UNIVERSIDADE FEDERAL DE PERNAMBUCO CENTRO DE TECNOLOGIA E GEOCIÊNCIAS PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA ELÉTRICA



DISSERTAÇÃO DE MESTRADO

Fabricação de RTD planar para implementação de sensor inteligente de temperatura

Isabela Barreto Vasconcelos

Universidade Federal de Pernambuco Programa de Pós-graduação em Engenharia Elétrica

Fabricação de RTD planar para implementação de sensor inteligente de temperatura

Dissertação

submetida à Universidade Federal de Pernambuco como parte dos requisitos para obtenção do grau de

Mestre em Engenharia Elétrica

Isabela Barreto Vasconcelos

Recife, Outubro de 2006.

V331f Vasconcelo Fabricaç inteligente d Autor, 2006. xv, 153		sabela Barreto. de RTD planar para implemer mperatura / Isabela Barreto V as, il : figs., tabs.	ntação de sensor asconcelos Recife: O
	Dissertação CTG. Programa	(Mestrado) – Universidade F de Pós-Graduação em Enge	ederal de Pernambuco. nharia Elétrica, 2006.
	Inclui bibliog	rafia e Anexos.	
	1. Engenhar 4 Microeletrônic	ia Elétrica. 2.RTD Planar. 3.S a I Título	Sensor Inteligente.
			UFPE
	621.3	CDD (22. ed.)	BCTG/2008-105
1			



Universidade Federal de Pernambuco Pós-Graduação em Engenharia Elétrica

PARECER DA COMISSÃO EXAMINADORA DE DEFESA DE TESE DE MESTRADO ACADÊMICO DE

ISABELA BARRETO VASCONCELOS

TÍTULO

"FABRICAÇÃO DE RTD PLANAR PARA IMPLEMENTAÇÃO DE SENSOR INTELIGENTE DE TEMPERATURA"

A comissão examinadora composta pelos professores: EDVAL JOSÉ PINHEIRO SANTOS, DES/UFPE, IOSHIAKI DOI, DMCSI/UNICAMP e JOSÉ SÉRGIO DA ROCHA NETO, DEE/UFCG sob a presidência do primeiro, consideram a candidata **ISABELA BARRETO VASCONCELOS APROVADA**.

Recife, 30 de outubro de 2006.

JOAQUIM FERREIRA MARTINS FILHO Coordenador do PPGEE

IOSHIAKI DOI Membro Titular Externo

Orientador e Mémbro Titular Interno

EDVAL JOSÉ PINHEIRO/SANTOS

Membro Titular Externo

Dedico este trabalho à minha família e ao meu grande companheiro.

Agradecimentos

As seguintes pessoas merecem agradecimentos que dificilmente serão bem expresso por palavras:

- Ao Professor Edval Santos pela ajuda, orientação e confiança depositada, durante toda a execução deste trabalho;
- Agradeço, muito especialmente, a Diego, meu grande amor, pela ajuda, paciência, companheirismo em todos os momentos e pela dedicação incansável;
- Ao Professor Hugo Guerra, meu pai, por todo o incentivo e auxílio nos momentos de maiores dificuldades;
- À Anelle, minha grande amiga e sempre companheira de estudo;
- À Andrelina, Suzy e Luzinete pela companhia nas horas de decanso no LDN;
- À minha mãe, Zélia, meus irmãos, Ricardo e Vanessa, e meu avô Marinho que tudo fizeram para me tranqüilizar e alegrar.

ISABELA BARRETO VASCONCELOS

Universidade Federal de Pernambuco 23 de Outubro de 2006

Resumo da Dissertação apresentada à UFPE como parte dos requisitos necessários para obtenção do grau de Mestre em Engenharia Elétrica.

Fabricação de RTD planar para implementação de sensor inteligente de temperatura

Isabela Barreto Vasconcelos

Outubro/2006

Orientador: Edval J. P. Santos, Ph.D. Área de Concentração: Eletrônica Palavras-chaves: RTD planar; sensor inteligente; temperatura; microeletrônica Número de páginas: xv+153

Foram desenvolvidas etapas de processo para fabricação de estruturas resistivas planares e circuitos de condicionamento com conversor e microcontrolador para a construção de sensores inteligentes de temperatura. O objetivo é integrar esse sensor a um sistema capaz de medir a pressão para utilizar na medida da vazão de fluidos em ambientes agressivos, como em um poço de petróleo. O *Resistive Temperature Detector*, RTD, planar pode ser fabricado utilizando técnicas de microeletrônica, o que permite projetar sua integração com outras partes do circuito em um mesmo chip ou como circuito híbrido em substrato cerâmico. O RTD fabricado foi caracterizado quanto às dimensões e a resistividade. Foi construída uma estação de testes com temperatura variável para avaliar o desempenho do RTD fabricado com relação à variação de temperatura. Nessa caracterização observou-se uma variação bastante linear do valor da resistência com a temperatura, próximo de valores obtidos com RTD comerciais, utilizados para comparação.

Para tornar o RTD um sensor inteligente de temperatura, foram examinadas duas arquiteturas: a primeira utilizando um conversor analógico-digital e um microcontrolador e a segunda colocando o RTD como parte de um oscilador e utilizando um conversor de freqüência para digital. Thesis dissertation abstract presented to UFPE as a partial fulfillment of the requirements for the degree of Master in Electrical Engineering.

Planar RTD Fabrication for smart temperature sensor

Isabela Barreto Vasconcelos

October/2006

Supervisor: Edval J. P. Santos, Ph.D. Area of Concentration: Electronics Keywords: Planar RTD, smart sensor, temperature, microelectronics Number of pages: xv+153

Processing steps for the fabrication of planar resistive structures and conditioning circuits with converter and microcontroller for the fabrication of temperature smart sensors have been developed. The goal is to integrate this sensor into a system capable of performing pressure measurements for the determination of flowrate in agressive environment, such as in a oil well. Planar RTD can be manufactured with microelectronics techniques, which makes possible the integration with other subcircuits in one single chip or as a hybrid, using ceramic substrate. The manufactured RTD has been characterized with respect to dimensions and resistivity. A variable temperature test station has been built to evaluate the behavior of the RTD with respect to temperature. In the characterization has been observed that the manufactured RTD displays a highly linear dependence of the resistance value with temperature. The measured values are close to commercial RTDs, used for comparison.

To transform the RTD into a temperature smart sensor, two different architecture are examined: the first one using a analog-digital converter and microcontroller, and the second one places the RTD as part of an oscillator and uses a frequency to digital converter.

Conteúdo

Agrad	ecimentos	iv
Resum	10	v
Abstra	act	vi
Lista c	le Tabelas	x
Lista c	le Figuras	xii
Capítu	ilo 1 Introdução	1
1.1	Introdução	1
1.2	Sensores	3
	1.2.1 Sensores de Temperatura	4
1.3	Sensores Inteligentes	18
	1.3.1 <i>IEEE 1451</i>	18
1.4	Escolha do sensor de temperatura	23
1.5	Organização da Dissertação	24
Capítu	ılo 2 Fabricação de RTDs Planares	26
2.1	Introdução	26
2.2	Revisão Teórica	27
	2.2.1 Projeto do RTD	27
	2.2.2 Limpeza RCA	29
	2.2.3 Deposição de Filmes Finos	30
	2.2.4 Recozimento	33
	2.2.5 Fotolitografia	34

	2.2.6 Corrosão	35
2.3	Fabricação Realizada	35
	2.3.1 Considerações Gerais sobre as Fabricações Realizadas	35
	2.3.2 Os Ensaios Preliminares	45
	2.3.3 O Processo de Fabricação 1	47
	2.3.4 O Processo de Fabricação 2	52
	2.3.5 O Processo de Fabricação 3	57
2.4	Conclusão	60
Capítu	1103 Planejamento Experimental para Fabricação de RTDs Plana	ares 62
3.1	Introdução	62
3.2	Planejamento Experimental	63
	3.2.1 O Planejamento Ortogonal	65
	3.2.2 O Planejamento Ortogonal aplicado à fabricação de RTDs	72
	3.2.3 O Planejamento Ortogonal realizado	79
3.3	Conclusão	81
Capítu	ılo 4 Caracterização dos RTDs Fabricados	83
Capítu 4.1	ılo 4 Caracterização dos RTDs Fabricados Introdução	83 83
Capítu 4.1 4.2	1 10 4 Caracterização dos RTDs Fabricados Introdução	83 83 83
Capítu 4.1 4.2 4.3	Ilo 4 Caracterização dos RTDs Fabricados Introdução	83 83 83 90
Capítu 4.1 4.2 4.3 4.4	Ilo 4 Caracterização dos RTDs Fabricados Introdução	83 83 83 90 98
Capítu 4.1 4.2 4.3 4.4 4.5	Introdução Introdução <td>83 83 83 90 98 101</td>	83 83 83 90 98 101
Capítu 4.1 4.2 4.3 4.4 4.5 4.6	Introdução Introdução <td> 83 83 90 98 101 106 </td>	 83 83 90 98 101 106
Capítu 4.1 4.2 4.3 4.4 4.5 4.6 4.7	Introdução Introdução <th> 83 83 90 98 101 106 111 </th>	 83 83 90 98 101 106 111
Capítu 4.1 4.2 4.3 4.4 4.5 4.6 4.7 Capítu	alo 4 Caracterização dos RTDs Fabricados Introdução Características Físicas Características Elétricas Caracterização da Fabricação 1 Caracterização da Fabricação 2 Caracterização da Fabricação 3	 83 83 90 98 101 106 111 113
Capítu 4.1 4.2 4.3 4.4 4.5 4.6 4.7 Capítu 5.1	alo 4 Caracterização dos RTDs Fabricados Introdução	 83 83 90 98 101 106 111 113 113
Capítu 4.1 4.2 4.3 4.4 4.5 4.6 4.7 Capítu 5.1 5.2	alo 4 Caracterização dos RTDs Fabricados Introdução Características Físicas Características Elétricas Caracterização da Fabricação 1 Caracterização da Fabricação 2 Caracterização da Fabricação 3 Caracterização da Fabricação 3 Conclusão Introdução Conversão de Temperatura	 83 83 90 98 101 106 111 113 114
Capítu 4.1 4.2 4.3 4.4 4.5 4.6 4.7 Capítu 5.1 5.2	alo 4 Caracterização dos RTDs Fabricados Introdução Características Físicas Características Elétricas Caracterização da Fabricação 1 Caracterização da Fabricação 2 Caracterização da Fabricação 3 Caracterização da Fabricação 3 Conclusão Introdução Conclusão Sensores Inteligentes Conversão de Temperatura 5.2.1	 83 83 90 98 101 106 111 113 114 114
Capítu 4.1 4.2 4.3 4.4 4.5 4.6 4.7 Capítu 5.1 5.2	alo 4 Caracterização dos RTDs Fabricados Introdução Características Físicas Características Elétricas Caracterização da Fabricação 1 Caracterização da Fabricação 2 Caracterização da Fabricação 3 Caracterização da Fabricação 3 Conclusão Introdução Conclusão Conversão de Temperatura 5.2.1 Configuração Utilizando Circuito Oscilador 5.2.2 UFDC - 1 (Universal Frequency to Digital Converter)	 83 83 90 98 101 106 111 113 114 114 114 116
 Capítu 4.1 4.2 4.3 4.4 4.5 4.6 4.7 Capítu 5.1 5.2 	alo 4 Caracterização dos RTDs Fabricados Introdução Características Físicas Características Elétricas Caracterização da Fabricação 1 Caracterização da Fabricação 2 Caracterização da Fabricação 3 Caracterização da Fabricação 3 Conclusão Introdução Conclusão Introdução Conversão de Temperatura 5.2.1 Configuração Utilizando Circuito Oscilador 5.2.3 Configuração Utilizando Conversor A/D	 83 83 90 98 101 106 111 113 114 114 116 119

	5.2.5 Circuito de Condicionamento	122
	5.2.6 O Conversor Analógico-Digital	123
	5.2.7 O Microcontrolador	124
5.3	A proposta do sensor inteligente	125
5.4	Conclusão	129
Capítu	lo 6 Conclusões	131
Apênd	ice A Resistividade de filmes finos	135
A.1	Detalhes do Experimento	135
A.2	Resultados Experimentais	136
Apênd	ice B Automação da Caracterização dos RTDs	139
Apênd B.1	ice B Automação da Caracterização dos RTDs Protocolo Multímetro	139 140
Apênd B.1 B.2	ice B Automação da Caracterização dos RTDs Protocolo Multímetro	139 140 142
Apênd B.1 B.2 B.3	ice B Automação da Caracterização dos RTDs Protocolo Multímetro	 139 140 142 145
Apênd B.1 B.2 B.3 Apênd	ice B Automação da Caracterização dos RTDs Protocolo Multímetro	 139 140 142 145 147
Apênd B.1 B.2 B.3 Apênd C.1	ice B Automação da Caracterização dos RTDs Protocolo Multímetro	 139 140 142 145 147 147
Apênd B.1 B.2 B.3 Apênd C.1 C.2	ice B Automação da Caracterização dos RTDs Protocolo Multímetro	 139 140 142 145 147 147 148
Apênd B.1 B.2 B.3 Apênd C.1 C.2	ice B Automação da Caracterização dos RTDs Protocolo Multímetro Protocolo Impedancímetro Programação em Visual Basic ice C Estação de testes e Encapsulamento projetados Estação de Teste Encapsulamentos C.2.1 Encapsulamento tipo A	 139 140 142 145 147 147 148 148

Lista de Tabelas

2.1	Faixa de temperatura dos RTDs de acordo com o metal.	28
2.2	Temperatura de fusão dos metais	39
2.3	Experimentos para encontrar tempos de exposição e revelação	42
2.4	Situação da Metalização 1 (Fabricação 1).	48
2.5	Situação da Metalização 2 (Fabricação 1).	49
2.6	Situação da Metalização 3 (Fabricação 1).	50
2.7	Situação da Metalização 4 (Fabricação 1).	50
2.8	Fotolitografia e Corrosão do Processo de Fabricação 1	51
2.9	Situação da Metalização 1 (Fabricação 2).	52
2.10	Situação da Metalização 2 (Fabricação 2).	53
2.11	Situação da Metalização 3 (Fabricação 2).	53
2.12	Situação da Metalização 4 (Fabricação 2).	54
2.13	Fotolitografia e Corrosão do Processo de Fabricação 2	57
2.14	Situação da Metalização 1 (Fabricação 3).	58
2.15	Fotolitografia e Corrosão do Processo de Fabricação 3	61
3.1	Exemplo de Tabela Ortogonal	66
3.2	Exemplo: Niveis de Parâmetros de Entrada	68
3.3	Tabela Ortogonal do Exemplo	69
3.4	Resultados do Exemplo.	69
3.5	Níveis para otimização da metalização.	75
3.6	Planejamento experimental para otimização da metalização	75
3.7	Níveis para otimização da fotolitografia e corrosão.	78
3.8	Planejamento experimental para otimização da fotolitografia e corrosão.	79
3.9	Resultado do Planejamento Experimental.	80

3.10	Resultado do Novo Planejamento Experimental	81
4.1	Resultados obtidos para resistência de folha e resistividade do filme de	
	níquel sobre vidro na fabricação 1	99
4.2	Resultado da medição de largura dos RTDs da fabricação 2	103
4.3	Resistência de folha e resistividade do filme de níquel da lâmina Y	
	(alumina) na fabricação 2	104
4.4	Resistência de folha e resistividade do filme de níquel da lâmina W	
	(alumina) na fabricação 2	104
4.5	Resultado da medição de largura dos RTDs da fabricação 3	108
4.6	Resistência de folha e resistividade do filme de níquel da lâmina Y	
	(alumina) na fabricação 3	109
4.7	Resistência de folha e resistividade do filme de níquel da lâmina Z	
	(vidro) na fabricação 3	109

Lista de Figuras

1.1	Exemplo de circuito híbrido onde o transdutor está montado em um	
	substrato de alumina e um outro chip contém a eletrônica necessária,	
	tudo em um mesmo encapsulameno	2
1.2	Circuito básico de um termopar, dois metais diferentes estão soldados	
	em uma extremidade e as duas extremidades estão sujeitas a temper-	
	aturas diferentes.	5
1.3	Curva de temperatura (°C) \times tensão (mV) para diferentes tipos de	
	termopar: E, J, T, K, N, R, S, B	6
1.4	Curvas características de termistores NTC, comparadas a um RTD de	
	platina	10
1.5	Curvas características para RTD de níquel, platina e cobre	14
2.1	Etapas da fabricação	26
2.2	Dimensões do RTD	29
2.3	Evaporadora <i>Edwards AUTO 306</i> disponível no LDN	37
2.4	Pressão interna da câmara em função do tempo	38
2.5	Spinner programável SCS G3P-12 Spincoat do LDN	40
2.6	Sistema OAI modelo LS30/5 - 200W NUV do LDN. \ldots	41
2.7	Recipiente em Filamento	45
2.8	Recipiente em Cesta tipo A (mais fechada).	46
2.9	Recipiente em Cesta tipo B (mais aberta).	47
2.10	Recipiente em cesta revestida de alumina	54
2.11	Cesta revestida de alumina utilizada.	55
2.12	Nomeação de acordo com a disposição das Lâminas	56
2.13	Nomeação (A, B e C) de acordo com a divisão das lâminas	56

2.14	Foto dos RTDs fabricados	59
3.1	Gráficos da função de saída R em termos da variação dos parâmetros	
	de entrada.	70
4.1	Perfilômetro Mitutovo SJ - 201.	84
4.2	Perfil do RTD de níquel sobre alumina.	85
4.3	Rugosidade da alumina.	86
4.4	Rugosidade do vidro.	86
4.5	Rugosidade do silício	86
4.6	Perfil do BTD de níquel (561, $3nm$) sobre vidro	87
4.7	Microscópio Eletrônico de Varredura IEOL6460	88
4.8	Medição de Largura a partir do MEV <i>IEOL6460</i>	88
4.0 1.0	Ni sobre alumina na 3^a fabricação com recozimento de 3b30 (ampliação	00
4.5	10.000 vezes).	89
4.10	Ni sobre vidro na 3^a fabricação com recozimento de 3h30 (ampliação	
	20.000 vezes).	89
4.11	Alumina com ampliação de 5.000 vezes	89
4.12	Ni sobre alumina na 3 ^a fabricação com recozimento de 3h30 (ampliação	
	5.000 vezes).	89
4.13	Estrutura de testes com ampliação de 300 vezes	90
4.14	Quina da estrutura do RTD com ampliação de 250 vezes	91
4.15	Estrutura do RTD com ampliação de 30 vezes	91
4.16	Diagrama para montagem da medição das 4 pontas de prova	92
4.17	Aparato experimental utilizado para medição de 4 pontas	93
4.18	Plataforma de testes desenvolvida	94
4.19	Tela do programa desenvolvido.	95
4.20	Arquivo com os dados coletados	96
4.21	Comparação entre as curvas medida e fornecida do RTD Ni-1000 co-	
	mercial. A temperatura da chapa aquecedora é medida com um ter-	
	mopar sem pasta térmica.	97
4.22	Comparação entre as curvas medida e fornecida do RTD Ni-1000 co-	
	mercial, utilizando pasta térmica.	97

4.23	Curva R \times T para RTDs da fabricação 1	100
4.24	Curva (R/R_0) × T para RTDs da fabricação 1	101
4.25	Localização das lâminas na metalizadora	102
4.26	Subdivisão da lâmina em fileiras.	102
4.27	Fileiras com serrilhado	102
4.28	Curva R \times T para RTDs de menor comprimento da fabricação 2. $$.	105
4.29	Curva R \times T para RTDs de maior comprimento da fabricação 2	105
4.30	Curva (R/R_0) × T para RTDs da fabricação 2	106
4.31	Falta de aderência do Ni sobre vidro.	109
4.32	Curva R \times T para RTDs de maior comprimento da fabricação 3	110
4.33	Curva (R/R_0) × T para RTDs da fabricação 3	111
5.1	Exemplo de oscilador de relaxação que pode ser utilizado para trans-	
	formar a variação da resistência do transdutor em variação de freqüência	.114
5.2	Diagrama de blocos da configuração utilizando circuito oscilador	115
5.3	Bloco básico do UFDC	118
5.4	Diagrama de blocos da configuração utilizando conversor A/D	119
5.5	Conexão a dois fios	120
5.6	Conexão a três fios.	121
5.7	Conexão a quatro fios.	121
5.8	Esquemático da montagem do sensor inteligente	125
5.9	Configuração para fonte de corrente.	126
5.10	Montagem da conexão a três fios.	127
5.11	Circuito de condicionamento proposto.	128
5.12	Conexões do PIC	128
5.13	Fluxograma da programação do PIC	129
A.1	A resistividade de filmes de cobre e níquel como função da espessura	
	do filme, mantendo a temperatura do substrato constante (373 K) e a	
	taxa de deposição entre $5-10nm/s$ para o cobre e $12-14nm/s$ para	
	o níquel	136

A.2	A resistividade de um filme de cobre e níquel com espessura de 1000nm	
	como função da temperatura do substrato. As taxas de deposição	
	foram mantidas em 5-10nm/s e 12-14nm/s para o cobre e o níquel	
	respectivamente.	137
A.3	A resistividade de um filme de cobre e níquel com 1000 nm de espessura	
	como função da taxa de deposição em um substrato de temperatura	
	constante (373 K). \ldots \ldots \ldots \ldots \ldots \ldots \ldots	138
B.1	Multímetro digital <i>Minipa</i> $ET - 2600$	140
B.2	Definição dos bits de dados utilizados pelo multímetro	140
B.3	Protocolo de comunicação do multímetro	141
B.4	Tabela de códigos para configuração do multímetro	141
B.5	Impedancímetro SR720 da Stanford Research.	142
B.6	Painel traseiro do impedancímetro.	143
B.7	Códigos de configuração da comunicação do impedancímetro	143
B.8	Códigos utilizados pelo impedancímetro.	144
B.9	Parâmetros de configuração do Impedancímetro	144
B.10	Fluxograma da programação desenvolvida	145
C.1	Estação de testes	147
C.2	Encapsulamento tipo A com fenda estreita para inserção	148
C.3	Encapsulamento tipo B com fenda de seção transversal circular	149

Capítulo 1

Introdução

1.1 Introdução

A necessidade de se obter informações cada vez mais fiéis sobre a produção de petróleo, seja para monitoramento, seja para medição fiscal, tem causado um grande aumento na quantidade de sensores e dados coletados. Em particular, a necessidade de se medir vazão, pressão e temperatura no fundo do poço representa uma dificuldade para os circuitos eletrônicos convencionais devido às altas temperaturas, necessidade de alimentação e o problema de transferência de dados. Nestas situações, o transdutor pode ser separado do circuito de condicionamento, do processador e do subcircuito de comunicação em rede, ficando posicionados a grandes distâncias, em ambientes menos hostis. Este afastamento prejudica a confiabilidade do sinal coletado, devido à existência de interferência e aumenta bastante os custos com cabeamento, além do problema da fonte de alimentação.

Para resolver estes problemas, seria interessante desenvolver sensores integrados nos quais o transdutor e a eletrônica de condicionamento possam ser submetidos a ambientes hostis. A tecnologia SOI (*Silicon On Insulator*) pode ser utilizada nesse desenvolvimento, uma vez que é capaz de suportar altas temperaturas.

O conjunto de sensores possibilitaria a medição dos parâmetros necessários sob mesmas condições, minimizando os erros existentes atualmente, resultantes do afastamento entre os sensores. Estes erros exigem técnicas de compensação mais elaboradas, aumentando a complexidade do sistema e, conseqüentemente, os custos do



Figura 1.1: Exemplo de circuito híbrido onde o transdutor está montado em um substrato de alumina e um outro chip contém a eletrônica necessária, tudo em um mesmo encapsulameno.

mesmo.

A integração dos sensores junto com a eletrônica de condicionamento e comunicação possibilitaria a ligação destes sensores em rede, permitindo a interligação de vários conjuntos de sensores em barramento, aumentando a versatilidade e diminuindo consideravelmente os custos com cabeamento. A comunicação digital possibilitaria ainda a utilização de técnicas de confirmação das medidas e correção de erros, aumentando a confiabilidade do sinal medido.

Levando em consideração as vantagens alcançadas com a utilização de sensores integrados, o objetivo deste trabalho foi dar o primeiro passo para a elaboração desses sensores, fabricando e caracterizando sensores de temperatura adequados para trabalhar nas condições almejadas.

O sensor de temperatura desenvolvido deve ser capaz de medir temperaturas em ambientes agressivos (uma vez que o substrato escolhido para a fabricação deste sensor é a alumina), como é o caso de dutos de petróleo, satisfazendo a necessidade do projeto Rede de Instrumentação e Controle, 10-08, com apoio FINEP/CTPETRO e PETROBRÁS/CENPES para monitoramento de vazão. Futuramente, o sensor fabricado e caracterizado poderá ser combinado em um mesmo encapsulamento com a eletrônica de condicionamento e comunicação desenvolvida em tecnologia SOI, utilizando o conceito de circuito híbrido (Figura 1.1).

