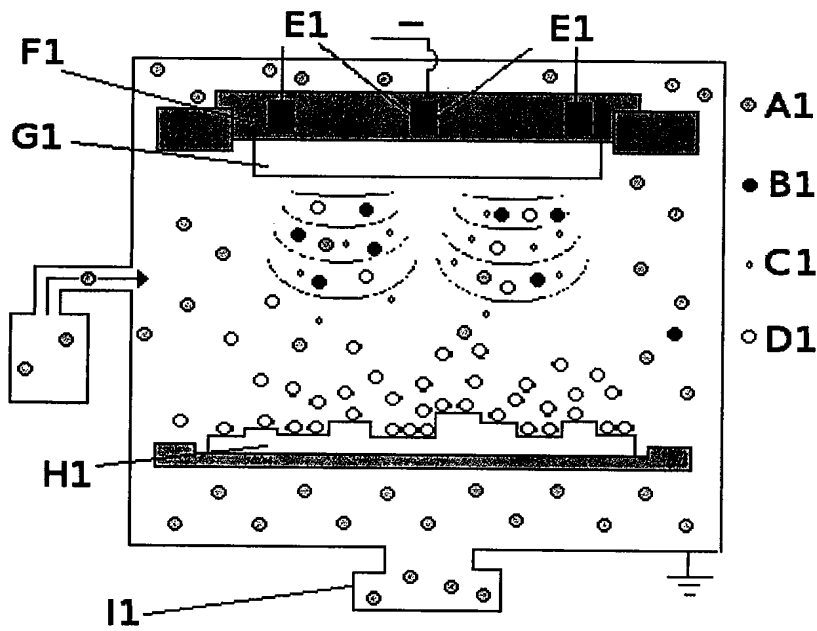


FIGURA 2

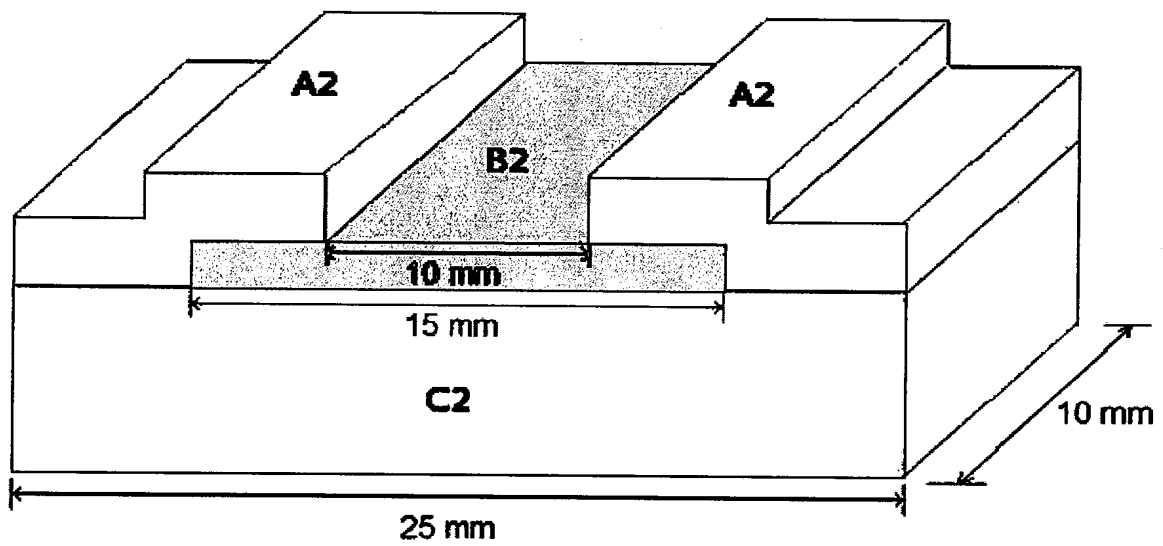


FIGURA 3



FIGURA 4

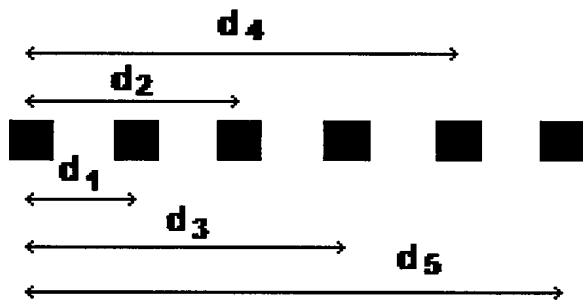


FIGURA 5

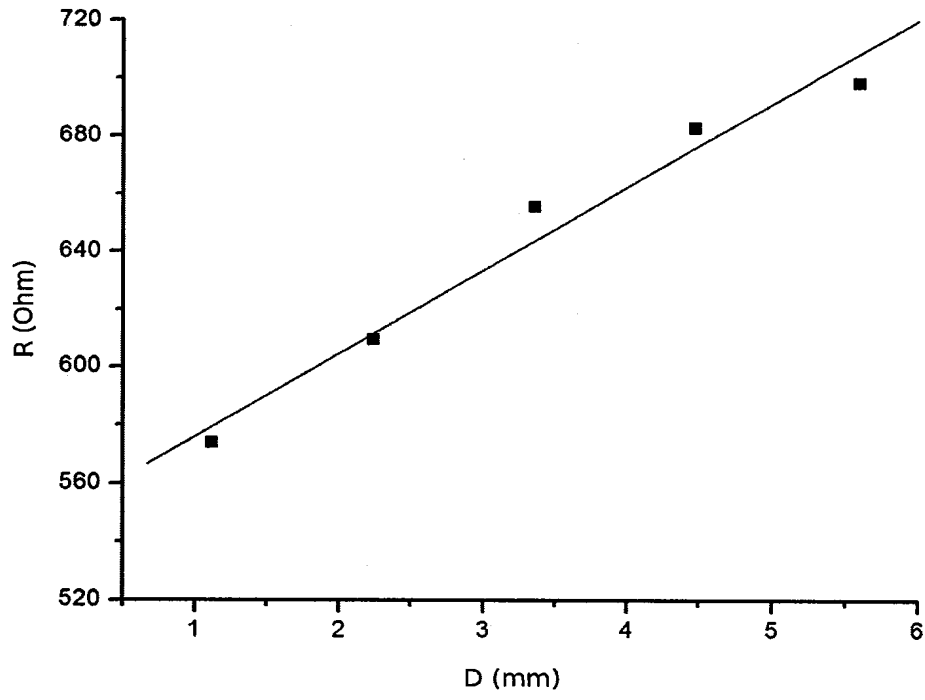


FIGURA 6

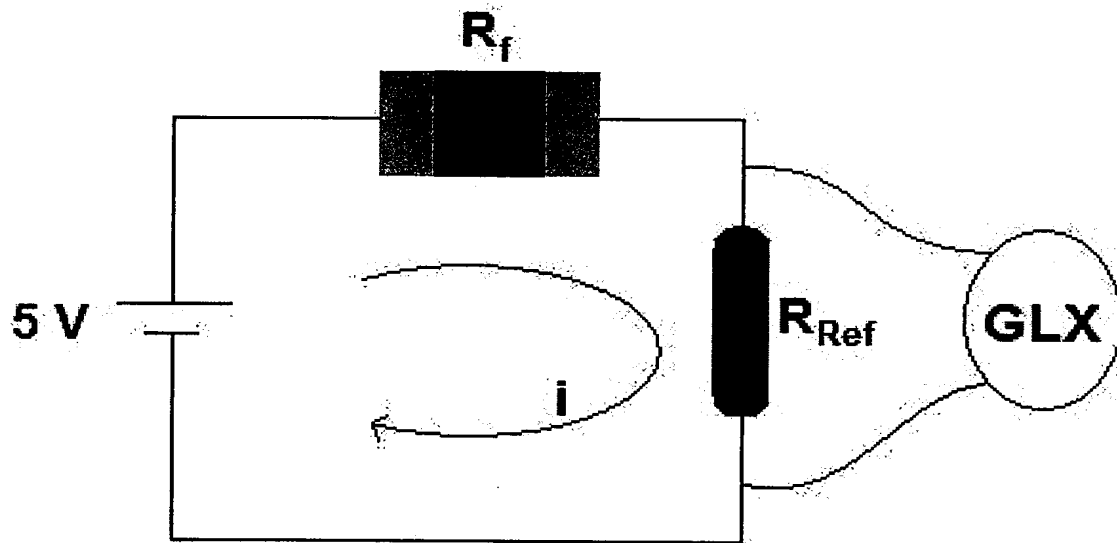
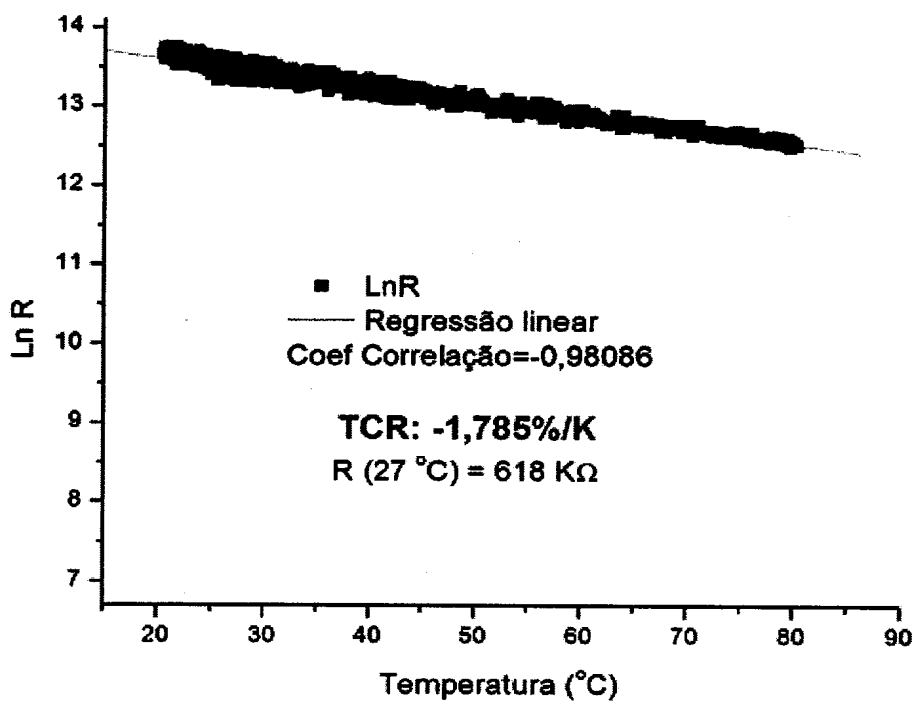


FIGURA 7



**Resumo****PROCESSO DE PRODUÇÃO DE FILMES FINOS DE ÓXIDO DE VANÁDIO**

A presente invenção descreve um processo de produção de filmes finos de óxido de vanádio, através de pulverização catódica, utilizando um alvo de pentóxido de divanádio ( $V_2O_5$ ), sem a necessidade de tratamento térmico posterior. Em especial, a presente invenção compreende a fabricação de filmes finos de óxido de vanádio ( $VO_x$ ), utilizados como camada termossensível de sensores de radiação, como bolômetros, tecnologia de muito interesse para as áreas de medicina, veterinária, sensoriamento remoto, manutenção preditiva, controle de processos industriais, construção civil, automobilística, segurança de instalações, militar e aeroespacial.