A medição da vazão de fluidos pode ser realizada utilizando sensores de pressão em diversos arranjos, desde que os mesmos estejam calibrados para a temperatura de operação. No caso da aplicação em poços de petróleo, é comum se verificar variações de temperatura sob o sensor de pressão ao longo do tempo. Portanto, faz-se necessário desenvolver um sensor de temperatura para ser montado próximo ao sensor de pressão, com o intuito de monitorar a temperatura sob o mesmo e assim, recalibrá-lo.

Nas primeiras duas seções a seguir serão apresentados o conceito de sensores inteligentes e um resumo da recente família de normas *IEEE 1451* para interfaces de comunicação de sensores inteligentes e possibilidade de criação de padrões de interface. Nas seções subseqüentes, será abordado um resumo dos principais tipos de sensores de temperatura utilizados em aplicações industriais, suas características e usabilidades.

1.2 Sensores

Transdutores de entrada ou sensores são elementos específicos que transformam uma determinada variável física de interesse em uma grandeza passível de processamento. Em geral, a variável de interesse é transformada em uma grandeza elétrica, já que com os recursos oferecidos pela eletrônica é possível efetuar uma série de processamentos posteriores [1].

Algumas das grandezas físicas que podem ser medidas através de sensores são: pressão, temperatura, luminosidade, velocidade, umidade, vazão, força, ângulo, distância, torque. Quando essas variáveis são medidas pelos elementos sensíveis em conjunto com circuitos eletrônicos, dá-se origem aos detectores. Portanto, os detectores transformam uma grandeza física em um sinal de tensão ou corrente que pode ser facilmente interpretado por um sistema de controle.

Existem uma série de características relacionadas aos sensores que devem ser consideradas, antes de se decidir qual o mais adequado para uma dada aplicação. São algumas delas: sensibilidade, exatidão, precisão, linearidade, faixa de medição, estabilidade, tempo de resposta, dimensões, vida útil e custo.

Vale salientar que existem três definições para sensibilidade. De maneira geral, a sensibilidade é quanto varia o sinal de saída (Sa) para uma variação da grandeza sendo medida (En). Seguem as definições [2]:

• Sensibilidade absoluta - razão entre a variação do sinal de saída e a variação da grandeza de entrada (Equação 1.1), é a mais comumente usada.

$$\frac{\Delta Sa}{\Delta En} \tag{1.1}$$

 Sensibilidade relativa da saída - razão entre a variação relativa do sinal de saída e a variação da grandeza de entrada (Equação 1.2). É particularmente interessante se o sinal de saída varia exponencialmente com relação a variação da grandeza de entrada.

$$\frac{\frac{\Delta Sa}{Sa}}{\Delta En} = \frac{\Delta \ln Sa}{\Delta En} \tag{1.2}$$

• Sensibilidade relativa - razão entre a variação relativa do sinal de saída e a variação relativa da entrada (Equação 1.3). Essa definição tem a vantagem de ser adimensional e pode ser de interesse quando o sinal de entrada e saída estão relacionados por uma potência ($Sa = (En)^{\alpha}$).

$$\frac{\frac{\Delta Sa}{Sa}}{\frac{\Delta En}{En}} = \frac{\Delta \ln Sa}{\Delta \ln En} \tag{1.3}$$

1.2.1 Sensores de Temperatura

Existem diversas tecnologias de sensores de temperatura. Cada uma delas pode ser utilizada nas mais variadas aplicações, dependendo dos requisitos solicitados. Portanto, para que a escolha seja adequada, deve-se levar em consideração: faixa de temperatura de utilização, robustez, sensibilidade, entre outras características.

Alguns exemplos de sensores de temperatura para aplicações industriais são: termopares, RTDs (*Resistance Temperature Detectors*), termistores, pirômetros (sensores por infravermelho) e termopilhas. Os três primeiros tipos serão abordados a seguir.

Termopar

Em 1821, Thomas Johann Seebeck descobriu que era possível gerar uma diferença de potencial entre os terminais livres de dois metais unidos em uma das extremidades. Para tanto, bastava que existisse uma diferença de temperatura entre as extremidades livres dos metais e as extremidades unidas. Este potencial elétrico criado pela dife-



Figura 1.2: Circuito básico de um termopar, dois metais diferentes estão soldados em uma extremidade e as duas extremidades estão sujeitas a temperaturas diferentes.

rença de temperatura ficou conhecido como a força eletromotriz Seebeck e é a base do princípio de funcionamento dos sensores termopares.[3]

A magnitude do potencial termoelétrico depende da composição dos condutores escolhidos e da diferença de temperatura a que o sensor está submetido. Desta forma, para se determinar a temperatura, é necessário manter uma das junções sob temperatura conhecida e controlada. Na Figura 1.2 está ilustrado um circuito básico de um sensor termopar [4, 5, 6]. Pode-se dizer, então, que o termopar é um dispositivo que converte energia térmica em energia elétrica.

Dependendo da escolha do material que o constitui e do seu encapsulamento, o termopar pode cobrir uma faixa de temperatura que vai de -270 °C a 2000 °C. Os termopares fornecem medidas exatas e confiáveis, mesmo sob condições mecânicas, químicas e elétricas extremas. A exatidão alcançada depende da temperatura que está sendo medida, da escolha dos metais utilizados e do método utilizado para a determinação da força eletromotriz produzida. Para temperaturas próximas à ambiente, a exatidão fica entre 0, 1 °C - 0, 2 °C, enquanto para temperaturas muito altas, a exatidão pode está na ordem de 5 °C - 10 °C [3, 7, 8].

Uma vez que os termopares só são capazes de determinar diferenças de temperatura, a temperatura da junção de referência afeta o resultado da medida. Existem tabelas normalizadas para cada tipo de termopar, indicando a tensão produzida para todos os valores de temperatura suportados. Essas tabelas foram padronizadas por diversas normas internacionais e levantadas de acordo com a Escala Prática Internacional de Temperatura de 1968 (IPTS-68), recentemente atualizada pela ITS-90 (*International Temperature Scale de 1990*), para os termopares mais utilizados. A partir dessas tabelas pode-se construir um gráfico relacionando a temperatura e a



Figura 1.3: Curva de temperatura (°C) × tensão (mV) para diferentes tipos de termopar: E, J, T, K, N, R, S, B.

tensão gerada entre os terminais metálicos, como pode ser visto na Figura 1.3 [9].

Todas as tabelas normalizadas fornecem os valores da tensão de saída do termopar considerando que sua segunda junção, a junção fria, é mantida a exatamente a 0°C. Desta forma, se a temperatura de referência desvia-se de 0°C, é necessário adicionar ou subtrair a força eletromotriz térmica associada à temperatura de referência. Antigamente a temperatura da junção fria era obtida conservando tal junção em água com gelo (daí o termo compensação por junção fria). Contudo, devido à dificuldade de manutenção do gelo nas condições necessárias, optou-se por medir a temperatura da junção fria e compensar a diferença para o 0°C.

Tipicamente a temperatura da junção fria é medida por um termistor de precisão. A leitura desta segunda temperatura, em conjunto com a leitura do valor da tensão do próprio termopar é utilizada para o cálculo da temperatura verificada na extremidade do termopar. Em aplicações menos exigentes, a compensação da junção fria é feita por um semicondutor sensor de temperatura, combinando o sinal do semicondutor com o do termopar [10]. É importante salientar a importância da precisão na compensação por junção fria; qualquer erro na medição da temperatura desta junção ocasionará erros na medição da temperatura da extremidade do termopar. Quanto maior a precisão requerida pelo termopar utilizado, maior deverá ser a precisão do sensor utilizado na junta fria.

Além de erros devidos à temperatura de referência, os termopares de mesmo tipo podem também apresentar diferenças de medição. Isto ocorre devido à grande dependência da força eletromotriz térmica produzida, com a composição dos metais constituintes do sensor e de qualquer impureza adicional que eles possam conter. Também é importante salientar que sendo um sinal de tensão de baixíssima potência, o sinal do termopar está sujeito a interferência, além de ser necessário uma altíssima impedância de entrada no circuito de medição.

Outra fonte de erros de medição é ocasionada pelas mudanças nas propriedades termoelétricas do fio do termopar devido a estresses mecânicos submetidos ao mesmo.

Em medições de laboratório, os fios do termopar, por estarem bastante próximos ao instrumento de medida, se conectam diretamente a ele. Já nas aplicações industriais, onde o instrumento se encontra, normalmente, distante do termopar, a conexão é realizada através de fios especiais chamados: fios de extensão e fios de compensação.

Os fios de extensão são fabricados com as mesmas ligas dos fios termopares. Eles são usados quando o termopar é composto por metais não nobres, de baixo custo. O custo desses fios de extensão pode ser ainda reduzido, usando-se ligas de menor pureza. Isto é possível pois tais ligas só necessitam manter suas características nas temperaturas a que os fios estão submetidos, temperaturas que, em geral, são bem inferiores às medidas pelo termopar.

Os fios de compensação, por sua vez, são utilizados quando o termopar é composto por metais ou ligas de alto custo. Nestes casos, são utilizadas ligas diferentes das do termopar, mas que apresentam comportamento termoelétrico similar na faixa de temperatura do ambiente de trabalho do fio [7, 10].

Existem diversos tipos de termopares utilizados comercialmente, se diferenciando pelos metais utilizados na sua composição. Seguem abaixo alguns dos principais termopares utilizados [10]:

• Tipo K (Cromel / Alumel) - O termopar tipo K é um termopar de uso genérico

e baixo custo. Cobre temperaturas entre -200 °C e 1200 °C, tendo uma sensibilidade de aproximadamente $41\mu V/$ °C.

- Tipo E (Cromel / Constantan) O termopar tipo E possui alta sensibilidade (68 μV/°C), sendo adequado para aplicações em baixas temperaturas.
- Tipo J (Ferro / Constantan) Por apresentar uma faixa de operação limitada (-40 °C a 40 °C), este tipo de termopar é menos utilizado do que o tipo K, apresentado anteriormente. Aplica-se, sobretudo, em equipamentos mais antigos e incompatíveis com termopares mais modernos.
- Tipo N (Nicrosil / Nisil) Por apresentar alta estabilidade e resistência à oxidação mesmo a altas temperaturas, o termopar tipo N, torna-se adequado para medições em temperaturas elevadas. Este termopar foi desenvolvido para ser uma "evolução" do tipo K, chegando até mesmo a substituir, em algumas aplicações, termopares que incorporam platina em sua constituição (tipos B, R e S).
- Tipo B (Platina / Ródio-Platina) Os termopares tipo B, assim como os termopares tipo R e S, são transdutores mais estáveis, contudo, devido à sua reduzida sensibilidade e resolução (da ordem dos 10 μV/°C), são utilizados apenas para medir temperaturas acima dos 300°C. Os termopares tipo B são adequados para medição de temperaturas até 1800°C. Diferentemente dos demais termopares, este fornece a mesma tensão na saída entre 0°C e 42°C, impedindo sua utilização em temperaturas inferiores a 50°C.

Termistor

O termistor é um sensor de temperatura baseado na mudança de resistência do elemento transdutor com a temperatura. Um termistor se diferencia de um RTD, que será tratado mais adiante, por que o elemento transdutor utilizado é um semicondutor, ao invés de um metal.

Os materiais semicondutores que os constituem, tipicamente óxidos metálicos (cobre, cobalto, manganês, níquel, titânio), oferecem grandes mudanças em suas resistências para pequenas variações de temperatura. Como conseqüência, os termistores podem ser fabricados em dimensões muito pequenas.

Podem-se dividir os termistores em dois tipos: NTC ou PTC. Os do primeiro tipo apresentam o coeficiente térmico negativo, ou seja, a resistência diminui com o aumento de temperatura. Os termistores do tipo PTC, ao contrário, têm o coeficiente térmico positivo, aumentando sua resistência com o aumento de temperatura. Este último é menos comum que os NTC.

Quando um termistor é selecionado para uma aplicação específica, a resistência mínima (a altas temperaturas, para um termistor NTC) deve ser alta o suficiente para evitar a sobrecarga do dispositivo de leitura. Da mesma forma, a resistência máxima (a baixas temperaturas) não deve ser tão grande a ponto de o ruído tornar-se um sério problema. A faixa de resistência típica de termistores é de 2000 Ω a 5000 Ω .

A Equação 1.4 relaciona resistência com temperatura, para um termistor NTC [5].

$$R = R_0 e^{\left(\beta \left(\frac{1}{T} - \frac{1}{T_0}\right)\right)} \tag{1.4}$$

onde:

R é a resistência do termistor a temperatura T;

 R_0 é a resistência do termistor na temperatura de referência T_0 ;

 β é uma constante do material que varia de 3000 a 5000 K;

 $T \in T_0$ são temperaturas absolutas, em K.

Devido a dependência exponencial, a sensibilidade de um termistor, mostrada na Equação 1.5, é obtida a partir da Equação 1.2 [5].

$$S = \frac{\frac{\Delta R}{R}}{\Delta T} = \frac{-\beta}{T^2} \tag{1.5}$$

A determinação precisa da temperatura deve ser feita medindo-se a resistência e usando-se uma tabela de calibração. Na Figura 1.4, podem-se observar curvas típicas para uma família de termistores NTC [11]. A linearidade da saída do termistor pode ser melhorada usando-se circuitos potenciométricos modificados, no entanto, esses circuitos reduzem a sensibilidade e a saída do termistor, não sendo, então, recomendados.

Pela Equação 1.5, pode-se perceber que os termistores possuem alta sensibilidade.



Figura 1.4: Curvas características de termistores NTC, comparadas a um RTD de platina.

Por exemplo, para um termistor de $\beta = 4000 K$ e T = 298 K, a sensibilidade é igual a -0,045/K, bem maior que a de um RTD de platina que apresenta uma sensibilidade de 0,0035/K. A alta sensibilidade dos termistores resulta em grande amplitude do sinal de saída, além de boa exatidão e boa resolução.

Os termistores são utilizados, normalmente, para aplicações com temperaturas entre 0 °C e 150 °C. Acima deste valor, a estabilidade do mesmo começa a decrescer significativamente, prejudicando a medição [12].

Os erros resultantes dos efeitos da resistência do fio de ligação são geralmente pequenos o suficiente para permitir que sejam desprezados, mesmo para fios relativamente longos. Isso acontece, pois, a resistência do termistor é muito maior que a resistência dos fios de ligação. Além disso, como a sensibilidade do termistor é muito alta, as mudanças em sua resistência, devido a variações de temperatura, são muito superiores às pequenas variações de resistência dos fios de ligação.

Erros de medida de temperatura podem ocorrer devido ao efeito de auto-aquecimento do elemento transdutor. Este efeito se deve à corrente gerada pela própria alimentação do sensor, e não devido à variação de temperatura do ambiente, ocasionando um aumento da temperatura do mesmo, mascarando a medição. Desta forma, recomenda-se que a corrente máxima a ser utilizada seja tal que a dissipação de potência corresponda a uma variação de temperatura menor que a exatidão desejada na medição de temperatura.

Os termistores têm suas vantagens em relação a outros sensores de temperatura e são amplamente usados na indústria. Como eles podem ser de pequenas dimensões, apresentam resposta rápida às variações de temperatura. Além disso, os termistores são bastante robustos, possibilitando sua aplicação em ambientes susceptíveis a choques e vibrações [5].

Avanços significativos na fabricação de termistores ocorreram nos últimos anos, permitindo que se obtenha estabilidade, reprodutibilidade e uma exatidão de 0.5%numa faixa de temperatura específica. Os termistores de precisão são fabricados desde a década de 80 e sua tecnologia tem evoluído bastante, no entanto, ainda são sensores relativamente caros.

RTD

Resistance Temperature Detector, RTD, é um sensor de temperatura que tem como elemento transdutor um metal, cujas características resistivas são alteradas linearmente com a variação de temperatura.

Historicamente, os estudos da relação entre a resistência elétrica dos metais e a temperatura tiveram início em 1821, com Humphry Davy. Entretanto, sua primeira aplicação em sensores ocorreu em 1871, quando Wilhelm Siemens utilizou a platina como elemento sensível. Sua firma (*Siemens*) produziu os primeiros sensores resistivos e os equipamentos utilizados para a medição de temperatura, mas teve problemas de estabilidade e falta de precisão nas medidas [3].

Em seguida, o físico inglês Hugh Longburne Callendar elaborou experimentos e melhorou sensivelmente o método. Callendar propôs uma equação parabólica para relacionar a resistência da platina à temperatura, a partir de resultados práticos obtidos com termômetro.

Mais tarde, resistores de níquel e cobre foram introduzidos como uma alternativa mais barata em relação à platina. Em 1925, Van Dusen propôs a adição de um terceiro termo à equação de Callendar. Esse termo adicional melhorou a precisão na faixa de temperatura entre o ponto de ebulição do oxigênio até o ponto de congelamento da água ($-218 \,^{\circ}$ C a $0 \,^{\circ}$ C). As equações características dos RTDs são mostradas nas Equações 1.6 e 1.7 [13].

Para temperaturas entre -200 °C e 0 °C:

$$R(T) = R_0 [1 + AT + BT^2 + C(T - 100)T^3]$$
(1.6)

Para temperaturas entre 0 °C e 850 °C :

$$R(T) = R_0[1 + AT + BT^2]$$
(1.7)

onde:

R(T) é a resistência do RTD à temperatura T;

 R_0 é a resistência nominal do RTD na temperatura de referência T_0 ;

T é a temperatura em °C;

 $A, B \in C$ são coeficientes de calibração.

Os fabricantes destes sensores fornecem essas equações características, explicitando todos os coeficientes de calibração. A partir desses dados fornecidos, podem-se conectar os RTDs a um sistema de monitoramento e determinar a temperatura de acordo com a resistência medida. Muitas vezes, ao invés de um polinômio de segunda ordem, como mostrado na Equação 1.7, os fabricantes fornecem polinômios de ordens mais elevadas, como é o caso dos RTDs comerciais utilizados neste trabalho (que são caracterizados com um polinômio de sexta ordem).

Na prática, o funcionamento de um RTD é muito simples. Aplica-se uma corrente constante ao sensor (corrente de excitação) e mede-se a variação de tensão correspondente nos terminais do mesmo. Esta variação de tensão ocorre devido à variação da resistência do RTD com a temperatura ambiente. Esses valores de tensão são, então, convertidos em valores de temperatura, de acordo com o elemento sensível utilizado.

Para determinar a temperatura a partir de uma resistência medida, é necessário utilizar um conjunto de diferentes equações e coeficientes. Para temperaturas superiores a 0 °C, por exemplo, deve-se utilizar a Equação 1.8 [13].

$$T(^{o}C) = \frac{R_{T} - R_{0}}{\gamma R_{0}} + \delta \left(\frac{T}{100} - 1\right) \left(\frac{T}{100}\right)$$
(1.8)

onde:

 R_T é a resistência do RTD à temperatura T;

 R_0 é a resistência nominal do RTD na temperatura de referência T_0 ;

T é a temperatura em °C;

 γ e δ são coeficientes de calibração.

As relações entre os coeficientes desta equação (Equação 1.8) com os coeficientes da Equação 1.7, podem ser vistas nas Equações 1.9 e 1.10.

$$\gamma = A + 100B \tag{1.9}$$

$$\delta = \frac{100A}{A + 100B} \tag{1.10}$$

Para determinar corretamente a temperatura utilizando a Equação 1.8, deve-se iterá-la no mínimo 5 vezes. O valor de temperatura calculado em cada uma das iterações deve convergir para seu valor real.

O RTD é fabricado comercialmente em duas configurações diferentes: fio enrolado ou filme fino. Na configuração do tipo fio enrolado, a porção sensível do RTD é uma bobina de pequeno diâmetro, alta pureza, e, normalmente, constituída de platina, cobre ou níquel. Esta bobina é enrolada em núcleos cerâmicos e encapsulada em tubos de aço inoxidável.

Já na configuração de filme fino, uma fina camada de metal é depositada num substrato cerâmico. O RTD de filme fino, ou planar, tem a vantagem de ser de fabricação mais simples e precisa, quando se utilizam técnicas de microeletrônica, além de poder ser fabricado em grande escala, com baixo custo. Por utilizarem técnicas de microeletrônica em sua fabricação, os RTDs planares podem ser utilizados na fabricação de sensores inteligentes integrados, isto é, sensores cuja eletrônica de condicionamento, processamento e comunicação se encontra em um mesmo chip, como será tratado no Capítulo 5.

Cada um dos metais utilizados como elementos resistivos do RTD (platina, níquel e cobre), possui um comportamento conhecido da variação de sua resistividade com



Figura 1.5: Curvas características para RTD de níquel, platina e cobre.

a temperatura, como visto na Figura 1.5. A relação linear, entre temperatura e resistência do RTD, simplifica a elaboração de um circuito de condicionamento de sinal, diminuindo consideravelmente os custos [13].

Basicamente existem três razões que configuram a seleção desses metais sobre outros. Primeiramente, estes três metais são disponíveis muito próximos de sua pureza máxima. Isto é importante para assegurar constância e repetibilidade no processo de fabricação. Em segundo lugar, estes metais oferecem uma excelente relação: temperatura \times resistência. Quando não perfeitamente linear, eles são muito mais lineares que outros sensores, como termopares. Por último, estes três metais oferecem condições para serem processados em fios extremamente finos [5].

A platina é o metal que tem a relação entre resistência e temperatura mais estável, para amplas faixa de temperaturas (de -200 °C a 850 °C). Ela também é o metal menos susceptível à contaminação do meio ambiente e que oferece maior estabilidade em longo prazo. Como a resistividade da platina é maior que a de outros metais, o RTD de platina também pode possuir dimensões menores. Entretanto, trata-se de um metal de alto custo, inviabilizando sua utilização em aplicações mais simples.

O cobre tem uma relação bastante linear de resistência com temperatura, entretanto, oxida em temperaturas moderadas, causando problemas de estabilidade em longo prazo, e não pode ser usado em temperaturas superiores a 150 °C.

O níquel, por sua vez, tolera razoavelmente as condições ambientais, no entanto,

tem uma faixa de temperatura limitada, pois a variação de resistência com temperatura para temperaturas acima de 300 °C torna-se muito não-linear. Dentre os três metais considerados acima, o níquel é o que tem maior sensibilidade.

Os fabricantes de RTDs comercias, além de especificarem o tipo de metal que é constituído o RTD, também especificam qual a sua resistência à temperatura de 0 °C (resistência nominal). Os mais comuns são de 100 Ω , mais também existem os de 50, 200, 500, 1000 ou 2000 Ω . Os RTDs de níquel, por exemplo, são denominados respectivamente os nomes: Ni-100, Ni-50, Ni-200, Ni-500, Ni-1000 e Ni-2000, de acordo com sua resistência nominal à temperatura de 0 °C.

O coeficiente de temperatura, α , de um RTD é uma função do material (metal ou liga metáica) e do método pelo qual o elemento foi fabricado. O alfa descreve a mudança na resistência do elemento por °C variado por Ω , do ponto de gelo ao ponto de ebulição da água. Sua definição pode ser vista na Equação 1.11 [4, 5, 14].

$$\alpha = \frac{R_{100} - R_0}{100 \times R_0} \tag{1.11}$$

onde:

 R_0 é a resistência do RTD na temperatura de referência 0 °C; R_{100} é a resistência do RTD a 100 °C.

O coeficiente de temperatura estabelece a inclinação da curva de calibração do RTD, independentemente da sua resistência nominal. Desta forma, ele pode ser utilizado para comparar RTDs e estabelecer padrões para o comportamento dos mesmos. Exemplos de padrões internacionais que consideram o coeficiente de temperatura são: DIN43760, American, ITS90/IEC751.

A sensibilidade do RTD depende do tipo de metal utilizado (coeficiente de temperatura) e da sua resistência nominal. A relação utilizada para calcular a sensibilidade é dada pela Equação 1.12. Para RTDs com resistência nominal de 100 Ω , por exemplo, as sensibilidades de RTDs de cobre, níquel e platina são dadas respectivamente por: 0,427; 0,672 e 0,385 Ω /°C.

$$S = R_0 \alpha \tag{1.12}$$

A Equação 1.13 relaciona a resistência do RTD à sua resistividade e dimensões (comprimento, largura e espessura).

$$R = \rho \frac{l}{wt} \tag{1.13}$$

onde:

 ρ = resistividade do metal;

l = comprimento;

w = largura;

t = espessura.

Sabendo que as dependências de cada um dos elementos da Equação 1.13 com a temperatura são dadas pelas Equações 1.14, 1.15 e 1.16. O coeficiente *a* corresponde a expansão térmica do material. Comparando os coeficientes *a* e α , observa-se que $a \ll \alpha$. Considerando como exemplo o níquel, têm-se os seguintes valores para os coeficientes: $a = 13,3 \times 10^{-6} / ^{\circ}$ C e $\alpha = 0,006 / ^{\circ}$ C. Como o coeficiente *a* visto nas Equações 1.14 e 1.15 é desprezível quando comparado com o coeficiente α da equação 1.16, percebe-se que a variação da geometria com a temperatura praticamente não influencia na sensibilidade final do RTD.

$$l = l_0(1 + a\Delta T) \tag{1.14}$$

$$A = A_0(1 + 2a\Delta T) \tag{1.15}$$

$$\rho = \rho_0 (1 + \alpha \Delta T) \tag{1.16}$$

onde:

l =comprimento na temperatura considerada;

A =área (t × w) na temperatura considerada;

 ρ = resistividade do metal;

 $l_0 =$ comprimento na temperatura 0 °C;

 $A_0 =$ área na temperatura 0 °C;

 ρ_0 = resistividade do metal na temperatura 0 °C.

Desta forma, desprezando-se a influência da temperatura nas dimensões do RTD, o α utilizado na Equação 1.16 pode ser considerado o mesmo do coeficiente de temperatura apresentado anteriormente.

A resistividade do RTD, por sua vez, depende da temperatura, impureza e deformação do metal constituinte. Esta dependência pode ser percebida a partir da regra Matthiessen para metais condutores, apresentada na Equação 1.17 [13].

$$\rho(total) = \rho(temperatura) + \rho(impurezas) + \rho(deformação)$$
(1.17)

Assim, para minimizar os efeitos das impurezas e deformações sobre a resistividade, o RTD deve ser cuidadosamente projetado e fabricado com materiais apropriados. O desempenho de um RTD depende fortemente de como foi projetado o seu encapsulamento. Eles são frágeis e podem falhar se submetidos a esforços, choques ou vibrações. A maioria dos sensores usados em aplicações industriais tem o metal sustentado por cerâmica ou tubos de vidro. Infelizmente, a faixa e exatidão de tais sensores são limitados em alguns graus pela influência do encapsulamento. Desta forma, os sensores mais precisos são fabricados com um mínimo de sustentação, sendo, por conseqüência, menos recomendados para trabalhos em ambientes susceptíveis a choques e vibrações.

Outra fonte de erro é o efeito de auto-aquecimento do sensor que depende da corrente de excitação aplicada. A corrente que passa pelo elemento sensor deve ser tão grande quanto necessário para que a tensão gerada na saída seja suficientemente maior que os níveis de ruído. No entanto, quanto maior a corrente, maior é o efeito de auto-aquecimento do sensor e maior será a resistência do RTD medida. É preferível que a corrente de excitação seja a menor possível, normalmente em torno de 1 mA, para minimizar esse efeito [12, 15, 16].

Vale salientar que a maneira escolhida para a conexão dos fios de medição ao RTD também é outra considerável fonte de erro. Dependendo da técnica que se use para medir a variação da resistência do sensor em função da temperatura submetida, podem-se inserir mais ou menos erros de medição. As configurações de conexões serão tratadas no Capítulo 5.

1.3 Sensores Inteligentes

Atualmente, com o avanço da microeletrônica, novas técnicas de condicionamento de sinais e comunicação para sensores e atuadores estão sendo desenvolvidas. Particularmente, têm-se investido muitos esforços na fabricação dos chamados "sensores inteligentes integrados". São considerados "sensores inteligentes integrados", todos aqueles que possuem o transdutor propriamente dito, a eletrônica de condicionamento, uma interface digital de comunicação e detenham algum tipo de inteligência (auto-teste, auto-identificação, auto-calibração, auto-validação ou auto-adaptação) embarcados num mesmo chip.

O aumento da demanda pelos sensores inteligentes se deu devido à grande praticidade dos mesmos e ao barateamento dos custos com sua utilização. A incorporação de inteligência e de uma interface de comunicação no sensor possibilita sua integração com todo o sistema, uma vez que o protocolo de comunicação é embarcado no próprio chip. Desta forma, pode-se conectar os sensores em barramento, diminuindo consideravelmente a complexidade e quantidade de cabeamento utilizada e, por conseqüência, baixando os custos. Com o objetivo de uniformizar a implementação de sensores inteligentes foi criada a norma IEEE 1451.

1.3.1 *IEEE 1451*

Transdutores, que podem ser sensores ou atuadores, atendem a uma grande variedade de necessidades da indústria, do setor automotivo, aeroespacial, predial, biomedicina, entre outros. Uma vez que o mercado de transdutores é muito diversificado, seus fabricantes vêm procurando uma maneira de construí-los a baixo custo e prepará-los para serem colocados em rede. Devido à grande quantidade de redes de controle existentes, cada qual com suas vantagens e desvantagens para aplicações específicas, desenvolver a interface dos sensores inteligentes para todas essas redes de controle requer grande esforço, além do alto custo para os fabricantes. Com o intuito de permitir que os transdutores inteligentes pudessem ser facilmente utilizados em redes de controle, utilizando o conceito de *plug-and-play*, padrões universais como o *IEEE* 1451 foram desenvolvidos.

Em setembro de 1993, o National Institute of Standards and Technology (NIST) e

o comité técnico de tecnologia de sensores da sociedade de instrumentação e medida do *Institute of Electrical and Electronics Engineers* (IEEE) se reuniram para discutir sobre interfaces de comunicação de sensores inteligentes e a possibilidade de criar padrões de interface. Foram criados grupos de trabalho para abordar diferentes aspectos dos padrões de interface. Atualmente, a norma *IEEE 1451* consiste de quatro normas e duas propostas de norma que são comentadas a seguir [17, 18].

IEEE 1451.1

Padrão aprovado em 1999. O objetivo deste padrão de interface de transdutores é utilizar tecnologias de rede de controle existentes e desenvolver métodos de conexão padronizados para transdutores inteligentes para redes de controle. Pouca ou nenhuma alteração seria necessária para utilização de diferentes métodos de conversão analógico-digital, diferentes microprocessadores ou diferentes protocolos de rede e transceptores. Esse objetivo é alcançado através da definição de um modelo de objeto comum para os componentes de uma rede de transdutores inteligentes, junto com as especificações de interface para estes componentes [18, 19].

Portanto, esse padrão define um modelo de objeto com interface de rede neutra para conectar processadores a redes de comunicação, sensores e atuadores. O modelo de objeto, contendo blocos, serviços e componentes especifica interações com sensores e atuadores e forma a base para implementação do código de aplicação executado no processador (*Network Capable Application Processor* - NCAP) [19].

IEEE 1451.2

Aprovado em 1997, esse padrão foi o primeiro a ser finalizado. Esse padrão define um padrão de interface de hardware para conectar um módulo de interface de transdutor inteligente (*Smart Transducer Interface Module* - STIM) a um NCAP para uma configuração ponto-a-ponto. O padrão não inclui especificações para condicionamento de sinais ou conversão de dados, porém fornece um mecanismo para especificação do conjunto: transdutor, condicionamento de sinal e conversão do sinal pata o resto do sistema. Esse mecanismo é a folha eletrônica de especificações de dados do transdutor
(Transducer Electronic Data Sheet - TEDS) [18, 20].

A TEDS é uma estrutura de informações que contém informações críticas do sensor, permitindo a operação de *plug-and-play* dos mesmos. A TEDS reside na memória EEPROM embarcada no sensor e é acessada pelo sistema de medição via uma interface serial simples. O padrão IEEE especifica diversos formatos de TEDS para diferentes tipos de sensores. Dentro dos formatos definidos, os fabricantes podem ainda criar formatos que podem substituir ou acrescentar informações aos formatos definidos pelo IEEE. As informações da TEDS são divididas em várias seções. A primeira parte da TEDS, chamada TEDS básica, contém informações de identificação como: fabricante, número do modelo, número de série, entre outros. Em seguida, pode-se encontrar uma seção, chamada TEDS padrão, com informações específicas como: faixa de medição, faixa elétrica de saída, sensibilidade, potência requerida e dados de calibração. Essa seção descreve toda a informação necessária para realizar uma medida utilizando o sensor. A última porção da TEDS é disponibilizada para o usuário para armazenar dados e informações dentro do sensor como, por exemplo, localização do sensor [21].

O padrão especifica TEDS que suporta uma ampla variedade de transdutores assim como uma interface digital para acessar a TEDS, ler sensores e ajustar os atuadores. Descreve uma camada de comunicação baseada em SPI (*Serial Peripheral Interface*) com linhas de hardware adicionais para controle de fluxo e tempo [20].

IEEE 1451.3

Padrão aprovado em 2003. Define uma interface digital para múltiplas conexões de transdutores fisicamente separados de um processador (NCAP) sobre um par de fios. A interface pode suportar as formas de transferências de dados assíncrona e isocrônica. São definidos muitos formatos de TEDS e seus dados. A interface elétrica, protocolos de identificação de canal, protocolos de sincronização temporal, funções de leitura e escrita para acessar a TEDS e transdutores com ampla variedade de características são definidos. Esse padrão não especifica condicionamento de sinais, conversão de sinais ou como uma aplicação utiliza a folha eletrônica de especificação de dados do transdutor (TEDS) [18, 22].

Esse padrão utiliza a técnica desenvolvida para implementar redes em lares, interconectando os dispositivos em linha telefônicas. Para esse padrão, o par de condutores é utilizado para: fornecer aquisição de dados sincronizada para uma matriz de transdutores, comunicação com uma matriz de módulos de interface de barramento de transdutores (*Transducer Bus Interface Modules* - TBIM) e fornecer alimentação para operação de transdutores no barramento e sua eletrônica associada [22].

Os transdutores construídos com esse padrão podem ser conectados a um sistema compatível com o padrão *IEEE 1451.3* e ser utilizado sem a necessidade de *drivers* especiais, perfis ou fazer qualquer outra alteração no sistema. As folhas de dados (TEDS) desse padrão permitem a auto-identificação dos transdutores. As TEDS contêm campos que descrevem completamente o tipo, a operação e atributos de um ou mais transdutores [22].

A interface de transdutor descrita no padrão *IEEE 1451.3* é adaptável à interface descrita no padrão *IEEE 1451.2* e compatível com o modelo de informação do padrão *IEEE 1451.1* [22].

IEEE 1451.4

Esse padrão, aprovado em 2004, define o protocolo e interface que permite transdutores analógicos se comunicarem com informação digital com o objeto *IEEE 1451*. Também define o formato da folha de dados (TEDS) do transdutor. A TEDS do transdutor é baseada no padrão de TEDS do *IEEE 1451.2*. O padrão não especifica o *design* do transdutor, condicionamento de sinal ou uso específico da TEDS. Ele simplifica o desenvolvimento de transdutores inteligentes de modo misto, definindo blocos de hardware e software que são independentes de redes de controle específicas [18, 23].

O padrão descreve um transdutor *IEEE 1451.4* contendo uma interface de modo misto (*Mixed-Mode Interface* - MMI) e uma folha eletrônica de dados do transdutor (TEDS). Descreve o MMI, que é uma conexão mestre-escravo, serial e multiponto, que requer um dispositivo mestre para inicializar cada transação com cada escravo ou nó, de acordo com um protocolo de comunicação digital definido. O MMI, que também é usado para acessar as TEDS, pode conter circuitos para detectar e reportar uma troca quente de transdutores. O MMI pode usar tanto conexões digitais e analógicas separadas ou dois fios para alimentação e sinais analógicos e dados de TEDS digitais em tempo compartilhado [23].

O padrão também descreve as TEDS, que possuem dados fixos e dinâmicos, contidas em uma ou mais posições de memória no MMI. Descreve ainda um modelo padrão de objeto de software para descrição da estrutura de dados das TEDS. O modelo é implementado na linguagem de descrição de modelo (*Template Description Language* - TDL) que fica dentro do bloco transdutor. Essa linguagem também é descrita pelo padrão *IEEE 1451.4* [23].

O padrão *IEEE 1451.4* descreve o bloco transdutor que é utilizado para acessar, codificar e decodificar TEDS usando o TDL. Esse padrão define um conjunto de modelos de TEDS para vários transdutores para facilitar a criação de sistemas de sensores contendo transdutores inteligentes *plug-and-play*. O padrão de transdutores *IEEE 1451.4* fornece uma capacidade de auto-descrição através das TEDS. As TEDS possuem campos que descrevem a identidade, o tipo, a operação e atributos do transdutor.

O padrão de transdutores *IEEE 1451.4* é um sensor ou atuador com um ou mais dispositivos endereçáveis, referidos como nós, num barramento digital de dois condutores. A TEDS é requerida para ser fisicamente ou virtualmente associada ao transdutor *IEEE 1451.4*. A partição de hardware resultante encapsula os aspectos de medição dentro do transdutor *IEEE 1451.4*, enquanto os aspectos de aplicação relacionados devem residir tanto no NCAP quanto nas TEDS [23].

IEEE P1451.5

Essa proposta de norma define uma interface entre transdutor e NCAP para transdutores sem fio. Estão sendo considerados para a interface de camada física desse padrão alguns protocolos de comunicação sem fio como: 802.11 (WiFi), 802.15.1 (Bluetooth) e 802.15.4 (Zigbee).

O objetivo é ser possível obter a mesma informação do sensor a partir de sensores sem fio implementados com qualquer um desses três protocolos de comunicação sem fio. Ele também define a folha eletrônica de dados do transdutor (TEDS) para os protocolos de rádio específicos e camadas de rede OSI [18, 24].

IEEE P1451.6

Esse padrão ainda é uma proposta e está sob desenvolvimento. Define uma interface entre transdutor e NCAP e TEDS utilizando interface de rede de alta velocidade *CANopen*. São consideradas tanto as aplicações intrinsecamente seguras quanto as não-intrinsecamente seguras. Define um mapeamento da TEDS 1451 para os registros do dicionário do *CANopen*, assim como mensagens de comunicação, dados de processo, parâmetros de configuração e informações de diagnóstico. Ele adota o perfil de dispositivo *CANopen* para dispositivos de medição e controladores de malha fechada [18].

A criação destas normas foi de fundamental importância para aumentar a integração entre os sensores inteligentes desenvolvidos pelos diversos fabricantes, além de incentivar o surgimento de dispositivos auxiliares como o *UFDC-1*, que será visto no Capítulo 5 na Seção 5.3.2.

1.4 Escolha do sensor de temperatura

O estudo das principais características dos sensores de temperatura (termopar, termistor e RTD) foi de fundamental importância para a definição de qual sensor seria fabricado neste trabalho.

È importante lembrar que a idéia deste trabalho é fabricar um sensor de temperatura que possa ser integrado com uma eletrônica de condicionamento e comunicação SOI, viabilizando sua utilização em poços de petróleo. Para tanto, pode-se destacar algumas características necessárias ao sensor de temperatura escolhido: robustez, durabilidade, linearidade, precisão e facilidade de integração com microeletrônica.

Baseado nas características dos sensores expostas anteriormente, para a aplicação escolhida, seria inviável a utilização de termistores, uma vez que estes não são apropriados para trabalhar a altas temperaturas (200 °C), como será exigido em poços de petróleo.

Em termos de durabilidade e robustez, o sensor mais interessante seria o termopar.

No entanto, a necessidade de uma junção de referência e o sinal ser uma diferença de potencial aplicada a um nó de alta impedância e por isso mesmo bastante sujeito a interferência; considerando ainda que a precisão do RTD ser muito superior à dos termopares. Além disso, o RTD possui duas características fundamentais para a aplicação escolhida.

A primeira diz respeito a sua linearidade. A resposta linear destes sensores implica numa diminuição da eletrônica de condicionamento a ser utilizada.

Outra importante característica do RTD planares é a facilidade de sua integração em chips eletrônicos, diminuindo a complexidade da sua incorporação em sensores inteligentes. A fabricação de RTDs planares é realizada através de técnicas de microeletrônica, possibilitando a sua produção em larga escala e conseqüentemente diminuindo os custos de fabricação dos mesmos.

Devido aos fatos acima expostos, juntamente com a infra-estrutura disponível no Laboratório de Dispositivos e Nanoestruturas, LDN, da Universidade Federal de Pernambuco, optou-se por focar este trabalho na fabricação de RTDs planares e na elaboração de um protótipo para a eletrônica de condicionamento e comunicação utilizando componentes comerciais, como será visto nos próximos capítulos.

1.5 Organização da Dissertação

Essa dissertação está dividida em seis capítulos. Uma breve descrição do assunto abordado em cada capítulo deste trabalho pode ser visto em seguida:

Capítulo 1 - Introdução

Neste capítulo, é apresentado um estudo dos principais tipos de sensores de temperatura utilizados em aplicações industriais, da norma IEEE 1451 e a justificativa para a escolha do sensor de temperatura resistivo (RTD planar) nesta investigação.

Capítulo 2 - Fabricação de RTDs Planares

No início do capítulo 2, será realizada uma breve explanação teórica sobre alguns dos possíveis métodos utilizados em cada uma das etapas de fabricação e a importância das mesmas. Em seguida, detalhar-se-ão todas as fabricações realizadas, expondo os principais problemas encontrados.

Capítulo 3 - Planejamento Experimental para Fabricação de RTDs Planares

Neste capítulo será abordado um arranjo experimental para a otimização de processos. Após a explanação teórica, o método será aplicado para otimização das principais etapas da fabricação de RTDs e serão realizadas algumas considerações dos resultados obtidos.

Capítulo 4 - Caracterização dos RTDs Fabricados

Neste capítulo, serão explicados os métodos utilizados neste trabalho para caracterização física e elétrica dos sensores fabricados e os principais resultados obtidos.

Capítulo 5 - Implementação de Protótipos de Sensores Inteligentes

Neste capítulo serão apresentadas duas possíveis configurações de condicionamento e comunicação utilizando componentes comerciais. Estas configurações servirão para a construção de uma especificação do sensor de temperatura inteligente.

Capítulo 6 - Conclusão

Este último capítulo traz as considerações finais e conclusões, sugerindo atividades futuras para dar continuidade ao trabalho já realizado.

Capítulo 2

Fabricação de RTDs Planares

2.1 Introdução

O RTD pode ser fabricado comercialmente em duas configurações diferentes: fio enrolado (*wire-wound*) e filme fino. A primeira possui como porção sensível do RTD, uma bobina de pequeno diâmetro, alta pureza, normalmente construída de platina, cobre ou níquel. A segunda configuração possui como sensor, uma fina camada de algum destes metais, depositada num substrato cerâmico.

O RTD de filme fino tem a vantagem de ser de fabricação mais simples e precisa, quando se utilizam técnicas de microeletrônica, além de poder ser fabricado em grande escala, diminuindo os custos. Dessa forma, unindo-se os conhecimentos de técnicas de fabricação da microeletrônica, juntamente com a infra-estrutura disponibilizada no LDN/UFPE, deu-se início ao estudo e à fabricação desse tipo de sensor.

A fabricação é composta basicamente das seguintes etapas: projeto, limpeza RCA, evaporação, recozimento, fotolitografia e corrosão. Na Figura 2.1 é apresentada a seqüência das etapas realizadas para a obtenção do sensor de temperatura.

Para facilitar o entendimento do processo de fabricação realizado no LDN (que será visto na seção 2.3), na próxima seção será abordada uma explanação teórica do processo comumente utilizado na fabricação de RTDs de filmes finos. Na seção 2.4,

Projeto ---> Limpeza ---> Evaporação ---> Recozimento ---> Fotolitografia ---> Corrosão

Figura 2.1: Etapas da fabricação.

por sua vez, será vista a conclusão do método de fabricação utilizado, explicitando os resultados obtidos e as lições aprendidas no processo.

2.2 Revisão Teórica

2.2.1 Projeto do RTD

Projetar um RTD significa escolher seus elementos constituintes (metal e substrato) e seus parâmetros físicos (comprimento, largura e espessura). Estes fatores combinados definem características como: linearidade, faixa de operação e valor nominal da resistência. Desta forma, a etapa de projeto é fundamental na fabricação do RTD.

Metal e Substrato

O RTD planar é constituído de um substrato cerâmico e uma fina camada de metal. Portanto, antes de se dar início ao processo de fabricação, escolhem-se o metal e substrato que serão utilizados para compor o sensor.

Os substratos cerâmicos são materiais inorgânicos sólidos e não-metálicos. São duros, quebradiços, refratários, isolantes térmicos, isolantes elétricos, não magnéticos, resistentes à oxidação e quimicamente estáveis. Os silicatos, óxidos, carbetos, nitretos e aluminatos são alguns tipos de materiais cerâmicos, cada qual com suas características específicas.

Para o caso específico de sensores de temperatura (RTDs), um substrato bastante utilizado é a alumina (Al_2O_3) . Essa cerâmica, além de possuir as características citadas anteriormente, suporta bem as variações de temperatura, sem provocar tensionamento mecânico no substrato, não se deforma quando submetida a esforços mecânicos e é de baixo custo quando comparada a outras cerâmicas [25].

Os metais comumente utilizados na constituição dos RTDs são: platina, níquel e cobre de alta pureza. Dependendo da aplicação, uns são mais apropriados que outros. No caso da aplicação de RTDs para monitoramento de poços e dutos de petróleo, por exemplo, onde a temperatura de operação exigida está entre 50 °C e 250 °C os metais mais indicados são: platina ou níquel. Na Tabela 2.1 são apresentadas as faixas de operação desses sensores.

Tipo de RTD	Temperatura
Platina	$-200^{\circ}\mathrm{C}$ a $850^{\circ}\mathrm{C}$
Níquel	$-50^{\rm o}{\rm C}$ a $300^{\rm o}{\rm C}$
Cobre	$-30^{\rm o}{\rm C}$ a $150^{\rm o}{\rm C}$

Tabela 2.1: Faixa de temperatura dos RTDs de acordo com o metal.

Máscara Litográfica

A máscara litográfica é um material transparente, de vidro, cristal ou quartzo, coberto por um material opaco, por exemplo o cromo. Construída para ser utilizada na etapa de litografia óptica da fabricação, servindo de molde para o RTD, ela determina o comprimento e a largura do mesmo, podendo ser reutilizada em cada nova fabricação.

Cada máscara projetada contém vários desenhos de RTDs, assim, em uma mesma fabricação são produzidos diversos sensores. Além dos sensores também são desenhadas nas máscaras estruturas de teste que servirão para determinar a resolução do processo de fabricação.

As estruturas de testes são linhas e quadrados micrométricos, cada vez menores. No final da fabricação, avaliam-se essas estruturas analisando se as quinas dos quadrados estão pontiagudas ou arredondadas, se as linhas paralelas estão uniformes ou desgastadas lateralmente e se houve algum rompimento das mesmas. Tudo isso pode ser observado por um microscópio óptico ou eletrônico e, a partir dos resultados obtidos, podem-se considerar desenhos de RTDs menores.

Resistência do RTD

Normalmente, nesta etapa, determina-se qual será a resistência nominal do sensor à temperatura de 0 °C. O RTD é nomeado de acordo com essa característica. Por exemplo, o Cu-50 é um RTD de cobre com resistência de 50 Ω a 0 °C, o PT-100 é um RTD de platina com resistência de 100 Ω a 0 °C, já o Ni-1000 é um RTD de níquel com resistência de 1000 Ω a 0 °C.

Como o comprimento e a largura já são pré-determinados com a escolha da máscara litográfica, a espessura do metal a ser depositado será a responsável pela deter-



Figura 2.2: Dimensões do RTD.

minação do valor da resistência do sensor a 0°C. Na Figura 2.2 tem-se um desenho ilustrativo com as dimensões do RTD.

A Equação 1.13 mostra a relação entre a resistência do RTD e suas dimensões (comprimento, largura e espessura).

Sabendo-se a resistividade do metal à temperatura 0 °C e definindo-se a resistência desejada a essa mesma temperatura, calcula-se a espessura do metal a ser depositado.

Vale salientar que esse é um cálculo preliminar, pois a resistividade do filme metálico normalmente é diferente da resistividade do metal em sua forma maciça. Isto ocorre uma vez que parâmetros como a rugosidade do substrato, o grau de impurezas durante o processo de deposição do filme metálico, o método de deposição propriamente dito e a uniformidade do metal depositado podem influenciar o valor final da resistividade do metal. O cálculo mais preciso da espessura a ser depositada só é possível através da caracterização do filme metálico, onde será analisada a resistividade real do filme, como será visto no Capítulo 4.

2.2.2 Limpeza RCA

Antes de iniciar o processo de fabricação, os cilindros de metal a serem evaporados, o substrato cerâmico e a cesta devem passar pelo processo de limpeza RCA. Esse processo é responsável pela eliminação dos resíduos orgânicos da superfície dos materiais, melhorando a aderência entre o metal e o substrato. A qualidade da aderência é de fundamental importância para evitar problemas de descolamento, que prejudicam bastante o funcionamento do sensor. Segue abaixo as etapas de limpeza:

- Imersão em acetona, durante 1 minuto, para retirar resíduos orgânicos;
- Lavagem com água deionizada durante 1 minuto;
- Imersão em isopropanol, durante 1 minuto, para remover resíduos de acetona;
- Lavagem com água deionizada durante 1 minuto;
- Secagem do material com nitrogênio seco.

Terminada a limpeza, o substrato está pronto para receber o metal evaporado.

2.2.3 Deposição de Filmes Finos

Após o projeto do RTD e limpeza das lâminas, descritos anteriormente, inicia-se o processo de fabricação propriamente dito. A primeira etapa corresponde à deposição da fina camada de metal de espessura já calculada na etapa de projeto.

Neste trabalho será utilizada a técnica de deposição física, obtida através de pulverização ou de evaporação. Em ambos os processos, os átomos da fonte do metal maciço são arrancados ou evaporam, respectivamente, e deslocam-se na forma de vapor até o substrato, onde se condensam formando o filme metálico.

Nos próximos itens seguem breves explanações sobre o princípio de funcionamento de cada um dos métodos, demonstrando suas principais características [26, 27, 28, 29].

Deposição por Pulverização

Os componentes deste processo são: câmara com vácuo, plasma (mistura de cátions, ânions e átomos neutros), alvo (metal a ser pulverizado) e substrato (material onde será depositado o metal pulverizado).

Coloca-se um eletrodo em cada extremidade da câmera, sob vácuo, a uma distância de aproximadamente $20 \, cm$. No terminal negativo (catodo) encontra-se o alvo a ser pulverizado, enquanto no terminal positivo (anodo) encontra-se o substrato. Quando uma diferença de potencial de aproximadamente 2000 V é aplicada entre os eletrodos, o campo elétrico gerado produz íons de alta energia que pulverizam o catodo. Estes átomos arrancados do alvo são transportados até o substrato onde se depositam, formando o filme fino.

Esse processo de deposição também é conhecido como: PVD (*Physical Vapor Deposition*), deposição por impacto de íons, deposição por bombardeamento de íons, ou ainda, deposição por *sputtering*. Entre suas principais características podemos citar:

- Deposição uniforme em grandes áreas;
- Deposição sobre os mais variados substratos;
- Controle preciso de espessura;
- Melhor controle na deposição de ligas;
- Cobertura de degrau;
- Não há geração de raios-X;
- Baixa taxa de deposição;
- Camada depositada pode conter impurezas, uma vez que a câmara não está sob alto vácuo;
- Alto custo de aquisição.

Deposição por Evaporação

O processo de metalização por evaporação é composto por: câmara a alto vácuo, metal a ser evaporado, suporte para o metal e substrato.

O metal a ser evaporado é colocado num suporte (cadinho, cestinha ou filamento), na parte inferior da câmara, e é aquecido até ser evaporado. Após a evaporação, este metal é transportado por difusão para as paredes da câmara e para os substratos dispostos em um disco, localizado na parte superior da câmara. Esse disco gira em torno do seu eixo vertical durante a evaporação, permitindo maior uniformidade do material depositado, podendo ainda haver rotação dos suportes individuais de cada substrato. Para a medição da espessura depositada, as evaporadoras possuem cristais piezelétricos que auxiliam na monitoração da mesma. A pressão interna da câmara do sistema de evaporação, antes de uma deposição, vale tipicamente $10^{-6} mbar$.

Entre as principais características desse processo por evaporação têm-se:

- Altas taxas de deposição (0,5 μ/min para o alumínio) sem causar danos à superfície do substrato, devido à baixa energia do material evaporado;
- Baixa contaminação do filme pelo gás residual, devido ao alto vácuo;
- Menor custo de aquisição;
- Não permite controle na composição de ligas, devido às diferentes taxas de evaporação dos materiais constituintes da liga;
- Não apresenta cobertura satisfatória de degraus.

Existem basicamente três tipos de sistemas de evaporação, diferindo apenas o método de aquecimento: aquecimento resistivo, aquecimento por feixe de elétrons e aquecimento indutivo.

A evaporadora por aquecimento resistivo é a mais simples e barata. O material a ser evaporado é colocado num recipiente metálico (cadinho ou filamento), normalmente de tungstênio, onde será aplicado uma diferença de potencial. À medida que a diferença de potencial aumenta, a corrente gerada no recipiente aquece o material até atingir seu ponto de fusão. Neste momento, ocorre a evaporação, transporte e deposição do mesmo no substrato.

Em contrapartida à sua simplicidade, a evaporação por aquecimento resistivo apresenta algumas desvantagens:

- Metais refratários não podem ser evaporados devido ao seu alto ponto de fusão;
- Evaporação do material do recipiente pode contaminar o filme;
- Não se consegue controlar com precisão a espessura do filme;
- Não se consegue controlar a composição de ligas.

Na evaporação por feixe de elétrons ocorre o bombardeamento do material fonte com elétrons de alta energia (5 a 30 keV), extraídos de um ânodo e direcionados por um campo magnético. O material a ser evaporado é colocado em um cadinho resfriado. Dependendo da energia transmitida pelos elétrons no impacto, pode ocorrer a fundição e evaporação do material fonte. Neste processo, apenas o material fonte é atingido pelo feixe de elétrons, permitindo assim a obtenção de filmes de maior pureza, uma vez que não ocorre a evaporação do material do recipiente. A desvantagem desse método é a produção de raios-X provocada pela frenagem dos elétrons no alvo.

Na evaporação por aquecimento indutivo, o cadinho que suporta o material a ser evaporado é envolto por uma bobina resfriada à qual se aplica o sinal de RF. Apesar de ter a vantagem de não produzir raios-X, o método não impede a contaminação do filme evaporado pelo material do cadinho.

Devido à disponibilidade de uma evaporadora por aquecimento resistivo no LDN, optou-se pela utilização do método de evaporação por aquecimento resistivo, como será visto na seção 2.3.

2.2.4 Recozimento

Normalmente, antes de prosseguir com a etapa de fotolitografia, deve-se submeter a lâmina a um recozimento prolongado a uma temperatura elevada, de preferência maior que a máxima temperatura de utilização do dispositivo. O objetivo deste recozimento é tornar o filme fino depositado mais homogêneo e uniformizar suas características de resistividade para a situação real de utilização.

O recozimento pode ser realizado em forno térmico convencional em ambiente com gás neutro ou chapas aquecedoras.

Durante o recozimento, a resistividade do metal utilizado decresce até se estabilizar em um valor determinado. Nas primeiras fabricações, determina-se o tempo máximo necessário para estabilizar o valor da resistividade para ser utilizado nas fabricações seguintes.

2.2.5 Fotolitografia

Após o recozimento da lâmina, segue a etapa de litografia óptica. Esta etapa é responsável pela reprodução da imagem do RTD da máscara na lâmina. Esse processo se baseia em quatro etapas:

- Cobertura da lâmina com um material fotossensível (fotorresina);
- Posicionamento da máscara litográfica sobre a lâmina;
- Exposição do conjunto à luz ultravioleta;
- Revelação.

A fotorresina é um polímero dissolvido em solvente volátil de fundamental importância na etapa de fotolitografia. Ela é aplicada sobre a lâmina através de um equipamento conhecido como *spinner* que possui um suporte horizontal giratório, onde fica presa a lâmina. Após pingar-se a fotorresina sobre a lâmina, o *spinner* faz girar seu suporte a uma alta velocidade, permitindo a formação de uma fina camada homogênea de fotorresina.

A fotorresina pode ser do tipo positiva, ou seja, só se torna solúvel após exposição à luz ultravioleta, ou negativa, tornando-se não-solúvel após a exposição à luz UV. A escolha do tipo da fotorresina vai depender da aplicação.

Após a aplicação da fotorresina, coloca-se a lâmina numa chapa quente, onde ela será submetida a uma temperatura fixa durante um pequeno período de tempo. Este recozimento é importante, pois retira o excesso de solvente da fotorresina.

Em seguida, prepara-se o posicionamento da máscara litográfica sobre a lâmina para exposição à luz UV. Dependendo do sistema de exposição, a máscara pode estar afastada da lâmina ou posicionada em contato com a mesma. A primeira configuração exige um equipamento de emissão de luz UV de alto custo, podendo ainda provocar problemas de difração. A configuração de litografia de contato, por sua vez, proporciona menor difração, porém deixa a máscara mais susceptível à deterioração e a lâmina sujeita a arranhões devido ao contato.

A exposição da lâmina à luz UV é responsável pela reprodução do desenho do RTD da máscara litográfica na lâmina. O tempo de exposição vai depender da intensidade da luz UV, portanto, vários testes de exposição devem ser realizados para se definir qual o tempo de exposição adequado.

Por fim, procede-se com o processo de revelação. Este processo visa remover a fotorresina da lâmina, deixando apenas o RTD coberto pela mesma. O tempo de imersão da lâmina no revelador depende do tipo e da concentração do revelador utilizado, fazendo-se necessária a realização de experimentos para conhecê-lo e otimizá-lo.

Após a revelação, deve-se submeter a lâmina a um pequeno recozimento para enrijecer o polímero da fotorresina, dificultando o desprendimento da mesma durante o processo de corrosão.

2.2.6 Corrosão

Para finalizar o processo de fabricação, deve-se submergir a lâmina em uma solução de ácido, corroendo o metal que não está coberto por fotorresina. Para tanto, deve-se escolher uma solução de ácido que ataque apenas o metal descoberto, deixando o desenho do RTD.

Após a etapa de corrosão, deve-se remover a fotorresina submetendo a lâmina à nova limpeza RCA. Dessa forma, tem-se o RTD fabricado, pronto para ser caracterizado.

2.3 Fabricação Realizada

2.3.1 Considerações Gerais sobre as Fabricações Realizadas

Nesta seção serão abordados todas as considerações e equipamentos comuns nas fabricações realizadas. Também serão abordados os experimentos preliminares realizados para a obtenção dos parâmetros de interesse da fabricação.

O Metal e o Substrato

O principal substrato utilizado neste trabalho foi a alumina. Como já foi dito anteriormente, além de se tratar de um substrato de baixo custo, a alumina suporta altas temperaturas, estando apta a trabalhar em aplicações industriais.

Além de substratos de alumina, foram utilizados também substratos de vidro que,

devido a seu baixo custo e fácil aquisição, serviam para testar e otimizar algumas etapas do processo de fabricação antes de submeter as lâminas de alumina.

Com relação aos metais utilizados, deu-se prioridade neste trabalho a fabricação de RTDs de níquel. Também foram realizados ensaios de evaporação com platina e testes de fabricação com alumínio.

O alumínio é um metal de baixo ponto de fusão e baixo custo, quando comparado ao níquel e a platina (metais de interesse neste trabalho). Ele foi utilizado para iniciar os testes de fabricação, possibilitando que se estimassem parâmetros fundamentais para fabricações futuras como: tempo de exposição à luz UV e tempo de revelação. Além disso, o alumínio foi o único metal que pôde ser evaporado a partir dos cadinhos já disponíveis no LDN. Isto foi possível por se tratar de um metal com baixo ponto de fusão, diferentemente dos demais que, como será visto adiante, só puderam ser evaporados com cadinhos ou filamentos mais apropriados.

A Máscara Litográfica

O desenho das máscaras foi realizado através do ambiente de ferramentas *Mentor Graphics*, existentes no LDN. Entretanto, a fabricação das máscaras utilizadas foi realizada no CENPRA em São Paulo.

Os RTDs desenhados nas máscaras fabricadas possuíam dimensões maiores do que as habitualmente utilizadas por RTDs comerciais, uma vez que ainda não se dominava totalmente o processo de fabricação dos sensores. Isto é importante, pois, quando as trilhas do RTD são muito estreitas pode haver rompimento das mesmas durante a etapa de corrosão do processo de fabricação, inutilizando os RTDs fabricados. A máscara apresenta três tipos de desenho: RTDs de largura de 100 μ m e comprimento de 50000 μ m, RTDs de largura de 100 μ m e comprimento de 100000 μ m e estruturas de teste.

O Processo de Evaporação

A evaporadora utilizada foi a *Edwards AUTO 306*, cujo funcionamento se baseia no método de evaporação por aquecimento resistivo. Ela possui espaço reservado para quatro cadinhos, podendo evaporar até quatro materiais diferentes isoladamente por processo, procedimento ideal para formação de multicamadas. O controle de tempe-



Figura 2.3: Evaporadora Edwards AUTO 306 disponível no LDN.

ratura ao qual o sistema está submetido é realizado através de um variac (regulador) manual que controla a tensão sobre o recipiente metálico (cadinho ou filamento).

Esta evaporadora possui também uma fonte de luz próxima ao suporte dos substratos que pode ser acesa durante a evaporação, aumentando a temperatura do substrato e, conseqüentemente, facilitando a aderência e permitindo maior uniformidade do material depositado. Segue na Figura 2.3 uma foto da evaporadora Edwards Auto 306 disponível no LDN.

Antes de dar início ao processo de fabricação, deve-se configurar a evaporadora com a informação dos metais que serão evaporados. Esses dados permitirão à evaporadora estimar a espessura do material depositado através da análise da oscilação de um cristal piezelétrico localizado na parte superior da câmara, próximo aos substratos.

O sistema de vácuo da evaporadora permite a obtenção de alto vácuo, chegando a pressões inferiores a 10^{-6} mbar. Com o intuito de otimizar o processo de fabricação, foi realizado um estudo do tempo necessário para a obtenção do vácuo desejado para a evaporação (em torno de 10^{-6} mbar). Percebeu-se que, dependendo do estado da câmara, podia se chegar ao alto vácuo mais ou menos rapidamente. Quanto mais tempo a câmara passava aberta, na retirada das amostras ou limpeza da mesma, mais



Figura 2.4: Pressão interna da câmara em função do tempo.

tempo se demorava na obtenção do vácuo desejado. Na Figura 2.4 é apresentado um gráfico com a pressão na câmara em função do tempo de bombeamento para uma situação típica de retirada e limpeza do sistema.

A correta utilização da evaporadora, nos primeiros ensaios, foi uma tarefa consideravelmente complexa, devido aos cuidados que deviam ser tomados e as etapas que precisavam ser cumpridas durante sua preparação, uso e desligamento.

A evaporação do níquel e da platina foi bastante trabalhosa. O alto ponto de fusão destes metais (como visto na Tabela 2.2) implicava na necessidade de correntes excessivas passando pelo cadinho para atingir a temperatura desejada. Os cadinhos e filamentos, utilizados nestas aplicações, são constituídos de materiais de espessuras finas, com o intuito de elevar sua resistência e, assim, aumentar a potência dissipada. Com isso, eles se tornam mais susceptíveis a rompimentos. Desta forma, utilizando-se o mesmo tipo de cadinho da evaporação do alumínio, não se conseguia evaporar os metais antes do rompimento do recipiente.

Para contornar este problema, foram realizadas diversas tentativas de evaporação com vários tipos de cadinhos e filamentos. Para tanto, buscaram-se informações complementares com os fabricantes destes recipientes e realizou-se a importação dos mesmos. Devido aos trâmites naturais de um processo de importação e teste dos novos

Metal	Temperatura
Platina	$1772^{\circ}\mathrm{C}$
Níquel	$1455^{\circ}\mathrm{C}$
Cobre	$1083^{\circ}\mathrm{C}$
Alumínio	$660^{\circ}\mathrm{C}$

Tabela 2.2: Temperatura de fusão dos metais.

materiais, esta etapa do trabalho demorou vários meses. Em paralelo, foram desenvolvidos os processos de caracterização dos RTDs, como será abordado no Capítulo 4.

O Recozimento

Para a realização do recozimento das lâminas, utilizou-se uma chapa aquecedora. Nas fabricações realizadas, percebeu-se que as lâminas que eram recozidas por mais tempo apresentavam características indesejadas durante o processo de corrosão. O processo de corrosão de tais lâminas tornava-se mais lento e menos uniforme (laterais desgastadas), prejudicando ou inutilizando os RTDs fabricados.

Para resolver este problema, optou-se por, em algumas lâminas, realizar a etapa de recozimento apenas após a fabricação dos RTDs. Como se deixou de realizar o recozimento após a metalização, tornou-se inviável analisar a resistividade do metal nesta etapa do processo.

Neste caso, no final da fabricação, verificava-se a variação da resistência do mesmo com o tempo de recozimento até que a resistência se tornasse constante. A partir da resistência obtida e das dimensões do RTD, podia-se calcular a resistividade, e com ela reprojetar os parâmetros para RTDs futuros.

A Fotolitografia de Contato

A fotorresina utilizada em todos os processos de fabricação foi do tipo positiva (*Ship-ley*), ou seja, após a exposição à luz UV, apenas a fotorresina em cima do RTD permanecia não-solúvel.

Para a aplicação da fotorresina, inicialmente utilizou-se um *spinner* "caseiro", desenvolvido em outro trabalho do LDN. Este spinner ajudou bastante nos ensaios preliminares com alumínio. Com o auxílio de um tacômetro, o sistema possibilitava



Figura 2.5: Spinner programável SCS G3P-12 Spincoat do LDN.

o controle manual da velocidade, no entanto, não possuía um sistema de vácuo para segurar a lâmina durante a rotação. Desta forma, prendia-se a mesma através de fitas adesivas, prática que, apesar de satisfatória, mostrou-se um pouco prejudicial, pois tais fitas podiam comprometer a homogeneidade da fotorresina aplicada.

Em seguida, passou-se a utilizar o Spinner programável (SCS G3P-12 Spincoat), equipamento que permite a deposição de filmes homogêneos de polímeros em várias formas de substrato. A grande vantagem do novo equipamento é sua alta exatidão e repetibilidade na rotação, com controle de aceleração e desaceleração preciso e amigável. O sistema permite ainda programar velocidades de rotação que vão de 0 rpm a 9999 rpm. A foto do Spinner programável na sala limpa do LDN pode ser vista na Figura 2.5.

Para as aplicações de fotorresinas realizadas, configurou-se o "spinner" para girar a amostra a 4000 rpm durante 1 min.

Como já foi explicado anteriormente, após a aplicação da fotorresina é realizado o recozimento da lâmina. Neste trabalho, a temperatura de recozimento utilizada foi de 90 °C durante $1 \min$.

No início do trabalho, também foi utilizado um processo pouco sofisticado para a realização da fotolitografia. O sistema era composto apenas de uma fonte de luz UV individual. Cada processo de exposição era controlado manualmente pelo usuário,



Figura 2.6: Sistema OAI modelo LS30/5 - 200W NUV do LDN.

segurando a fonte a aproximadamente $15 \, cm$ de distância da lâmina. Também ficava a cargo do usuário remover a fonte UV quando o tempo de exposição finalizasse. Portanto, tratava-se de um processo pouco preciso. O tempo de exposição inicialmente utilizado (entre $10 \, s \, e \, 30 \, s$) era baseado em trabalhos anteriores realizados no laboratório para fabricar outros dispositivos.

Posteriormente, passou-se a utilizar para fotolitografia o Sistema OAI modelo LS30/5 - 200W NUV. Esse equipamento é composto basicamente por uma fonte de luz ultravioleta e um sistema de monitoração da corrente, tensão e potência da luz emitida. Acoplado a ele, existe ainda um temporizador com o intuito de controlar automaticamente os tempos de exposição. A foto deste sistema pode ser vista na Figura 2.6.

Como a intensidade da luz UV deste novo sistema era em torno de 2800 lux, ou seja, aproximadamente um décimo do valor do sistema antigo, utilizou-se inicialmente um tempo de exposição 10 vezes maior para o sistema OAI. Como o tempo de exposição era entre 10 e 30 segundos, estimou-se que o tempo de exposição com esse novo sistema deveria estar entre 100 s e 300 s, uma vez que a energia da luz é diretamente proporcional ao tempo, como pode ser visto na Equação 2.1.

$$E = Intensidade \ da \ luz \times tempo \tag{2.1}$$

Para ajustar alguns parâmetros da etapa de fotolitografia, fizeram-se experimentos alterando-se tempo de exposição à luz UV e o tempo de revelação. A intensidade da luz UV deve sempre ser medida antes da exposição, uma vez que o tempo de vida da lâmpada tende a diminuir intensidade da luz. Para tal medição, utilizou-se um medidor de intensidade luminosa portátil e, dependendo do valor obtido, era realizada a compensação do tempo de exposição.

Por fim, procedeu-se com o processo de revelação, visando remover a fotorresina iluminada pela luz ultravioleta. Para tanto se utilizou o revelador *MF319* puro. Diversos testes foram realizados com lâminas de alumínio sobre vidro, como pode ser visto na Tabela 2.3.

Exper	UV(lux)	$\operatorname{Exposição}(s)$	Revelador	Revelação(s)	Comentários
1	2300	180	MF319	35	Ruim. O tempo de revelação não foi suficiente para total retirada da fotorresina. Portanto, deve-se aumentar o tempo de revelação.
2	2300	120	MF319	100	Razoável. Quinas arredondadas. Aumentar o tempo de exposição e/ou diminuir o tempo de revelação.
3	2200	240	MF319	60	Bom. Os dispositivos ficaram bem definidos. As quinas das trilhas apresentaram boa definição.
4	2100	210	MF319	60	Excelente. Os dispositivos ficaram bem definidos. As quinas das trilhas apresentaram definição melhor que a anterior. As estruturas de teste ficaram muito bem definida. Alguns resíduos de fotorresina na lâmina foram obser- vados após revelação. Deve-se melhorar a reti- rada da lâmina do béquer.
5	2100	210	MF319	70	Bom. Dispositivos e estruturas de teste menos definidos que do experimento anterior. Sugere- se diminuir o tempo de revelação. Não restaram resíduos de fotorresina, pois foi tomado cuidado na retirada da lâmina, com o béquer ligeira- mente inclinado e em movimento.
6	2100	210	MF319	65	Muito bom. Os dispositivos ficaram bem definidos. As estruturas de teste poderiam ter ficado melhor. Elas apresentaram estreitamen- tos nas pontas, o que sugere excesso de tempo de revelação.

Tabela 2.3: Experimentos para encontrar tempos de exposição e revelação.

A partir dos resultados explicitados na Tabela 2.3, pode-se concluir que um tempo de exposição de 210 s e um tempo de revelação de 60 s estão bem próximos do ideal. Vale salientar que este resultado é apenas uma aproximação, um estudo de otimização do tempo de revelação será realizado no Capítulo 3.

Diversas dificuldades foram encontradas durante o processo de revelação. Mesmo mantendo o tempo de revelação constante, observaram-se resultados bastante diferenciados. Após diversos testes, percebeu-se que para uma revelação uniforme, era necessário agitar o béquer com a solução durante a revelação.

Outra observação realizada foi com relação ao momento da retirada da lâmina do revelador. Durante a revelação, o material da fotorresina se desprende da lâmina, mantendo-se um pouco acima da superfície da mesma. Desta forma, para evitar a redeposição do material da fotorresina presente no líquido, é necessário retirar a lâmina mantendo a agitação béquer e deixando-o ligeiramente inclinado.

Por fim, submeteu-se a lâmina a uma temperatura de 110 °C durante 1*min* para enrijecer o polímero da fotorresina.

O Processo de Corrosão

O tempo ideal para a corrosão depende do metal e da espessura do filme depositado. Para cada metal utilizado é necessário realizar diversas tentativas até se obter um valor apropriado, possibilitando o cálculo da taxa de corrosão do mesmo para a solução utilizada.

No caso específico do alumínio com espessura de 134, 3 nm, chegou-se ao tempo de 55 s, ou seja, uma taxa de 2, 44 nm/s. Tal corrosão foi obtida utilizando-se a seguinte solução já utilizada em outros processos do LDN envolvendo alumínio: H_3PO_4 : HNO_3 : H_2O , na proporção de 1 : 1 : 1 (40 ml : 40 ml : 40 ml) e aquecida a 50 °C.

No caso do níquel, cinco soluções diferentes foram testadas até se chegar na ideal. Primeiramente, testou-se a mistura de ácidos: HF : HNO_3 , na proporção de 1 : 1 (50 ml : 50 ml). A corrosão obtida foi extremamente rápida (23, 4 nm/s), de forma que as estruturas já se encontravam totalmente corroídas antes da lâmina ser retirada. Como inicialmente acreditava-se que os metais depositados teriam espessuras inferiores a 100 nm, a solução foi considerada muito rápida para os propósitos, pois a corrosão se daria em menos de 5 s. A segunda tentativa foi realizada com outra a solução $HF : HNO_3$, na proporção de 10 : 1 (100 ml : 10 ml). Colocou-se o béquer com a solução sobre uma chapa aquecedora e aguardou-se o aquecimento do conjunto até 50 °C. Para garantir a homogeneidade da temperatura em toda a solução, aguardaram-se 20 min antes de imergir a lâmina. O béquer não suportou a solução aquecida e rachou no fundo.

A terceira tentativa foi realizada com a mesma solução, nas mesmas proporções $(100 \ ml : 10 \ ml)$, porém sem aquecimento da mesma. Imergiu-se a lâmina na solução e em 12 s começou a corrosão aparente, provocando rapidamente o desaparecimento das estruturas. Calculando-se a taxa, obteve-se aproximadamente $6 \ nm/s$. O resultado obtido ainda não era satisfatório, devido à corrosão indesejada da fotorresina, ocasionando o desaparecimento das estruturas. Portanto, optou-se por procurar outras alternativas.

Vale salientar que as soluções acima descritas foram testadas em lâminas de vidro com uma camada de 70, 3 nm de níquel. Como já foi explicado anteriormente, as lâminas de vidro eram utilizadas para os testes iniciais, poupando as lâminas de alumina. Entretanto, como as lâminas de vidro metalizadas foram corroídas pelas soluções utilizadas, os demais testes de corrosão, descritos a seguir, tiveram que ser realizados com lâminas de alumina com a mesma espessura de níquel depositada (70, 3 nm).

Para tornar o processo de corrosão ainda mais lento, optou-se por acrescentar água deionizada à mistura já testada. A proporção da nova mistura de H_2O : HF: HNO_3 foi de 20 : 10 : 1 (200 ml : 100 ml : 10 ml). Imergiu-se a lâmina na solução até as estruturas ficarem bem definidas. O tempo de corrosão foi de 5 minutos, ou seja, obteve-se uma taxa de 0, 23 nm/s. Após a corrosão, imergiu-se a lâmina em água deionizada para retirada de excesso de ácido. Depois da lavagem, as estruturas da lâmina praticamente desapareceram. Neste caso, também ocorreu reação da solução com a fotorresina, de forma que, novas soluções deveriam ser testadas.

Experimentou-se, então, a corrosão com 150*ml* da solução BOE (*Buffered Oxide Etchant*) na proporção 10 : 1, usada para corrosão de óxido de silício. Aguardaram-se mais de 15 *min* e não houve corrosão aparente.

Por último, tentou-se a corrosão utilizando-se a mesma solução usada para corrosão do alumínio: H_3PO_4 : HNO_3 : H_2O , na proporção de 1 : 1 : 1 (40 ml : 40ml



Figura 2.7: Recipiente em Filamento.

: 40 ml), aquecida a 50 °C. O tempo de corrosão foi 27 s, representando uma taxa de 2, 6 nm/s. Após a lavagem em água deionizada, as estruturas continuaram muito bem definidas. Esta solução passou então a ser utilizada em todos as fabricações realizadas neste trabalho.

2.3.2 Os Ensaios Preliminares

Após os primeiros ensaios de fabricação com alumínio para conhecer as máquinas utilizadas e dominar cada uma das etapas intermediárias do processo de fabricação, iniciou-se a fabricação de RTDs com os metais de interesse.

Até então, não se imaginava como seria trabalhosa a evaporação do níquel e da platina. Testou-se inicialmente a evaporação da platina com o mesmo recipiente utilizado para as evaporações do alumínio. Como o ponto de fusão da platina é muito superior ao do alumínio, era necessário aumentar bastante a tensão fornecida pela metalizadora para tentar iniciar a evaporação. Desta forma, a corrente sob o cadinho aumentou até ultrapassar o limite permitido pelo cadinho (35 A), rompendo-o antes de se iniciar a evaporação do metal.

Percebendo-se a baixa resistência de recipientes no formato de cadinhos, resolveuse testar os recipientes em filamento (ver Figura 2.7). Foi utilizado, então, um recipiente em filamento que suportava o dobro da corrente do anterior. O problema ocorria quando a platina começava a fundir. Neste momento, a platina gerava um curto entre as voltas do filamento, diminuindo consideravelmente a resistência resultante e, assim, aumentando a corrente. Como o filamento só suportava um limite de 70 A, ele terminava por se romper, abrindo o circuito e interrompendo a evaporação.

Como a temperatura de fusão da platina $(1772 \,^{\circ}\text{C})$ é maior que a do níquel $(1455 \,^{\circ}\text{C})$, optou-se por iniciar os testes de evaporação do níquel.

Com o mesmo tipo de filamento utilizado na segunda tentativa de evaporação da platina, tentou-se a evaporação do níquel. Nesta tentativa com o níquel, já se conseguia evaporar o metal por poucos segundos antes do rompimento do filamento.



Figura 2.8: Recipiente em Cesta tipo A (mais fechada).

No final, obteve-se uma deposição de 5,7 nm de níquel.

Em seqüência, foi adquirido um novo recipiente em formato de cesta (ver Figura 2.8), capaz de suportar uma corrente de 57 A. Acreditava-se que o novo formato do recipiente poderia evitar o curto entre as espiras, entretanto, a cesta não suportou a corrente exigida, sendo evaporados apenas 11 nm de níquel sobre os 5,7 nm já depositados. As lâminas resultantes, com o total de 16,7 nm de níquel depositado, foram utilizadas para testes de fotolitografia e corrosão.

Apesar da cesta utilizada ter se rompido após algum tempo, acreditava-se que seria possível aumentar a quantidade de metal evaporado apenas com pequenos ajustes de variação de tensão pelo variac. Desta forma, esta cesta foi utilizada nos dois primeiros processos de fabricação de RTDs de níquel, como será visto adiante.

Na prática, o ideal seria conseguir um cesta coberta por um material isolante de forma que, mesmo com a fundição do metal a ser evaporado, não ocorresse um curto na cesta, evitando o rompimento da mesma. Como será visto adiante, durante os processos de fabricação realizados, novos recipientes foram utilizados com o intuito de se encontrar o mais adequado para a evaporação do níquel.

Foram ainda realizadas mais duas tentativas de metalização com platina.

A primeira foi realizada com a mesma cesta utilizada anteriormente para o níquel. Neste caso, mesmo com a evaporadora fornecendo uma tensão abaixo da máxima, o metal começou a evaporar e a cesta se rompeu. No final, havia se depositado 6, 4nm de platina na lâmina.

Na segunda tentativa, utilizou-se uma cesta parecida com a anterior, porém com maior diâmetro e profundidade (ver Figura 2.9). Após algum tempo de aquecimento, começou-se a ouvir estalos de algo queimando. Baixou-se, então, a tensão do variac a zero e percebeu-se que a proteção plástica contra implosão da câmara estava deformada, pois não havia suportado o calor. Afastou-se a proteção ao máximo da parede da câmara onde se encontrava a cesta com o metal e repetiu-se o processo. Girouse o variac até sua posição máxima e depois de um tempo maior que o anterior, o



Figura 2.9: Recipiente em Cesta tipo B (mais aberta).

problema de sobreaquecimento da proteção se repetiu. Vale salientar que nenhuma evaporação foi conseguida e que a cesta não se rompeu.

Pode-se concluir, então, que apesar da alta potencia dissipada, o formato mais aberto da cesta não permite concentração suficiente de calor no seu interior para evaporar a platina. Por outro lado, como as espiras se encontravam mais próximas da parede da câmara, o calor gerado por elas, sobreaquecia a proteção da mesma.

Por fim, após estas duas tentativas mal sucedidas, optou-se por interromper, neste trabalho as metalizações com platina. Deu-se, então, continuidade às fabricações com níquel, como será visto a seguir.

2.3.3 O Processo de Fabricação 1

Os RTDs mais facilmente encontrados no mercado possuem 100Ω ou 1000Ω de resistência nominal. Desta forma, seria interessante se fabricar RTDs com resistências próximas a estas para facilitar futuras fabricações de RTDs nos padrões comerciais. Além disso, considerando a utilização de uma mesma máscara litográfica, quanto maior a resistência desejada, menor a quantidade de metal a ser depositado. Como o processo de evaporação ainda se encontrava muito demorado, optou-se por se fabricar RTDs de 1000 Ω , pois estes teriam uma espessura dez vezes menor do que RTDs de 100 Ω .

Lembrando que na máscara litográfica utilizada, existiam dois tipos de desenhos de RTDs (mesma largura, 100 μ m, e comprimentos de 50000 μ m e 100000 μ m), projetouse a espessura para que os RTDs de maior comprimento apresentassem a resistência desejada (1000 Ω). Por conseqüência, os RTDs de menor comprimento teriam resistência de 500 Ω .

Assim, fazendo-se uso da equação 1.13 e considerando a resistividade tabelada do níquel $(6, 84 \times 10^{-8} \Omega m)$ à 27 °C, obteve-se uma espessura de 68, 4 nm. Ou seja, para esta primeira fabricação, optou-se por desenvolver um RTD de níquel com valor

nominal de 1000Ω à temperatura de $27 \,^{\circ}$ C.

De fato, nesta fabricação não se esperava obter resultados próximos do desejado. A resistividade considerada (tabelada), seria certamente diferente da resistividade real do metal utilizado, modificando a resistência do RTD. As impurezas do metal, a rugosidade do substrato e o método de evaporação seriam apenas alguns dos fatores responsáveis por tal variação. A intenção real desta fabricação seria unicamente, testar o processo como um todo e, futuramente, comparar os resultados obtidos com outras fabricações para estimar parâmetros como a resistividade real do metal utilizado e a rugosidade do metal sobre o substrato.

Como já foi mencionado anteriormente, devido a problemas de rompimento do suporte utilizado, não se conseguia depositar toda a espessura do metal em uma mesma evaporação. Desta forma, optou-se por dividir o processo de metalização em algumas etapas até se atingir a espessura desejada. Segue detalhes e comentários de cada uma das evaporações realizadas para a fabricação dos primeiros RTDs de níquel do LDN.

Metalização 1

A situação da metalização 1 está descrita na Tabela 2.4.

Substratos	2 x Alumina, 2 x Vidro
Metal	Níquel (5 cilindros)
Tipo de recipiente	Cesta A (figura 2.8)
Tempo de vácuo	4h30min
Pressão base antes de metalizar	$2,4 \times 10^{-6} mbar$
Rotação do suporte de substratos	Sim
Taxa de deposição média	0,4 - 0,8 nm/s
Duração da metalização	menor que 10 minutos
Espessura depositada na evaporação	4,9 nm
Espessura total depositada acumulada	4,9 nm

Tabela 2.4: Situação da Metalização 1 (Fabricação 1).

Comentários: O variac que controla a tensão fornecida pela metalizadora, para aquecer o suporte do metal, apresenta 11 posições ou passos controlados manualmente. Estes passos são meramente ilustrativos, uma vez que o controle do variac é contínuo, mas foram mencionados neste trabalho para facilitar a reprodução futura da metalização. Nesta evaporação, girou-se o variac lentamente (pelo menos 30 *s* para cada meio passo) com intuito de evitar picos de corrente. Quando o variac chegou na posição 5, iniciou-se o processo de evaporação e em poucos segundos a cesta utilizada se rompeu.

Metalização 2

A situação da metalização 2 está descrita na Tabela 2.5.

Substratos	$2 \ge 1000$ x Alumina, $2 \ge 1000$ Vidro
Metal	Níquel (2 cilindros)
Tipo de recipiente	Cesta A (figura 2.8)
Tempo de vácuo	2h
Pressão base antes de metalizar	$2,5 \times 10^{-6}mbar$
Rotação do suporte de substratos	Sim
Taxa de deposição média	0,4 - 0,8 nm/s
Duração da metalização	menor que 10 minutos
Espessura depositada na evaporação	10,3 nm
Espessura total depositada acumulada	15,2 nm

Tabela 2.5: Situação da Metalização 2 (Fabricação 1).

Comentários: Nesta metalização, optou-se por utilizar menos cilindros de níquel do que na metalização anterior. Acreditava-se que com menos metal, poderia se evitar o curto entre as espiras. Da mesma forma que na evaporação anterior, foi-se variando o variac de meio passo a cada 30 s. O processo de evaporação se iniciou com o variac na posição 4,5. Novamente, foi-se depositando metal rapidamente até a cesta se romper.

Metalização 3

A situação da metalização 3 está descrita na Tabela 2.6.

Comentários: Esse processo foi realizado bem lentamente. Até chegar na posição 3,5 do variac, levou-se, em média, cerca de $3 \min$ a cada meio passo. A partir da posição 4, o variac foi incrementado muito lentamente, levando $50 \min$ para atingir a posição 5. Entre as posições 4 e 5 a taxa de evaporação estava em torno de 0,003 nm/s, ou seja, para evaporar 50 nm seriam necessárias 4h30min. Para atingir taxas mais significativas, aumentou-se a tensão do variac, passando um pouco da posição 5. Neste momento a taxa aumentou significativamente até a cesta se romper.

Substratos	2 x Alumina, 2 x Vidro
Metal	Níquel (2 cilindros)
Tipo de recipiente	Cesta A (figura 2.8)
Tempo de vácuo	1h15
Pressão base antes de metalizar	$3,8 \times 10^{-6} mbar$
Rotação do suporte de substratos	Sim
Taxa de deposição média	Não registrada
Duração da metalização	1h20min
Espessura depositada na evaporação	26,1 nm
Espessura total depositada acumulada	41,3 nm

Tabela 2.6: Situação da Metalização 3 (Fabricação 1).

Com isto, a espessura total acumulada atingiu 41, 3 nm, restando depositar apenas 27, 1 nm para chegar no total de 68, 4 nm.

Metalização 4

A situação da metalização 4 está descrita na Tabela 2.7.

Substratos	$2 \ge 1000$ x Alumina, $2 \ge 1000$ Vidro
Metal	Níquel (2 cilindros)
Tipo de recipiente	Cesta A (figura 2.8)
Tempo de vácuo	1h15min
Pressão base antes de metalizar	$3,8 \times 10^{-6} mbar$
Rotação do suporte de substratos	Sim
Taxa de deposição média	Não registrada
Duração da metalização	1h10min
Espessura depositada na evaporação	29 nm
Espessura total depositada acumulada	70,3 nm

Tabela 2.7: Situação da Metalização 4 (Fabricação 1).

Comentários: Girou-se o variac até a posição 3,5, na mesma cadência da metalização 3. Da mesma forma também, fez-se variar muito lentamente o variac até a posição 4,5. Quando o variac se aproximou de 5, iniciou-se a evaporação. Neste momento, para evitar que a cestinha se rompesse, zerou-se imediatamente a intensidade do variac, cessando a corrente que passava pela cesta. Como a metalização ainda não tinha depositado a espessura desejada, aumentou-se novamente a tensão até a posição 4,5, concluindo a deposição desejada. Nesta evaporação não houve rompimento da cesta, mostrando que a técnica de cortar a tensão sob a cesta no momento de fusão do metal funciona, pois evita a sobrecorrente no momento em que se inicia o curto entre as espiras do mesmo.

Fotolitografia e Corrosão do Processo de Fabricação 1

Após a metalização, apenas uma das quatro lâminas obtidas foi submetida ao processo de recozimento e caracterização do filme metálico. A caracterização, como será visto no capítulo 4, tem por finalidade medir a resistividade do filme metálico e, como já foi discutido anteriormente, deve ser realizada após o recozimento.

Em seguida, as 4 lâminas metalizadas foram submetidas à etapa de fotolitografia, exatamente com os tempos explicitados anteriormente, na seção 2.3.1 (A fotolitografia de contato). As três primeiras lâminas (X,Y e Z) foram utilizadas para testar as diversas soluções de corrosivo para o níquel. Foi com as lâminas desta fabricação que se definiu a solução (H_3PO_4 : HNO_3 : H_2O (1 : 1 : 1)) e o tempo necessário para a corrosão do níquel, como visto na seção 2.3.1 (O Processo de Corrosão). Na Tabela 2.8 são descritos estes experimentos.

Lâminas	UV(lux)	Exposição(s)	$\operatorname{Revelação}(s)$	$\operatorname{Corrosão}(s)$	Comentários
Vidro	2100	210	60	-	Lâmina não submetida ao recozimento
					após metalização. Testou-se a solução
					HF : HNO_3 (1 : 1), sem sucesso.
Alumina	2100	210	60	-	Lâmina não submetida ao recozimento
					após metalização. Testou-se a solução
					$H_2O: HF : HNO_3 (20 : 10: 1), sem$
					sucesso.
Vidro	2100	210	60	-	Lâmina submetida ao recozimento
					após metalização. Testou-se a solução
					HF : HNO_3 (10 : 1), sem sucesso.
Alumina	2100	210	60	27	Lâmina não submetida ao recozimento
					após metalização. Testou-se a solução
					H_3PO_4 : HNO_3 : H_2O (1 : 1 : 1)
					e obteve-se sucesso. Solução utilizada
					nas fabricações seguintes.

Tabela 2.8: Fotolitografia e Corrosão do Processo de Fabricação 1.

Como resultado desta fabricação, obteve-se uma lâmina com 15 RTDs de níquel sobre alumina, cuja caracterização será abordada no capítulo 4.

2.3.4 O Processo de Fabricação 2

Nesta fabricação, desejava-se obter RTDs com o dobro da espessura da fabricação anterior, ou seja 140, 6 nm. A justificativa seria verificar, na etapa de caracterização, se os resultados obtidos estavam coerentes, ou seja, RTDs com metade da resistência da fabricação anterior. Segue abaixo uma breve descrição das diversas etapas realizadas nesta fabricação.

Metalização 1

A situação da metalização 1 está descrita na Tabela 2.9.

Substratos	2 x Alumina, 2 x Vidro
Metal	Níquel (2 cilindros)
Tipo de recipiente	Cesta A (figura 2.8)
Tempo de vácuo	2h40min
Pressão base antes de metalizar	$2,4 \times 10^{-6} mbar$
Rotação do suporte de substratos	Sim
Taxa de deposição média	0,2 - $0,4$ nm/s
Duração da metalização	1h30min
Espessura depositada na evaporação	46,3 nm
Espessura total depositada acumulada	46,3 nm

Tabela 2.9: Situação da Metalização 1 (Fabricação 2).

Comentários: Girou-se o variac lentamente levando $15 \min$ até atingir a posição 4,5. Após o início da evaporação do metal, manteve-se a corrente por cerca de $2 \min$ depositando 15,7 nm de níquel. Para evitar o rompimento da cesta, girou-se o variac para a posição 0 e aguardaram-se cinco minutos. Novamente, girou-se o variac até a posição 4, reiniciando o processo de evaporação. Em seguida, aumentou-se a tensão até atingir a posição 6 do variac, quando a cesta se rompeu. Ao final, foram depositados mais 30, 6 nm, totalizando 46, 3 nm de espessura.

Metalização 2

A situação da metalização 2 está descrita na Tabela 2.10.

Comentários: Nesta evaporação, procurou-se utilizar a técnica de aumento e

Substratos	2 x Alumina, 2 x Vidro
Metal	Níquel (2 cilindros)
Tipo de recipiente	Cesta A (figura 2.8)
Tempo de vácuo	2h30min
Pressão base antes de metalizar	$2,5 \times 10^{-6}mbar$
Rotação do suporte de substratos	Sim
Taxa de deposição média	0,11 - 0,17nm/s
Duração da metalização	2h
Espessura depositada na evaporação	22,1 nm
Espessura total depositada acumulada	68,4 nm

Tabela 2.10: Situação da Metalização 2 (Fabricação 2).

diminuição do variac (explicada anteriormente) para evitar o rompimento da cesta. Também evitou-se ultrapassar a posição 5 do variac, fato que tornou o processo de evaporação muito lento. Ao final, o processo funcionou corretamente durante duas horas, até o rompimento da cesta, evaporando 22, 1 nm de níquel.

Metalização 3

A situação da metalização 3 está descrita na Tabela 2.11.

Tabela 2.11: Situação da Metalização 3 (Fabricação 2).

Substratos	$2 \ge 1000$ x Alumina, $2 \ge 1000$ Vidro
Metal	Níquel (2 cilindros)
Tipo de recipiente	Cesta B (figura 2.9)
Tempo de vácuo	2h30min
Pressão base antes de metalizar	$1,9 \times 10^{-6}mbar$
Rotação do suporte de substratos	Sim
Taxa de deposição média	Não registrada
Duração da metalização	1h15min
Espessura depositada na evaporação	19,3 nm
Espessura total depositada acumulada	87,7 nm

Comentários: Para esta metalização, optou-se por utilizar a cesta com espirais mais aberta, que já havia sido utilizada anteriormente com platina. Acreditava-se que esta cesta poderia apresentar melhor resultado para o níquel, uma vez que o ponto de fusão do mesmo é inferior ao da platina. Neste processo, chegou-se com o



Figura 2.10: Recipiente em cesta revestida de alumina.

variac até a posição máxima (11), após $24 \min$. Percebeu-se o sobreaquecimento da câmara e para evitar maiores problemas, encerrou-se a metalização, registrando-se uma deposição de apenas 19, 3 nm, nesta evaporação.

Metalização 4

A situação da metalização 4 está descrita na Tabela 2.12.

Substratos	2 x Alumina, 2 x Vidro
Metal	Níquel (2 cilindros)
Tipo de recipiente	Cesta revestida de alumina (figura 2.10)
Tempo de vácuo	2h30min
Pressão base antes de metalizar	$2,5 \times 10^{-6} mbar$
Rotação do suporte de substratos	Sim
Taxa de deposição média	$0,28$ - $0,30{ m nm/s}$
Duração da metalização	15min
Espessura depositada na evaporação	57,2 nm
Espessura total depositada acumulada	140,4 nm

Tabela 2.12: Situação da Metalização 4 (Fabricação 2).

Comentários: Para esta evaporação utilizou-se uma nova cesta, recém-chegada da importação, cujo filamento era recoberto por uma camada isolante (alumina) (ver Figuras 2.10 e 2.11). O revestimento com material isolante impede a ocorrência de curto entre os espirais da cesta, no momento de fundição do metal, evitando mudanças na resistência da cesta e, por conseqüência, o rompimento da mesma. Outras vantagens deste tipo de cesta é sua maior vida-útil, quando comparado com cestas não protegidas e a propriedade da alumina ser inerte com a maioria dos metais. Com o variac na posição 5, iniciou-se a evaporação com taxa média de 0, 30 nm/s. Como se necessitava depositar uma espessura de 52, 3 nm, abaixou-se o variac para diminuir a taxa de deposição, melhorando o controle sobre o processo. Trabalhou-se então com



Figura 2.11: Cesta revestida de alumina utilizada.

o variac na posição 4,5, gerando uma taxa de deposição de 0, 10 nm/s. A deposição funcionou perfeitamente, chegando à espessura total de 140, 4 nm, muito próximo da desejada (140, 6 nm).

Desta forma, a metalização 4 serviu para a definição da cesta a ser utilizada e dos parâmetros a serem considerados no variac, para se obter uma metalização rápida e controlada. Esta cesta passou, então, a ser utilizada em todas as demais metalizações realizadas neste trabalho.

Fotolitografia e Corrosão do Processo de Fabricação 2

Submeteram-se as duas lâminas de alumina a 200 °C de recozimento por 5 horas e realizou-se a caracterização do filme metálico como será visto no capítulo 4, retornando, em seguida, ao processo de fabricação.

Desde a etapa de metalização as lâminas foram marcadas no verso pelas letras: X, Y, Z e W, respectivamente, para identificar sua posição na metalizadora. Isso facilitaria o estudo das características dos RTDs, possibilitando uma eventual relação com o posicionamento das mesmas na câmara.

Na Figura 2.12 é apresentado como foi nomeada, cada uma das lâminas, de acordo


Figura 2.12: Nomeação de acordo com a disposição das Lâminas.



Figura 2.13: Nomeação (A, B e C) de acordo com a divisão das lâminas.

com o suporte da metalizadora.

As lâminas de alumina utilizadas (lâminas Y e W) eram serrilhadas, podendo ser divididas em três partes cada. Cada uma das três partes foram nomeadas de acordo com a Figura 2.13, onde a parte A de cada lâmina encontrava-se mais próxima do eixo de rotação da evaporadora durante a metalização, a parte B na posição intermediária e a C a mais afastada do eixo. Como eram duas lâminas de alumina divididas em três partes cada, desta forma, obtiveram-se 6 lâminas de alumina. Somadas a estas lâminas, havia mais 2 lâminas de vidro, totalizando 8 lâminas de teste.

Na Tabela 2.13 são mostrados os tempos de exposição, revelação e corrosão de cada lâmina, juntamente com comentários dos resultados obtidos, lembrando que foi utilizado o corrosivo definido na fabricação anterior H_3PO_4 : HNO_3 : H_2O (1 : 1 : 1).

Um importante dado a ser observado na tabela é a dificuldade de corrosão observada nas lâminas recozidas. Em todas elas, a corrosão foi extremamente lenta e não-uniforme, deixando pedaços de níquel na região a ser corroída e corroendo parte da porção protegida por fotorresina. Estas falhas foram ainda mais críticas nas duas últimas lâminas corroídas (lâminas W), sugerindo a saturação da solução utilizada.

Lâ	im	UV(lux)	$\operatorname{Exp}(\mathbf{s})$	$\operatorname{Rev}(s)$	Cor(s)	or(s) Comentários	
	Х	-	-	-	-	Não foi possível continuar sua fabricação pois a lâmina se partiu no spinner.	
Y	A	2100	210	60	127	Lâmina submetida a 5 horas de recozimento a 200 °C após metalização. A corrosão não se deu uniforme- mente e muitas partes da lâmina ainda permaneceram com níquel.	
	В	2100	210	70	170	Lâmina submetida a 5 horas de recozimento a 200 °C após metalização. A corrosão não se deu uniforme- mente e muitas partes da lâmina ainda permaneceram com níquel.	
	С	2100	210	60	120	Lâmina submetida a 5 horas de recozimento a 200 °C após metalização. A corrosão não se deu uniforme- mente e muitas partes da lâmina ainda permaneceram com níquel.	
	Z	2100	210	60	75	Lâmina não submetida ao recozimento após metaliza- ção. A corrosão se deu uniformemente e durante um curto intervalo de tempo.	
W	A	2100	210	60	360	Lâmina submetida a 5 horas de recozimento a 200 °C após metalização. A corrosão não se deu uniforme- mente e muitas partes da lâmina ainda permaneceram com níquel.	
	В	2100	210	70	360	Lâmina submetida a 5 horas de recozimento a 200 °C após metalização. A corrosão não se deu uniforme- mente e muitas partes da lâmina ainda permaneceram com níquel.	
	С	2100	210	60	-	Lâmina submetida a 5 horas de recozimento a 200 °C após metalização. Não se corroeu para tentar corrosão com solução virgem.	

Tabela 2.13: Fotolitografia e Corrosão do Processo de Fabricação 2.

Lâm UV(lux) Exp(s) Rev(s) Cor(s) Comentári

2.3.5 O Processo de Fabricação 3

Com o aprimoramento das técnicas utilizadas na fabricação obtidas nas duas fabricações anteriores, optou-se por se projetar um RTD com características mais próximas dos sensores normalmente encontrados no mercado. Para tanto, optou-se por fabricar um RTD de 1000Ω a $0 \,^{\circ}$ C.

De acordo com a etapa de caracterização dos RTDs da fabricação 2, que será apresentada no Capítulo 4, estimou-se que a espessura a ser depositada para atingir o resultado desejado, deveria ser 4 vezes maior, ou seja, 561, 6 nm. Maiores detalhes deste planejamento serão abordados no Capítulo 4.

Para esta fabricação optou-se também por realizar as etapas de metalização, fotolitografia e corrosão baseadas no arranjo experimental que será abordado no Capítulo 3. Este arranjo possibilitará a otimização do processo, definindo a espessura e os tempos de revelação e corrosão mais adequados para a obtenção do RTD desejado.

Metalização 1

A situação da metalização 1 está descrita na Tabela 2.14.

Substratos	2 x Alumina, 2 x Vidro
Metal	Níquel (5 cilindros)
Tipo de recipiente	Cesta revestida de alumina (figura 2.10)
Tempo de vácuo	2h
Pressão base antes de metalizar	$2,6 \times 10^{-6} mbar$
Rotação do suporte de substratos	Sim
Taxa de deposição média	$0,30 - 0,45 \mathrm{nm/s}$
Duração da metalização	40min
Espessura depositada na evaporação	561,3 nm
Espessura total depositada acumulada	561,3 nm

Tabela 2.14: Situação da Metalização 1 (Fabricação 3).

Comentários: Quando o variac atingiu a posição 5, iniciou-se a evaporação. A metalização ocorreu com taxa de deposição de aproximadamente 0, 45 nm/s durante quase todo o processo. Nos 15 min finais da evaporação, devido à diminuição do metal disponível na cesta, a taxa passou para uma média de 0, 18 nm/s. Desta forma, obteve-se uma deposição total de 561, 3 nm, valor bem próximo do calculado. Vale salientar que esta metalização ocorreu dentro das expectativas, com taxas de deposição bem controladas e relativamente rápido.

Fotolitografia e Corrosão do Processo de Fabricação 3

Submeteram-se as lâminas de vidro Z e de alumina Y à 3h30min de recozimento a 200 °C, antes da divisão das partes. A partir delas, realizou-se a caracterização do filme metálico como será visto no capítulo 4. Em seguida, retornou-se ao processo de fabricação.

Na Tabela 2.15 são mostrados os tempos de exposição, revelação e corrosão de cada



Figura 2.14: Foto dos RTDs fabricados.

lâmina, juntamente com os devidos comentários a respeito dos resultados, lembrando que o corrosivo utilizado foi H_3PO_4 : HNO_3 : H_2O na proporção 1 : 1 : 1. Vale lembrar também que os tempos foram definidos baseando-se no arranjo experimental que será apresentado no Capítulo 3.

Para verificar a hipótese de saturação do ácido utilizado nas corrosões, foram preparadas soluções diferentes para a corrosão das lâminas de vidro e alumina. Mais uma vez lâminas que não foram submetidas ao recozimento apresentaram corrosão mais rápida e uniforme. Vale, entretanto, salientar que a taxa de corrosão verificada nesta fabricação foi de aproximadamente 3, 5 nm/s.

Na Figura 2.14 é mostrada a foto de uma das lâminas obtidas na fabricação 3.

2.4 Conclusão

O domínio das técnicas de fabricação por toda a equipe do LDN envolvida direta ou indiretamente neste projeto foi bastante trabalhoso. Foi necessário despender bastante tempo para entender e aprimorar cada uma das etapas envolvidas na fabricação.

De todos os processos, sem dúvida o mais trabalhoso foi a metalização. Várias técnicas de evaporação do níquel, utilizando-se das mais diversas cestas, foram ensaiadas até se obter o resultado desejado. Algumas destas técnicas demoravam horas e exigiam o acompanhamento atento do operador. Além disso, para cada cesta utilizada era necessário aguardar o processo de importação, atrasando consideravelmente o trabalho realizado. Vale ainda salientar que para a realização de cada teste mencionado era necessário limpar cuidadosamente a câmara da evaporadora, preparar as amostras e aguardar algumas horas de vácuo.

Outro grande problema encontrado foi a corrosão das lâminas. Para cada teste sem sucesso, perdia-se todo o trabalho realizado naquela lâmina, exigindo a repetição da fabricação. Além das perdas ocorridas na busca do corrosivo ideal, existiram muitas perdas devido à dificuldade de corrosão das lâminas recozidas após a etapa de metalização. Lembrando ainda que o processo de recozimento de cada lâmina, por si só, já demandava várias horas de acompanhamento.

Outro ponto que vale ser mencionado foi a chegada gradual dos equipamentos utilizados. Alguns dos equipamentos anteriormente mencionados foram adquiridos no decorrer deste trabalho, exigindo tempo para estudo de funcionamento e adequação dos mesmos.

Por terem se tratado das primeiras fabricações de sensores de temperatura realizadas no LDN e a primeira utilização de alguns dos equipamentos envolvidos no processo, era esperado que muitas dificuldades fossem encontradas. Entretanto, podese considerar que as fabricações realizadas foram bastante satisfatórias. Em especial, a terceira fabricação realizada, onde os principais processos já estavam dominados, apresentou bons resultados, como será visto no capítulo de caracterização (Capítulo 4).

		· · ·	,	· · ·	()		
	Х	2100	210	60	130	Não foi submetida a recozimento após a metalização. A corrosão foi realizada com leve agitação do béquer.	
						Devido à pouca aderência do metal ao vidro, nenhum	
						RTD foi obtido.	
Y	A	2100	210	60	-	Lâmina submetida a 3h30min de recozimento a 200 °C após metalização. Não foi realizada a cor- rosão desta lâmina devido à constatação obtida da parte B desta mesma lâmina: as lâminas de alumina recozidas não permitiam a corrosão uniforme e de- moravam bastante tempo.	
	В	2100	210	60	2100	Lâmina submetida a 3h30min de recozimento a 200°C após metalização. A corrosão foi realizada com leve agitação do béquer, ocorrendo muito lenta- mente das pontas para o centro da lâmina.	
	С	2100	210	70	-	Lâmina submetida a 3h30min de recozimento a 200 °C após metalização. Não foi realizada a cor- rosão desta lâmina devido à constatação obtida da parte B desta mesma lâmina: as lâminas de alumina recozidas não permitiam a corrosão uniforme e de- moravam bastante tempo.	
	Z	2100	210	60	130	Lâmina submetida a 3h30min de recozimento a 200°C após metalização. A corrosão foi realizada com leve agitação do béquer. A corrosão não se deu uniformemente e muitas partes da lâmina ainda per- maneceram com níquel.	
W	A	2100	210	70	170	Não foi submetida a recozimento após a metalização. A corrosão foi realizada com leve agitação do béquer. A corrosão se deu uniformemente e durante o tempo esperado.	
	В	2100	210	70	150	Não foi submetida a recozimento após a metalização. A corrosão foi realizada com leve agitação do béquer. A corrosão se deu uniformemente e durante o tempo esperado.	
	С	2100	210	60	150	Não foi submetida a recozimento após a metalização. A corrosão foi realizada com leve agitação do béquer. A corrosão se deu uniformemente e durante o tempo esperado.	

Capítulo 3

Planejamento Experimental para Fabricação de RTDs Planares

3.1 Introdução

A obtenção de RTDs com características adequadas como: valor nominal e comportamento com as variações de temperatura, depende dos diversos parâmetros de fabricação escolhidos durante o processo.

A investigação da influência destes parâmetros demanda a realização de experimentos variando-se os fatores investigados. Estes parâmetros são variados dentro de certos níveis, avaliando-se quais valores apresentaram os melhores resultados. A condução destes experimentos deve ser realizada através de um planejamento experimental de modo a permitir a identificação de efeitos relativos à variação dos parâmetros, através de avaliação objetiva e de acordo com determinada margem de segurança.

Neste capítulo será apresentado, inicialmente, um resumo teórico de como deve se proceder para realizar o arranjo experimental baseado num planejamento experimental. Em seguida, serão elaborados dois arranjos experimentais para a otimização do processo de fabricação de RTDs do LDN. Finalmente serão discutidas as dificuldades encontradas e as próximas atividades a serem realizadas.

3.2 Planejamento Experimental

Antes de iniciar o detalhamento do arranjo experimental a ser utilizado para otimização da fabricação dos sensores de temperatura, seguem abaixo alguns conceitos e termos fundamentais utilizados para descrever estas técnicas de planejamento e análise de experimentos:

Parâmetros de entrada: São os parâmetros que podem ser controlados no processo de fabricação. O principal objetivo de fornecer valores diferentes a estes parâmetros é avaliar o efeito produzido nas funções de saída, explicado em seguida e, assim, determinar os principais parâmetros do processo e os valores que estes devem assumir.

Funções de saída: São as funções dependentes que sofrem efeitos nos experimentos, quando se variam os parâmetros de entrada. Podem existir uma ou mais funções de saída no processo, dependendo apenas de quais resultados se desejam analisar.

Níveis dos parâmetros: São os valores escolhidos para os parâmetros de entrada para cada experimento. Normalmente, quando se utilizam apenas dois níveis para o parâmetro de entrada, estes são identificados por +1 e -1.

Matriz de experimentos: É o plano formal para realização dos experimentos. A matriz é composta pelos parâmetros de entrada e seus níveis, distribuídos em vários experimentos. Cada coluna da matriz representa um parâmetro de entrada e cada linha, um experimento.

Repetição: É o processo de repetir algum dos experimentos sob as mesmas condições. A repetição permite encontrar uma estimativa do erro experimental, que é utilizado para determinar se as diferenças observadas entre os dados são estatisticamente significativas.

Dentre os métodos de otimização, vale destacar: planejamento unidimensional, planejamento fatorial e planejamento fatorial fracionado. A seguir, expõe-se um pequeno resumo do princípio de cada um dos processos.

Planejamento Unidimensional

O processo de otimização mais simples é o unidimensional. Todos os parâmetros de entrada, exceto um, são fixados. Este parâmetro é variado e é verificado em que nível ele oferece o melhor resultado. Este primeiro parâmetro é então fixado e um segundo parâmetro é variado até o processo ser maximizado para o parâmetro. Este procedimento é repetido para os parâmetros restantes. Apesar de simples, este processo é o menos eficaz. Ao se variar um único parâmetro de cada vez, não se observa a correlação entre os parâmetros, e, por conseqüência, dificilmente se obtém o processo mais otimizado possível para experimentos mais complexos.

Planejamento Fatorial

Num outro extremo está o planejamento fatorial. A metodologia deste planejamento consiste na realização de experimentos usando todas as combinações dos níveis dos parâmetros de entrada. Os resultados são analisados para a compreensão das correlações entre estes parâmetros e as saídas resultantes, incluindo os efeitos dos parâmetros individualmente e também os efeitos das interações entre os parâmetros. Este tipo de planejamento, apesar de muito eficaz, é extremamente trabalhoso. O número de experimentos necessários é dado pelo número de níveis elevado ao número de parâmetros de entrada.

Planejamento Fatorial Fracionado

Nesse tipo de planejamento, realiza-se um subconjunto de experimentos do planejamento fatorial.

Dentre as técnicas desenvolvidas para o planejamento fatorial fracionado, encontrase o planejamento ortogonal. Tabelas ortogonais foram criadas para auxiliar na implementação do arranjo experimental, de acordo com o número de parâmetros de entrada e quantidade de níveis de cada um deles.

De uma forma geral, o objetivo do planejamento ortogonal é estudar a relação

entre os parâmetros de entrada e suas correspondentes funções de saída, escolhendose certas combinações representativas dos níveis dos parâmetros de entrada. Seguindo as tabelas ortogonais, obtém-se um máximo de informações com um menor número de experimentos.

A técnica de planejamento inicialmente utilizada neste capítulo para otimização do processo de fabricação de RTDs foi a fatorial fracionado (planejamento ortogonal), pois a partir dela é possível se obter excelentes resultados a partir de uma quantidade razoável de experimentos.

3.2.1 O Planejamento Ortogonal

Para determinar os parâmetros de entrada, seus níveis e as funções de saída relevantes, deve-se conhecer bem o processo em questão. Antes de se dar início ao arranjo é necessário estudar quais os parâmetros do processo que mais influenciam no resultado e verificar quais os parâmetros de saída que realmente importam. Só então inicia-se o arranjo experimental.

Depois de se enumerar todos os parâmetros que podem influenciar nos resultados do processo, devem-se dividi-los em grupos como: grau de influência na resposta, capacidade de se controlar ou capacidade de se medir. Essa divisão ajuda a selecionar e priorizar os parâmetros críticos que afetam as funções de saída dos experimentos.

Como exemplo, no caso de 4 fatores de entrada com 3 níveis cada, apenas 9 experimentos são necessários no caso do planejamento ortogonal, ao invés de 81 experimentos no caso do planejamento fatorial. Na Tabela 3.1 é apresentado um exemplo de tabela ortogonal com 3 funções de saída de interesse, que poderia ser utilizada para este caso.

No primeiro bloco da tabela, que representa a tabela ortogonal propriamente dita, cada uma das colunas (A, B, C e D) representa um parâmetro de entrada. Cada linha (de 1 a 9), por sua vez, representa um experimento realizado. As intersecções das linhas e colunas indicam os níveis que são escolhidos para os parâmetros de entrada em cada experimento.

No segundo bloco da tabela estão representadas as funções de saída coletadas para cada experimento realizado. A escolha das funções de saída depende do que se deseja

]	Fun	ções	de Saída			
Experimentos	А	В	С	D	R	S	Т
1	Nível A_1	Nível B_1	Nível C_1	Nível D_1	R_1	S_1	T_1
2	Nível A_1	Nível B_2	Nível C_2	Nível D_2	R_2	S_2	T_2
3	Nível A_1	Nível B_3	Nível C_3	Nível D_3	R_3	S_3	T_3
4	Nível A_2	Nível B_1	Nível C_2	Nível D_3	R_4	S_4	T_4
5	Nível A_2	Nível B_2	Nível C_3	Nível D_1	R_5	S_5	T_5
6	Nível A_2	Nível B_3	Nível C_1	Nível D_2	R_6	S_6	T_6
7	Nível A_3	Nível B_1	Nível C_3	Nível D_2	R_7	S_7	T_7
8	Nível A_3	Nível B_2	Nível C_1	Nível D_3	R_8	S_8	T_8
9	Nível A_3	Nível B_3	Nível C_2	Nível D_1	R_9	S_9	T_9

Tabela 3.1: Exemplo de Tabela Ortogonal.

observar, quanto maior o número de funções de saída de interesse a se otimizar, mais complexa será a otimização do processo como um todo.

A nomenclatura usada para representar a tabela é, genericamente, $L_X Z^Y$. onde:

- Yé o número de parâmetros de entrada;
- Z é o número de níveis dos parâmetros de entrada;

Xé o número de experimentos que devem ser realizados para completar a matriz.

No exemplo acima, a nomenclatura da tabela seria L_93^4 .

Para uma matriz ser ortogonal ela deve apresentar as seguintes características:

- 1. O número de ocorrências de cada nível deve ser igual dentro de cada coluna;
- Todas as linhas tendo níveis idênticos numa dada coluna, devem apresentar um número igual de ocorrências de todos os outros níveis nas outras colunas;
- 3. A matriz, para um dado número de colunas n, deve ser aquela que possua o número mínimo de linhas que satisfaça as condições acima.

Considerando-se um grupo de experimentos com o mesmo nível para um dado parâmetro de entrada, os efeitos de 1^a ordem dos outros parâmetros de entrada se cancelam devido à propriedade ortogonal da matriz. Desta forma, quando se toma uma média dos valores de uma das funções de saída deste grupo, leva-se em conta apenas o efeito relativo ao parâmetro em questão. Como resultado, a correlação de 1^a ordem entre os níveis dos parâmetros de entrada e as funções de saída pode ser explicitamente obtida sem a necessidade de realizar um maior número de experimentos requeridos na análise fatorial.

Uma aproximação simplificada para quantificar o efeito de cada parâmetro de entrada na função de saída pode ser realizada matematicamente. Para tanto, calculase a diferença entre os valores máximos e mínimos para cada conjunto de médias de funções de saída, para cada parâmetro de entrada, como mostrado em seguida nas Equações 3.1, 3.2, 3.3 e 3.4.

$$R_{A_{nvel1}} = \frac{1}{3}(R_1 + R_2 + R_3)$$

$$R_{A_{nvel2}} = \frac{1}{3}(R_4 + R_5 + R_6)$$

$$R_{A_{nvel3}} = \frac{1}{3}(R_7 + R_8 + R_9)$$

$$\Delta R_A = R_{A(Max)} - R_{A(Min)}$$
(3.1)

$$R_{B_{nvel1}} = \frac{1}{3}(R_1 + R_4 + R_7)$$

$$R_{B_{nvel2}} = \frac{1}{3}(R_2 + R_5 + R_8)$$

$$R_{B_{nvel3}} = \frac{1}{3}(R_3 + R_6 + R_9)$$

$$\Delta R_B = R_{B(Max)} - R_{B(Min)}$$
(3.2)

$$R_{C_{nvel1}} = \frac{1}{3}(R_1 + R_6 + R_8)$$

$$R_{C_{nvel2}} = \frac{1}{3}(R_2 + R_4 + R_9)$$

$$R_{C_{nvel3}} = \frac{1}{3}(R_3 + R_5 + R_7)$$

$$\Delta R_C = R_{C(Max)} - R_{C(Min)}$$
(3.3)

$$R_{D_{nvel1}} = \frac{1}{3}(R_1 + R_5 + R_9)$$

$$R_{D_{nvel2}} = \frac{1}{3}(R_2 + R_6 + R_7)$$

$$R_{D_{nvel3}} = \frac{1}{3}(R_3 + R_4 + R_8)$$

$$\Delta R_D = R_{D(Max)} - R_{D(Min)}$$
(3.4)

Como pode se perceber, cada uma das quatro diferenças encontradas para uma determinada função de saída está relacionada a um parâmetro de entrada. Comparando as quatro diferenças para cada função de saída, no caso acima para a função de saída R, é possível quantificar o efeito relativo de cada parâmetro de entrada nessa função de saída. O mesmo se faz para as outras funções de saída (S e T). Deve-se enfatizar que esta análise é a mais simples, podendo-se ainda realizar sofisticadas aproximações estatísticas [30].

Para melhor entendimento de como deve se proceder para montagem do arranjo experimental, usando a técnicas de planejamento fatorial fracionado e análise dos resultados obtidos, será ilustrado um exemplo numérico.

Para os parâmetros de entrada escolhidos, consideraram-se os valores para cada um dos três níveis como mostrado na Tabela 3.2.

Tabela 3.2: Exemplo: Niveis de Parâmetros de Entrada.

Parâmetros de Entrada					
Níveis	А	В	С	D	
1	275	450	$0,\!8$	125	
2	300	500	$1,\!0$	160	
2	325	550	1,2	200	

Com a realização dos 9 experimentos sugeridos pela Tabela 3.1, preencheu-se a tabela com os resultados obtidos, como mostrado na Tabela 3.3.

Os experimentos 1 e 1" são repetições do experimento 1. Estes experimentos redundantes devem ser realizados para se calcular o desvio padrão associado ao processo ou à medição de cada função de saída. A partir dos resultados desses três experimentos, calcula-se o desvio padrão. A significância relativa da função de saída pode ser determinada comparando-a ao desvio padrão. Sem entrar em detalhes de técnicas estatísticas para fazer as comparações necessárias, pode ser considerado que, para experimentos deste tipo, com poucas repetições relativas, os resultados só começam a ser relevantes quando a diferença na função de saída é duas ou três vezes o desvio padrão.

A partir dos resultados das funções de saída, calcula-se a diferença entre os valores máximos e mínimos a partir das equações 3.1, 3.2, 3.3 e 3.4. Os resultados obtidos

69
09

	Parâ	metro	s de l	Funçõ	ies de	Saída	
Experimentos	А	В	С	D	R	S	Т
1	275	450	0,8	125	1075	2,7	$1,\!63$
2	275	500	1,0	160	633	4,9	$1,\!37$
3	275	550	1,2	200	406	4,6	1,10
4	300	450	$1,\!0$	200	860	3,4	1,58
5	300	500	1,2	125	561	4,6	1,26
1'	275	450	$0,\!8$	125	1052	1,7	1,72
6	300	550	0,8	160	868	4,6	$1,\!65$
7	325	450	1,2	160	669	5,0	1,42
8	325	500	0,8	200	1138	2,9	$1,\!69$
9	325	550	1,0	125	749	5,6	1,54
1"	275	450	0,8	125	1037	2,6	1,72

Tabela 3.3: Tabela Ortogonal do Exemplo.

estão mostrados na Tabela 3.4, para cada função de saída.

Tabela 3.4: Resultados do Exemplo.

R_1	$R_{A1}=697$	$R_{B1}=861$	$R_{C1}=1020$	$R_{D1}=788$
R_2	$R_{A2} = 763$	$R_{B2} = 777$	$R_{C2} = 747$	$R_{D2} = 723$
R_3	$R_{A3}=852$	$R_{B3} = 674$	$R_{C3} = 545$	$R_{D3}=801$
ΔR	$\Delta R_A = 155$	$\Delta R_B = 187$	$\Delta R_C = 475$	$\Delta R_D = 78$
S_1	$S_{A1}=3,\!9$	$S_{B1}=3,\!6$	$S_{C1}=3,\!3$	$S_{D1}=4,2$
S_2	$S_{A2}=4,2$	$S_{B2}=4,1$	$S_{C2}=4,\!6$	$S_{D2}=4,\!8$
S_3	$S_{A3} = 4,5$	$S_{B3}=4,\!9$	$S_{C3} = 4,7$	$S_{D3}=3,\!6$
ΔS	$\Delta S_A=0,\!6$	$\Delta S_B = 1,3$	$\Delta S_C = 1,4$	$\Delta S_D=1,\!2$
T_1	$T_{A1}=1{,}39$	$T_{B1} = 1,56$	$T_{C1} = 1,\!68$	$T_{D1}=1,\!5$
T_2	$T_{A2} = 1,50$	$T_{B2} = 1,44$	$T_{C2} = 1,50$	$T_{D2}=1,\!48$
T_3	$T_{A3} = 1,55$	$T_{B3} = 1,43$	$T_{C3} = 1,26$	$T_{D3}=1,\!46$
ΔT	$\Delta T_A=0,16$	$\Delta T_B = 0.13$	$\Delta T_C=0,\!42$	$\Delta T_D = 0,04$

Para extrair maiores informações a partir dos resultados da tabela ortogonal, podem-se traçar as curvas das médias das funções de saída em função dos níveis considerados. Na Figura 3.1 são mostradas as curvas obtidas para a função de saída R.

De acordo com os resultados obtidos nas repetições do experimento 1, pôde-se calcular os desvios padrões associados às medições de cada uma das funções de saída consideradas. Seguem os desvios padrões calculados:

$$\delta_R = 19$$



Figura 3.1: Gráficos da função de saída R em termos da variação dos parâmetros de entrada.

$$\delta_S=0,6$$
 $\delta_{T}=0.05$

Para iniciar a analise dos dados colhidos é importante definir quais os resultados desejados para cada uma das funções de saída. Desta forma, para este exemplo, deve-se obter: R e T o maior possível e S o menor possível.

Considerando-se a função de saída R, analisando-se os resultados obtidos para cada parâmetro de entrada, constatou-se que o processo estaria otimizado se os níveis de entrada referentes aos parâmetros A, B, C e D fossem respectivamente iguais a (325; 450; 0,80; 200), ou seja, os níveis (3; 1; 1; 3).

Já em relação à função de saída S, analisando-se os resultados obtidos para cada parâmetro de entrada, constatou-se que o processo estaria otimizado se os níveis de entrada referentes aos parâmetros A, B, C e D fossem respectivamente iguais a (275; 450; 0,80; 200), ou seja, os níveis (1; 1; 1; 3).

Por fim, em relação à função de saída T, analisando-se os resultados obtidos para cada parâmetro de entrada, constatou-se que o processo estaria otimizado se os níveis de entrada referentes aos parâmetros A, B, C e D fossem respectivamente iguais a (325; 450; 0.80; 125), ou seja, os níveis (3; 1; 1; 1).

Para se otimizar o processo como um todo, deve-se, então, fazer algumas comparações entre os resultados obtidos e chegar-se a um único e melhor nível do parâmetro de entrada para otimização das três saídas ao mesmo tempo. Para tanto é preciso analisar a significância dos resultados obtidos quando comparados aos desvios padrões calculados para cada uma das funções de saída.

Para o parâmetro de entrada A, o nível 3 garantiria o valor máximo desejado para as saídas R e T, enquanto o nível 1 forneceria o mínimo desejado para a saída S. Entretanto, observa-se que o efeito do parâmetro de entrada A na função de saída S está bastante próximo do desvio padrão associado a essa função de saída, portanto não significativo para a faixa de valores do parâmetro A estudada. Dessa forma, o nível adequado para o parâmetro de entrada A para a otimização simultânea das três funções de saída é o nível 3.

Para os parâmetros B e C, observa-se que o nível 1 proporciona os maiores valores encontrados de R e T e o menor valor de S. Desta forma, o nível 1 satisfaz plenamente os resultados desejados (R e T maiores possível e S menor possível), devendo ser escolhido para tais parâmetros (B e C).

Por último, o efeito do parâmetro D na função de saída T está bastante próximo do desvio padrão associado a essa função de saída, portanto não significativo para a faixa de valores do parâmetro D estudada. Dessa forma, observando que o nível 3 satisfaz as necessidades de obter a maior saída R e a menor saída S possível, o nível adequado para o parâmetro de entrada D para a otimização simultânea das três funções de saída é o nível 3.

A partir das considerações acima, conclui-se que o processo exemplificado seria otimizado para as funções de saída de interesse utilizando os níveis 3;1;1;3 para os parâmetros de entrada A, B, C e D respectivamente.

Vale salientar que os valores numéricos utilizados para descrever o exemplo acima descrito foram extraído da referência [31], assim como a análise dos resultados.

3.2.2 O Planejamento Ortogonal aplicado à fabricação de RTDs

Após terem sido realizadas duas fabricações de sensores de temperatura bem sucedidas com o níquel, puderam-se conhecer todas as etapas do processo detalhadamente. Desta forma, decidiu-se por tentar realizar um planejamento experimental para a fabricação dos RTDs para ser aplicado nas fabricações seguintes e atingir a otimização do processo.

Para o processo de fabricação de RTDs, prepararam-se dois planejamentos experimentais. O primeiro planejamento refere-se à otimização do processo de metalização, com o intuito controlar a resistividade do metal depositado e, consequentemente a inclinação da curva de calibração do RTD, como será visto no Capítulo 4. Já o segundo planejamento diz respeito à otimização do processo de fotolitografia e corrosão, controlando as dimensões do RTD e, consequentemente sua resistência nominal.

Para realizar o planejamento experimental, fez-se um apanhado de todos os parâmetros de entrada que poderiam influenciar no resultado de cada processo e escolheram-se os mais significativos para as funções de saída examinadas.

Segue abaixo o estudo realizado para os processos considerados e os arranjos experimentais sugeridos.

Arranjo para Otimização da Metalização

Existem diversos fatores que podem influenciar no resultado da metalização do substrato. O grande interesse na otimização dessa etapa é a obtenção de um filme homogêneo e com valor de resistividade próximo ao valor dos RTDs comerciais. Portanto, as funções de saída de interesse neste processo seriam:

- Uniformidade do metal depositado;
- Resistividade do metal após metalização.

Dentre os fatores que mais podem influenciar as funções de saída deste processo, podem-se considerar:

- Posicionamento do substrato no disco giratório;
- A pressão interna da câmara onde será realizada a metalização;

- Espessura do metal depositado;
- Taxa de deposição do metal;
- Temperatura do substrato dentro da câmara.

Seguem alguns comentários sobre cada um dos parâmetros de entrada considerados:

Posicionamento do substrato no disco giratório:

Apesar do disco girar em torno do eixo central da metalizadora, as lâminas não giram individualmente, portanto, uma influência no posicionamento pode realmente ser relevante nesse processo. Como não há como modificar a posição da lâmina durante a evaporação, não há controle sobre o mesmo, de forma que esse parâmetro não será considerado como um dos parâmetros de entrada a serem estudados. No entanto, caso se verifique uma relação entre os valores medidos e o posicionamento da lâmina, quando obtidos os resultados de resistividade e de homogeneidade, será realizado um estudo mais detalhado de sua influência.

Pressão interna da câmara:

Para garantir menor índice de impurezas no interior da câmara, é necessário que sua pressão interna seja sempre a menor possível. Para tanto, além de se realizar uma limpeza prévia da mesma é necessário atingir uma condição de alto vácuo. Como o ideal é sempre obter a menor pressão possível, independentemente de quaisquer outros parâmetros, esse fator não deve ser considerado para a otimização.

Espessura do metal depositado:

Quanto maior a espessura de um filme depositado, menor as influências da rugosidade do substrato. Portanto, quanto maior a espessura do filme, menor a resistividade do mesmo, chegando mais próximo do desejado. Portanto, esse parâmetro deve ser o maior possível, desde que atenda às características de resistência nominal desejada para o RTD fabricado. Deve-se também considerar que quanto maior a espessura depositada maior será o custo do sensor. Sabe-se, entretanto, que para espessuras superiores a 500 nm (ver Apêndice A) a influência da variação da espessura na resistividade resultante cai consideravelmente. Como a fabricação a ser considerada (terceira) terá espessura de 561, 6 nm, como será visto no Capítulo 4, este parâmetro não precisa ser considerado na otimização.

Taxa de deposição e Temperatura do substrato:

A temperatura do substrato durante a evaporação influencia na resistividade do filme depositado. O aquecimento adequado do substrato provoca maior mobilidade dos átomos depositados, permitindo a obtenção de um filme mais homogêneo.

A velocidade da taxa de deposição, por sua vez, deve ser tal que, juntamente com o aquecimento do substrato, permita que essa mobilidade dos átomos seja proveitosa.

Analisando os casos extremos, quando o substrato não é aquecido e a taxa de deposição está alta, os átomos que atingem o substrato chegam com temperaturas elevadas e após a formação do filme e esfriamento do conjunto, pode haver o tensionamento do filme, levando à formação de bolhas. Por outro lado, se o substrato estiver muito quente e a taxa de deposição baixa, no esfriamento, também pode ocorrer o tensionamento do filme, resultando em possíveis rachaduras no filme depositado.

Sabendo-se desta relação entre temperatura de substrato e taxa de deposição, percebe-se a importância do estudo destes parâmetros. Sabe-se também que a resistividade do filme depositado diminui com o aumento da taxa de deposição e com o aumento da temperatura do substrato durante a evaporação (ver Apêndice A). Portanto ambos serão considerados no planejamento experimental.

Assim, eliminados alguns parâmetros anteriormente citados, os parâmetros de entrada que poderiam influenciar de uma maneira mais significativa as características do metal depositado para a espessura desejada seriam:

- Taxa de deposição do metal;
- Temperatura do substrato dentro da câmara.

Poderiam ser considerados inicialmente 2 níveis para cada parâmetro de entrada, como mostrado na Tabela 3.5.

Neste caso específico, como foram escolhidos apenas dois parâmetros e dois níveis para cada um, pode-se, facilmente utilizar o planejamento fatorial, obtendo uma

Níveis	Temperatura do Substrato	Taxa de Deposição
1	Temp1	TX1
2	$\mathrm{Temp2}$	TX2

Tabela 3.5: Níveis para otimização da metalização.

excelente otimização. A tabela para realização dos experimentos está mostrada na Tabela 3.6.

Tabela 3.6: Planejamento experimental para otimização da metalização.

	Parâmetros o	de Entrada	Funções de	e Saída
Exp	Temp Substrato	TX Deposição	Resistividade	Uniformidade
1	Temp1	TX1	R_1	U_1
2	Temp1	TX2	R_2	U_2
3	Temp2	TX1	R_3	U_3
4	Temp2	TX2	R_4	U_4

Vale ainda ressaltar alguns comentário a respeito da realização desta otimização: O controle de temperatura do substrato na evaporadora utilizada não é muito exato. O termopar interno à câmara encontra-se um pouco abaixo da linha do substrato, não fornecendo a temperatura real do mesmo, mas apenas um valor aproximado.

Vale salientar que alguns fabricantes de lâminas já as fabricam com um pequeno orifício para encaixar um termopar, deixando-o ao mesmo nível da superfície da lâmina. Esta lâmina juntamente com o termopar são então colocados no disco giratório possibilitando o monitoramento real da temperatura dos substratos durante a metalização.

Uma dificuldade na realização destes experimentos é a necessidade de se trabalhar com taxas de deposição fixas. Para se conseguir definir taxas de deposição, é necessário que a quantidade de metal depositada seja suficiente para que a taxa tenha tempo de se estabilizar.

Outro grande problema a ser considerado é a forma rudimentar de medição de resistividade realizada no LDN, como será visto no Capítulo 4. A falta de um equipamento apropriado para a utilização do método das quatro pontas de prova, resulta em grande imprecisão na medição, dificultando o monitoramento desta saída. A uniformidade também depende do método de medição de resistividade, uma vez que ela será determinada de acordo com os vários resultados de resistividade medidos ao longo da lâmina.

Por fim, é importante lembrar que para se obter o valor mínimo de resistividade, a etapa de recozimento deve ser realizada após a metalização. Para se chegar no tempo ótimo de recozimento, um estudo da dependência do valor da resistividade obtida com o tempo de recozimento deve ser realizado. A partir daí, sabendo-se o valor ideal de recozimento, submetem-se todas as lâminas metalizadas nos quatro experimentos para análise de resistividade e uniformidade, preenchendo as funções de saída da tabela ortogonal de experimentos.

Arranjo para Otimização da Fotolitografia e Corrosão

Nesta etapa, a função de saída de interesse é o valor da resistência nominal do RTD a $0\,^{\circ}\mathrm{C}.$

Lembrando que após a metalização, as etapas de fabricação são:

- Aplicação de fotorresina;
- Aquecimento da lâmina a 90 °C ;
- Exposição da lâmina, com a máscara litográfica, à luz ultravioleta;
- Imersão da lâmina no revelador para remoção da fotorresina atingida pela luz ultravioleta;
- Lavagem da lâmina em água deionizada;
- Aquecimento da lâmina a 110 °C;
- Imersão da lâmina numa mistura de ácido para corrosão do metal que não está protegido pela fotorresina;
- Lavagem da lâmina em água deionizada;
- Imersão da lâmina em acetona para retirar a fotoresina que está sobre o caminho metálico.

Após analisar, etapa por etapa, chegou-se à conclusão que os parâmetros de entrada que poderiam influenciar, de maneira mais significativa, as características físicas e, conseqüentemente elétricas do RTD fabricado, além da espessura depositada, seriam:

- Tempo de exposição à luz ultravioleta;
- Tempo de revelação;
- Tempo de corrosão.

Seguem alguns comentários sobre cada um dos parâmetros considerados:

Espessura do metal depositado:

De acordo com a equação que relaciona a resistência do RTD às suas dimensões físicas, sabe-se que a quantidade de metal depositado irá influenciar diretamente no valor da resistência nominal. Como será explicado no Capítulo 4, a espessura do níquel a ser depositada após a segunda fabricação já estava sob controle, no entanto, estava precisando ser otimizada para um valor que fornecesse a resistência nominal do RTD mais próxima de 1000 Ω a 0 °C. Desta forma, estimou-se o valor a ser depositado para atingir a resistência nominal desejada e, ficou a ser definido o segundo valor para o arranjo experimental.

Tempo de exposição à luz ultravioleta:

O tempo de exposição utilizado deve ser suficientemente grande para reagir com a fotorresina, mas sem afetar a região protegida pela máscara. Como a lacuna existente entre o tempo correto e o tempo necessário para se iniciar o desgaste é razoável, a otimização deste parâmetro não é tão crítica, podendo ser repetidos os tempos utilizados nas fabricações preliminares. Desta forma, este parâmetro não será considerado no planejamento experimental.

Tempo de revelação:

Tanto o excesso quanto a escassez do tempo de revelação pode provocar efeitos de arredondamento das quinas e trilhas onduladas. Consequentemente, o tempo de

revelação pode alterar as características físicas do RTD. Portanto, trata-se de um parâmetro importantíssimo para ser otimizado. Os dois níveis utilizados para o tempo de revelação, por sua vez, foram baseados nos vários experimentos preliminares realizados antes das três fabricações finais com níquel.

Tempo de corrosão:

O excesso de corrosão provoca o estreitamento da largura do RTD fabricado, alterando assim sua resistência nominal, ou até mesmo provocando rompimento das trilhas. Por outro lado, o tempo reduzido de corrosão pode não retirar devidamente todo o metal livre da fotorresina, alterando ou inutilizando o RTD projetado.

O primeiro nível para o tempo de corrosão foi determinado, visualmente, durante a realização da terceira fabricação do RTD de níquel. Como o tempo de corrosão depende da espessura depositada e nesse arranjo as espessuras consideradas seriam próximas, escolheu-se um segundo período um pouco superior para o segundo nível do tempo de corrosão.

Desta forma, os dois níveis considerados para cada parâmetro de entrada, estão mostrados na Tabela 3.7. É importante destacar que a escolha dos níveis utilizados é de fundamental importância para o resultado do planejamento experimental. Se os níveis escolhidos são muito próximos, os efeitos desses parâmetros na saída podem ser tão pequenos que não sejam considerados significantes. Por outro lado, se os níveis escolhidos são muito distantes uns dos outros, é possível que ocorra um máximo ou um mínimo no processo e tenha-se uma perda de informações.

Tabela 3.7: Níveis para otimização da fotolitografia e corrosão.

Níveis	Espessura(nm)	Tempo de Revelação(s)	Tempo de Corrosão(s)
1	$561,\! 6$	60	150
2	a definir	70	170

Obteve-se, então a tabela para realização dos experimentos, seguindo o planejamento fatorial fracionado como mostrado na Tabela 3.8.

	Par	Funções de Saída		
Exp	Espessura(nm)	Tempo Rev(s)	Tempo Cor(s)	Resistência a 0°C
1	$561,\! 6$	60	150	R_1
2	$561,\! 6$	70	170	R_2
3	a definir	60	170	R_3
4	a definir	70	150	R_4

Tabela 3.8: Planejamento experimental para otimização da fotolitografia e corrosão.

3.2.3 O Planejamento Ortogonal realizado

Como foi discutido no Capítulo 2, muitas dificuldades foram encontradas para a realização da fabricação de RTDs de níquel. Várias tentativas e técnicas de evaporação foram utilizadas até se atingir um resultado satisfatório. Somente depois de controlar o processo seria possível preparar um planejamento experimental para otimizar o processo de fabricação.

Como já estavam sendo finalizadas as pesquisas deste trabalho, não havendo mais tempo para a realização de muitos experimentos de fabricação, optou-se por preparar um planejamento experimental mais simples.

Como ainda não era possível otimizar a resistividade devido às dificuldades mencionadas anteriormente, optou-se por otimizar apenas a fabricação após a metalização.

Vale ressaltar aqui que a necessidade de otimizar o valor da resistividade do níquel depositado para atingir os valores comerciais não era imprescindível, uma vez que o sensor de temperatura fabricado seria parte de um sensor inteligente. Nestes sensores, a curva característica é analisada por sua eletrônica interna, e o valor de temperatura é repassado digitalmente para o dispositivo de controle ou supervisão. Desta forma, os sensores fabricados não precisam seguir rigorosamente as regiões de trabalho pertinentes a sensores não-inteligentes, podendo possuir características próprias como inclinação e resistência nominal. Desta forma, a otimização do processo após a metalização já seria de grande utilidade para se obter alto nível de controle e repetibilidade na fabricação dos sensores de interesse.

Entretanto, como o arranjo proposto para otimização da fotolitografia e metalização era relativamente simples, optou-se por otimizar a resistência nominal dos RTDs a serem fabricados em 1000Ω à temperatura de 0 °C. Esse arranjo experimental seria aplicado às fabricações 3 e 4. Entretanto, por falta de tempo, a fabricação 4 não foi realizada.

Os níveis escolhidos estão explicitados na Tabela 3.7. A partir deles, seguiu-se a configuração da tabela ortogonal (Tabela 3.8) para a realização destes experimentos.

Algumas dificuldades foram encontradas na realização deste planejamento. Os tempos de revelação e corrosão nem sempre eram atingidos como planejado, pois o processo de retirada da lâmina das soluções era manual e impreciso, demandando, muitas vezes, alguns segundos a mais. Desta forma, em várias ocasiões, não se conseguiu repetir o valor do parâmetro pré-determinado. Depois de algumas tentativas, obtiveram-se os resultados mostrados na Tabela 3.9. A tabela foi preenchida apenas com os experimentos já realizados.

	Parâmetros de Entrada			Funções de Saída
Exp	Espessura(nm)	Tempo $Rev(s)$	Tempo Cor(s)	Resistência a 0°C
1	$561,\! 6$	60	150	973
2	$561,\! 6$	70	170	1200
3	-	-	-	-
4	-	-	-	-

Tabela 3.9: Resultado do Planejamento Experimental.

Não houve tempo de concluir o planejamento experimental. No entanto, como será visto no Capítulo 4, o valor de espessura utilizado na terceira fabricação foi tão apropriado que dispensou a variação deste parâmetro no arranjo experimental. Então, como sobraram apenas dois itens a serem variados, optou-se por dar continuidade na otimização do processo utilizando o planejamento fatorial. Na Tabela 3.10 são mostrados os resultados obtidos até então e como deverão ser realizados os experimentos para este novo planejamento.

Vale salientar que a terceira linha pôde ser preenchida utilizando a última lâmina disponível da fabricação 3, pois não era mais necessário variar a espessura, como previsto no arranjo fracionado. Uma próxima fabricação deverá ser realizada para completar esta tabela e permitir a análise dos resultados obtidos, chegando-se a otimização do processo ou a um resultado que sugerirá novos planejamentos.

	Parâmetros de Entrada		Funções de Saída
Exp	Tempo $Rev(s)$	Tempo Cor(s)	Resistência a 0°C
1	60	150	973
2	70	170	1200
3	70	150	1100
4	60	170	-

Tabela 3.10: Resultado do Novo Planejamento Experimental.

3.3 Conclusão

A utilização de um arranjo experimental é de suma importância para se conhecer a influência dos diversos parâmetros existentes na fabricação de um RTD e otimizá-los.

A análise dos dados apresentada aqui é suficiente na maioria das aplicações em engenharia, envolvendo otimização e caracterização de processos. Os resultados de uma análise ortogonal permitem que o processo seja otimizado dentro da faixa que os parâmetros de entrada foram variados. Se uma otimização adicional for necessária, variando os parâmetros de entrada além dos limites escolhidos, observa-se a tendência das médias das funções de saída.

O arranjo experimental possibilita ainda que se conheçam os processos a serem melhorados, seja pela utilização de novas técnicas, seja pela aquisição de novos equipamentos.

Mesmo incompleto, o arranjo utilizado neste trabalho explicitou alguns procedimentos que provavelmente deverão ser melhorados para se obter maior precisão e repetibilidade nas fabricações realizadas. O controle de tempo da revelação e corrosão atualmente utilizados é bastante precário pois depende totalmente do operador. O método manual de retirada das lâminas deve ser substituído por um método automático ou semi-automático e temporizado, de forma a se obter precisão nos tempos de submissão à revelação e à corrosão.

Quando finalizado, o planejamento experimental realizado facilitará a repetibilidade do processo e a obtenção de RTDs adequados para a integração em sensores inteligentes. Futuramente, com a análise da resistividade, será possível também controlar a inclinação das curvas dos RTDs, obtendo maior sensibilidade e aproximandoos ainda mais dos sensores de temperatura existentes no mercado, como será visto no Capítulo 4.

Por fim, a padronização dos tempos e parâmetros utilizados na fabricação possibilitará a produção em maior escala, diminuindo o tempo despendido na mesma e aumentando a disponibilidade de RTDs para testes e análises.

Capítulo 4

Caracterização dos RTDs Fabricados

4.1 Introdução

Após a fabricação, o próximo passo é a caracterização do dispositivo, tanto física como elétrica. De acordo com os resultados dessa caracterização, podem-se reajustar alguns parâmetros da fabricação para deixá-lo em conformidade com as características desejadas.

Inicialmente, será realizada uma breve explanação teórica a respeito das caracterizações físicas e elétricas, mostrando os principais parâmetros a serem analisados, os instrumentos utilizados e os processos de otimização desenvolvidos neste trabalho.

Posteriormente, serão apresentados os resultados da caracterização obtida em cada uma das três fabricações realizadas, analisando suas principais características e justificando sua utilização para o projeto dos RTDs fabricados em seguida.

4.2 Características Físicas

Muitas vezes as dimensões dos dispositivos fabricados não estão de acordo com o projetado, implicando em alterações nas suas características elétricas. Essas variações de dimensões podem ser causadas por vários motivos, entre eles: tempo de exposição à luz UV inadequado, tempo de revelação mal dimensionado, problemas na etapa de corrosão, problemas na máscara litográfica e erros de medição de espessura fornecida pela metalizadora.

Essa seção tem por finalidade apresentar os métodos utilizados no LDN para a



Figura 4.1: Perfilômetro Mitutoyo SJ - 401.

obtenção dos principais parâmetros a serem analisados na caracterização física (comprimento, largura e espessura).

O primeiro parâmetro a ser considerado é o comprimento dos RTDs. Como, em geral, o comprimento é muito maior do que as outras duas dimensões, quinhentas vezes maior neste trabalho, a medição deste parâmetro pode ser ignorada. Isto é possível, pois a influência dos processos de fabricação em sua dimensão é muito pequena quando comparado com sua própria dimensão, tornando o erro não significativo.

As medidas de largura e espessura do RTD podem ser realizadas através de um perfilômetro, instrumento utilizado para analisar o perfil de uma superfície. Através do perfilômetro é possível se verificar a rugosidade do material, bem como analisar a presença e a amplitude de degraus existentes na interface entre materiais. Como no caso de RTDs utiliza-se um metal depositado sobre um substrato, a partir do perfilômetro, pode-se verificar exatamente as posições da lâmina onde existem metal. Desta forma, pode-se medir a largura das trilhas metálicas do RTD e verificar a altura dos degraus encontrados, determinando a espessura do sensor.

Diversas medidas de espessura dos RTDs fabricados foram realizadas com um perfilômetro, gentilmente cedido pelo Departamento de Engenharia Mecânica da UFPE. Foi utilizado o perfilômetro *Mitutoyo SJ - 401* que tem 0, 125*nm* de resolução (ver Figura 4.1), no entanto, não se obtiveram resultados satisfatórios. Os gráficos obtidos a partir dos dados do perfilômetro mostravam que a superfície analisada apresentava



Figura 4.2: Perfil do RTD de níquel sobre alumina.

bastante rugosidade. Devido a essa rugosidade, não era possível através dos gráficos discernir a espessura do RTD fabricado, uma vez que a camada de níquel depositada era muito fina, da ordem de grandeza da rugosidade do substrato.

Na verdade, não se sabia ao certo se toda aquela rugosidade apresentada pelo perfilômetro era devido apenas à rugosidade da alumina ou se o equipamento não estava fornecendo medidas confiáveis. Na Figura 4.2 é ilustrado um dos gráficos obtidos para o perfil de um RTD de níquel (561, 3nm) fabricado sobre a alumina.

De qualquer forma, pode-se perceber a partir do gráfico da Figura 4.2, que as larguras das trilhas do RTD estão em torno dos $100 \,\mu$ m como projetado, porém sem muita precisão no valor observado.

Fez-se um estudo qualitativo comparativo entre as rugosidades da alumina, do vidro e do silício a partir dos gráficos fornecidos pelo perfilômetro. Esses resultados são apresentados nas Figuras 4.3, 4.4 e 4.5. Vale salientar que esta análise foi realizada para as lâminas após fabricação de RTDs, ou seja, sofreram a etapa de corrosão, modificando a rugosidade da superfície em relação ao material antes da corrosão.

Pode-se afirmar que a alumina foi o substrato que apresentou maior rugosidade, enquanto que o vidro e o silício apresentaram rugosidades semelhantes. De certa forma, mesmo que o perfilômetro não esteja fornecendo o valor real de rugosidade,



Figura 4.3: Rugosidade da alumina.



Figura 4.4: Rugosidade do vidro.



Figura 4.5: Rugosidade do silício.



Figura 4.6: Perfil do RTD de níquel (561, 3nm) sobre vidro.

pôde-se constatar que a alumina utilizada é bastante rugosa quando comparada aos outros substratos.

Mais uma vez, para efeito comparativo, o perfil do RTD de níquel (561, 3 nm) sobre o vidro, como obtido pelo perfilômetro, pode ser visto na Figura 4.6. Da mesma forma que ocorreu para os RTDs de alumina, não se conseguiu decifrar com clareza os degraus do metal, impossibilitando a medida da espessura depositada.

Portanto, baseado no perfilômetro utilizado, não foi possível obter medidas confiáveis.

Para confirmar os resultados obtidos, enviou-se para a UNICAMP uma amostra da lâmina de alumina com RTDs de níquel fabricados para a análise de espessura do níquel e rugosidade do substrato. Resultados semelhantes foram obtidos, mostrando que o problema da rugosidade encontrada realmente estava associado às lâminas e metais utilizados, e não ao perfilômetro como se cogitou anteriormente.

Diante da impossibilidade de se estimar com precisão as dimensões de espessura e largura dos RTDs, optou-se por se realizar uma análise visual, utilizando um microscópio eletrônico, para se estimar a largura.

Foi então utilizado o microscópio eletrônico de varredura *JEOL6460* (ver Figura 4.7). A partir dele foram estimadas as larguras das duas últimas fabricações realizadas, como será visto mais adiante.

A utilização do microscópio eletrônico para mensurar a largura, apesar de prática



Figura 4.7: Microscópio Eletrônico de Varredura JEOL6460.



Figura 4.8: Medição de Largura a partir do MEV JEOL6460.

é um pouco imprecisa. Em algumas ocasiões, quando ocorria desgaste das bordas do RTD durante a corrosão, era difícil discernir exatamente aonde se encontrava a interface entre metal e substrato. Também era difícil analisar a largura das lâminas cobertas de fotorresina (antes da corrosão), pois ocorria o carregamento da amostra. Em ambos os casos era necessário se estimar, com menor precisão, as larguras dos sensores. Na Figura 4.8 tem-se uma imagem mostrando a medição da largura realizada com o microscópio eletrônico de varredura.

Nas Figuras 4.9 e 4.10 seguem imagens do níquel sobre alumina, com ampliação de 10.000 vezes e níquel sobre vidro, com ampliação de 20.000 vezes, respectivamente, mostrando a diferença de rugosidade. Nas Figuras 4.11 e 4.12 são apresentadas imagens da alumina e do níquel sobre alumina, respectivamente, com a mesma ampliação,



Figura 4.9: Ni sobre alumina na 3^a fabricação com recozimento de 3h30 (ampliação 10.000 vezes).



Figura 4.11: Alumina com ampliação de 5.000 vezes.



Figura 4.10: Ni sobre vidro na 3^a fabricação com recozimento de 3h30 (ampliação 20.000 vezes).



Figura 4.12: Ni sobre alumina na 3^a fabricação com recozimento de 3h30 (ampliação 5.000 vezes).

5.000 vezes. Todas as imagens foram obtidas através do microscópio eletrônico de varredura. Mais uma vez, vale salientar que esta análise foi realizada para as lâminas após fabricação de RTDs.

A partir das imagens da figura 4.9, 4.10 4.11 e 4.12, já podemos perceber claramente que o problema da rugosidade encontrada é causado, sobretudo, pela lâmina de alumina. É importante frisar as conseqüências desta alta rugosidade. Quando a superfície rugosa do substrato de alumina compõe uma fração significativa da espessura do filme fino depositado, ela provoca uma redução efetiva na área da seção transversal e consequentemente aumenta a resistividade do mesmo. Como será visto adiante, esta influência se percebe claramente com a queda não linear da resistividade à medida que se aumenta a espessura do filme fino depositado.

Uma forma de minimizar o problema seria procurar lâminas de alumina com menor



Figura 4.13: Estrutura de testes com ampliação de 300 vezes.

rugosidade em outros fabricantes. Apesar da rugosidade ser um problema característico da alumina é possível minimizar seu efeito de acordo com o grau de polimento da lâmina.

Outras análises importantes a serem realizadas na caracterização física dizem respeito a verificar as estruturas de teste e observar as quinas e bordas dos RTDs. A partir das estruturas de teste, o projetista pode verificar a resolução do seu processo de fabricação, estimulando possíveis alterações nas dimensões utilizadas. Na Figura 4.13, por exemplo, é apresentada uma estrutura de teste fabricada, mostrando a possibilidade de se fabricar RTDs com dimensões ainda menores utilizando o processo desenvolvido.

Por sua vez, as quinas devem estar o menos arredondadas possível e as bordas sem ondulação, demonstrando que não houve desgaste das mesmas durante as etapas de revelação e corrosão. Exemplos de quinas e bordas dos RTDs fabricados podem ser vistos nas Figuras 4.14 e 4.15.

4.3 Características Elétricas

Basicamente, a caracterização elétrica de um RTD é baseada na coleta de dois parâmetros: a resistividade do filme fino depositado e a curva de calibração dos RTD, mostrando a dependência da resistência do mesmo com a variação da temperatura.

Existem vários métodos que podem ser utilizados para o cálculo e a determinação



Figura 4.14: Quina da estrutura do RTD com ampliação de 250 vezes.



Figura 4.15: Estrutura do RTD com ampliação de 30 vezes.

da resistividade elétrica. Dentre os mais usuais podem-se citar: método das duas pontas de prova (ou de dois terminais), método do eletrômetro e método da sonda das quatro pontas de prova (ou de quatro terminais).

O método utilizado nos experimentos de medição de resistividade do LDN foi o método de quatro terminais. Portanto, serão tratados aqui os procedimentos para se obter os valores de resistividade do filme metálico a partir deste método.

O método das quatro pontas é o mais amplamente utilizado para a determinação da resistividade elétrica de condutores metálicos e semicondutores, nas suas mais diversas formas (cilíndricas, circulares, quadradas, etc.) ou arranjos substrato/amostra (filmes finos depositados sobre substrato condutor ou sobre substrato isolante) [32].

Neste método, têm-se quatro sondas dispostas em linha igualmente espaçadas (existe também a disposição quadrada), colocadas no centro da amostra. As duas sondas mais externas (ou internas) servem para transportar corrente, as outras duas mais internas (ou externas) servem para monitorar a tensão. O arranjo experimental para este método é apresentado na Figura 4.16.

Esse método utiliza quatro pontas para eliminar a influência das resistências de contato mecânico das pontas com a amostra. Para tanto, utiliza-se um voltímetro de alta impedância de entrada.

No caso dos RTDs a resistividade a ser medida é de um metal sobre um substrato isolante quadrado, onde a espessura do metal considerado é muito menor que o espaçamento entre as sondas e o espaçamento entre as sondas é muito menor que as dimensões da lâmina. De acordo com esta situação (formato e arranjo das amostras


Figura 4.16: Diagrama para montagem da medição das 4 pontas de prova.

consideradas) a medição da resistência de folha é dada pela Equação 4.1.

$$Resistencia \ de \ folha = 4,53 \times \frac{V}{I} \tag{4.1}$$

A resistividade é então obtida pela equação 4.2.

$$\rho = Resistencia \ de \ folha \times w$$

$$\rho = 4,53 \times \frac{V}{I} \times w \tag{4.2}$$

onde:

V é a tensão medida;

I a corrente aplicada;

w a espessura do metal.

Para a utilização deste método, preparou-se o aparato experimental, onde a fonte de corrente e o medidor de tensão foram substituídos pelo impedancímetro SR720 da Stanford Research, que permite esse tipo de aplicação. O instrumento já fornece o quociente dos valores de tensão e corrente, ou seja, já entrega o valor de resistência medido. Portanto, o cálculo da resistência de folha é feito multiplicando-se o valor medido pelo impedancímetro por 4,53 (ver Equação 4.1).

Como o laboratório não dispõe de um cabeçote apropriado, o espaçamento entre as ponteiras foi determinado com um pequeno pedaço de papel contendo a marcação do espaçamento de 1*mm* entre quatro pontos. Esse pequeno molde era colocado em cima da lâmina para auxiliar no posicionamento das ponteiras do impedancímetro.



Figura 4.17: Aparato experimental utilizado para medição de 4 pontas.

Estas últimas, por sua vez, estavam sustentadas por quatro suportes que compõem o microscópio óptico, também utilizado. O microscópio facilitava a visualização das ponteiras, permitindo seu posicionamento correto sobre o molde desenhado. Posicionadas as ponteiras, retirava-se o papel e dava-se início às medidas. Na Figura 4.17 é apresentada a estação de testes utilizada para a medição da resistividade.

O método das quatro pontas e o aparato acima descrito foram, então, utilizados nas três fabricações realizadas, sendo que os principais resultados obtidos serão apresentados mais adiante, nas seções das fabricações correspondentes. É importante ressaltar que o aparato experimental utilizado para medição de resistividade não pode ser considerado muito confiável. Problemas na calibração, oxidação das ponteiras e erro de posicionamento dos mesmos sobre o metal, podem influenciar nas medições realizadas, fornecendo valores de resistividade alterados.

Como já foi mostrado nas Equações 1.6 e 1.7, a resistência do RTD é função da temperatura a que ele está submetido. Para estabelecer os valores dos parâmetros do polinômio que caracteriza o sensor, deve-se submeter o RTD fabricado a variações de temperatura, coletar os valores de resistência associados e levantar a curva característica correspondente. Através da curva traçada, faz-se uma regressão polinomial e obtém-se o polinômio que melhor se ajusta aos pontos coletados. Esse polinômio caracterizará o RTD fabricado.

O procedimento de caracterização dos RTDs foi desenvolvido paralelamente à fabricação dos mesmos e, para tanto, foram utilizados RTDs comerciais cujas curvas características já eram conhecidas. Desta forma, pôde-se testar o método de caracterização comparando os resultados obtidos com os valores fornecidos pelos fabricantes.



Figura 4.18: Plataforma de testes desenvolvida

Os primeiros experimentos realizados com os RTDs comerciais eram totalmente manuais. Tomava-se um tubo cheio de água fervente, imergia-se o RTD juntamente com um termopar calibrado e aguardava-se que a temperatura baixasse. O RTD estava conectado a um medidor de resistência e o termopar indicava a temperatura da água. À medida que a água resfriava, coletavam-se os valores de resistência e temperatura medidos. A partir dos pares de valores de temperatura e resistência, plotava-se a curva $R \times T$.

Esse processo de resfriamento da água levava em torno de 1 *hora* para ser concluído, demandando acompanhamento atento do operador para registrar manualmente os valores medidos pelos instrumentos. Além disso, os pontos coletados eram transferidos manualmente para o computador, com o intuito de plotar a curva obtida e viabilizar a regressão polinomial.

Dessa forma, o processo de caracterização era extremamente trabalhoso e sujeito a erros humanos. Baseado nestes problemas, resolveu-se automatizar o processo. Para tanto, foi construída uma estação de testes com temperatura variável, utilizando um sistema composto por chapa quente, plataforma de testes (desenvolvida), computador, impedancímetro e multímetro. Na Figura 4.18 é mostrada a montagem da estação de testes desenvolvida. Segue no Apêndice C o desenho elaborado para desenvolvimento da plataforma de testes.

A idéia do sistema seria utilizar um computador para coletar os dados de temperatura fornecidos pelo termopar de um multímetro, juntamente com a resistência do



Figura 4.19: Tela do programa desenvolvido.

RTD coletada por um impedancímetro. Ou seja, enquanto a chapa quente variava a temperatura sob o RTD, o multímetro media tal temperatura através do termopar e o impedancímetro media a resistência do RTD naquele instante. Desta forma, obtinha-se a relação de resistência x temperatura para o RTD analisado.

O multímetro utilizado foi um ET-2600 da Minipa. Este multímetro possui uma entrada para sensores termopar e uma porta de comunicação RS-232 para interface com o computador.

Já o impedancímetro utilizado foi o SR720 da Stanford Research. Este equipamento é capaz de medir resistência, capacitância e indutância, numa faixa com mais de 13 ordens de grandeza e com exatidão de 0,05%. Ele possui ainda interface RS-232que permite o controle remoto de todas as suas funcionalidades.

O computador utilizado, por sua vez, possuía duas portas seriais RS-232, possibilitando a comunicação simultânea com o multímetro e o impedancímetro.

Para desenvolver a automação do processo, estudaram-se os protocolos de comunicação dos dois equipamentos (multímetro e impedancímetro), analisando quais parâmetros seriam configurados e utilizados para capturar os dados medidos pelos mesmos. Entendida a comunicação, desenvolveu-se um programa na linguagem orientada-objeto Visual Basic (ver Figura 4.19), que além de gerenciar a comunicação entre os dispositivos, capturava e organizava as informações recebidas.

O programa desenvolvido também permitia a gravação dos dados colhidos em

Aquisiçã	io1 - Notepad	
File Edit	Format View Help	
0027,7	1.190E02	11:41:30
0027,7	1.190E02	11:41:31
0027,7	1.190E02	11:41:32
0027,7	1.190E02	11:41:32
0027,8	1.190E02	11:41:33
0028,1	1 100502	11.41.24
0028,3	1 189602	11.41.34
0028.2	1.189E02	11:41:36
0027.7	1.189E02	11:41:37
0027,8	1.189E02	11:41:37
0027,7	1.189E02	11:41:38
0027,7	1.189E02	11:41:39
0027,6	1.189E02	11:41:39
0027,7	1.189E02	11:41:40
0028,1	1.189E02	11:41:41
0028,2	1 180002	11.41.42
0028,1	1 189602	11.41.43
0027.9	1.189E02	11:41:44
0027.7	1.189E02	11:41:45
0028,1	1.189E02	11:41:45
0028,1	1.189E02	11:41:46
0028,3	1.189E02	11:41:47
0028,4	1.189E02	11:41:48
0028,1	1.189E02	11:41:48
•		

Figura 4.20: Arquivo com os dados coletados.

arquivos selecionados ou criados pelo usuário durante o período de execução. Desta forma, os dados captados eram salvos como colunas em arquivos tipo texto (.txt), facilitando a importação dos mesmos por planilhas de texto ou programas estatísticos (ver Figura 4.20).

Com isso, obteve-se um processo de caracterização semi-automático e bastante preciso. Maiores detalhes a respeito das configurações dos equipamentos utilizados e dos protocolos de comunicação utilizados podem ser vistos no Apêndice B deste trabalho.

Os primeiros testes do sistema foram realizados utilizando-se RTDs comerciais. Nestas medições preliminares, observou-se o aumento da disparidade entre a curva obtida e a teórica (fornecida pelo fabricante), à medida que a temperatura aumentava (ver Figura 4.21). Este resultado sugeria que o termopar localizado sobre a chapa, próximo ao RTD, não estava acompanhando bem a variação de temperatura da mesma. Esta hipótese era plausível devido ao formato esférico da extremidade de medição do termopar utilizado, diminuindo consideravelmente a superfície de contato do mesmo quando comparado com o RTD planar.

Para minimizar o problema, cobriu-se o RTD e o termopar utilizados com uma pasta térmica. A idéia seria utilizar a propriedade de condução de calor destas pastas para aumentar a superfície de contato dos sensores, deixando-os sob condições mais parecidas e, consequentemente, diminuindo consideravelmente a disparidade entre as curvas. De fato, a utilização da pasta térmica melhorou bastante os resultados obtidos como pode ser visto na Figura 4.22.



Figura 4.21: Comparação entre as curvas medida e fornecida do RTD Ni-1000 comercial. A temperatura da chapa aquecedora é medida com um termopar sem pasta térmica.



Figura 4.22: Comparação entre as curvas medida e fornecida do RTD Ni-1000 comercial, utilizando pasta térmica.

Terminada a automação do processo de caracterização, iniciaram-se as caracterizações dos RTDs fabricados. Para cada sensor escolhido, foram realizados três experimentos de resistência × temperatura, coletando os devidos pontos. A idéia de realizar três experimentos era analisar a repetibilidade do processo e traçar uma curva média.

Para cada valor de temperatura analisado (considerando passos de 0, 1 °C), faziase uma média entre as três resistências coletadas e analisava-se o desvio padrão. A partir destes pontos médios, plotava-se a curva média $R \times T$, através de uma regressão polinomial de terceira ordem, e as devidas barras de erro associadas. Com a curva encontrada, obtinham-se os parâmetros do polinômio, entre eles estava a resistência nominal do RTD.

O método de caracterização automatizado foi, então, utilizado nas três fabricações realizadas, sendo que os principais resultados obtidos serão apresentados nas seções das fabricações correspondentes. Vale salientar que, apesar de terem sido coletados experimentalmente mais de 600 pontos por RTD, é mostrado nos gráficos um grupo reduzido de pontos $(R \times T)$, em média 14 pontos, para melhor diferenciar as diversas curvas de RTDs em um mesmo gráfico.

4.4 Caracterização da Fabricação 1

Por se tratar da primeira fabricação, os testes aqui realizados foram despretensiosos, visando unicamente obter os primeiros resultados de resistividade e dependência com a temperatura, dos RTDs fabricados. A seguir, tem-se uma descrição mais detalhada dos procedimentos utilizados e os gráficos e tabelas obtidos.

Medição de Resistividade

Como já foi dito anteriormente, o método utilizado para medição de resistência de folha do metal depositado na fabricação de RTDs do LDN foi o método das quatro pontas.

Nesta primeira fabricação, após metalização do níquel sobre o substrato de vidro, tomou-se a lâmina para análise de resistividade. Todas as medições foram realizadas na parte central da lâmina. Fez-se a medição de resistência para o filme antes de ser submetido ao recozimento e para o filme após o recozimento. Vale relembrar que o recozimento desta lâmina (lâmina de vidro) foi de 200 °C durante 5 horas. Na Tabela 4.1 são mostrados os resultados de resistência de folha experimental e resistividade calculada a partir de valor da resistência de folha experimental. Para efeito comparativo, vale lembrar que o valor da resistividade do níquel maciço tabelado é $6,84 \times 10^{-8} \Omega m$ a 27 °C.

Tabela 4.1: Resultados obtidos para resistência de folha e resistividade do filme de níquel sobre vidro na fabricação 1.

	Sem recozimento	Com recozimeto
Resistência de folha experimental a 27 °C (Ω)	11,46	8,97
Resistividade do níquel calculada para 27 °C (Ωm)	$8,06 \times 10^{-7}$	$6,31 \times 10^{-7}$

Pela tabela, observamos que os valores de resistividade calculados foram muito superiores à resistividade do metal em sua forma maciça. Também observou-se que a resistência da folha decresceu consideravelmente com a realização do recozimento.

O valor da resistência do RTD de maior comprimento, para esse valor de resistência de folha, deveria ter sido em torno de 9000 Ω a uma temperatura de 27 °C. Para os RTDs fabricados sobre alumina, mediram-se as resistência para a temperatura 27 °C e obtiveram-se valores de resistência em torno de 16500 Ω .

Não se pode chegar a nenhuma conclusão quantitativa, uma vez que os substratos considerados nas duas medições (de resistividade e de resistência do sensor) são diferentes (vidro e alumina). Porém, pode-se concluir qualitativamente que, de acordo com o esperado, a resistividade do níquel deve ter sido um pouco maior no substrato de alumina, devido à alta rugosidade do mesmo. Além disso, como não se mediu a largura nem espessura dos RTDs, nesta fabricação, o alto valor de resistência obtido para os mesmos pode ser devido a alterações nas dimensões projetadas durante a corrosão.

Curva Característica

Somente uma lâmina de alumina concluiu o primeiro processo de fabricação. Nesta lâmina foram fabricados 14 RTDs dos quais 12 funcionaram, estando os demais sem continuidade. O recozimento realizado nesta lâmina (lâmina de alumina) foi de 200 °C



Figura 4.23: Curva $R \times T$ para RTDs da fabricação 1.

por 3h30min, após a fabricação concluída.

Na Figura 4.23 tem-se a curva característica de três dos RTDs fabricados. Pelo gráfico, percebe-se grande diferença entre as resistências nominais das curvas, sugerindo que provavelmente um deles sofreu um tempo de corrosão maior, diminuindo alguma de suas dimensões.

Na Figura 4.24, por sua vez, as curvas obtidas foram normalizadas (R/R_0) e comparadas com um RTD comercial (polinômio de sexta ordem fornecido pelo fabricante). A normalização realizada foi baseada na resistência nominal encontrada pela regressão polinomial das próprias curvas. Com a normalização, a curva do RTD deixa de depender de sua resistência nominal, que as desloca verticalmente no gráfico, facilitando a comparação entre a inclinação das mesmas. Pode-se verificar, desta forma, que dois dos RTDs fabricados apresentaram inclinações bastante próximas, apesar de resistências nominais diferentes. Por fim, observa-se a existência de grande disparidade entre as características dos RTDs fabricados e o comercial.



Figura 4.24: Curva $(R/R_0) \times T$ para RTDs da fabricação 1.

4.5 Caracterização da Fabricação 2

Nesta fabricação, as caracterizações físicas e elétricas já foram realizadas seguindo todos os procedimentos descritos nas seções 4.2 e 4.3. Isto possibilitou a obtenção de resultados importantes, que serviram de base para o projeto da próxima fabricação.

Medição da Largura

Antes de se iniciar as considerações a respeito das medições de largura obtidas nesta segunda fabricação, é importante relembrar o posicionamento das lâminas durante o processo de evaporação e a nomenclatura utilizada para identificação das mesmas. A localização das lâminas na evaporadora pode ser visto na Figura 4.25, onde X, Z são lâminas de vidro e Y,W são lâminas de alumina.

Também é importante lembrar que cada uma das lâminas de alumina foi subdividida em três fileiras (ver Figura 4.26) e que cada fileira estava serrilhada em cinco partes, como visto na Figura 4.27.

Desta forma, obtinham-se 15 RTDs por lâmina, cujas nomenclaturas correspon-



Figura 4.25: Localização das lâminas na metalizadora.





Figura 4.26: Subdivisão da lâmina em fileiras.

Figura 4.27: Fileiras com serrilhado.

diam a cada uma destas partes: A1, A2, A3, ..., C4 e C5. Essa nomenclatura é de grande importância, pois será utilizada nos gráficos mostrados mais adiante, quando se estiver levantado a curva de calibração de cada RTD da lâmina.

Como já foi mencionado anteriormente, as medições de largura (w) foram realizadas visualmente, através do microscópio eletrônico. Foram realizadas três medidas de largura para cada RTD, totalizando 15 medidas por fileira. Na Tabela 4.2 são mostradas as médias dos valores das larguras(w) obtidas nas medições e os desvios padrões associados (σ). Vale salientar que os comentários realizados nesta se referem apenas a cada uma das lâminas individualmente, comparando o resultado de suas fileiras (A,B e C) entre si. A coluna *Recoz* se refere ao recozimento da lâmina logo após a metalização.

Na parte da lâmina em que não houve corrosão, a largura medida se refere à fotorresina. Nesta situação, o único fator que poderia diminuir a largura resultante seria o tempo de revelação. A largura de 93,7 μ m encontrada na lâmina não corroída, ao invés dos 100 μ m esperados, mostrou que o tempo de revelação estava superestimado. Além disso, como a espessura resultante de todas as lâminas corroídas foram

Lân	nina	t(nm)	Recoz	$\operatorname{Rev}(s)$	Cor(s)	$w(\mu m)$	$\sigma(\mu m)$	Comentários
Υ	Α	140, 4	Sim	60	127	84,8	2,0	Devido aos tempos intermediários de reve-
								lação e corrosão, apresentou largura inter-
	В	140, 4	Sim	70	170	75,9	2,9	Devido aos maiores tempos de revelação e
								corrosão, apresentou menor largura.
	C	140, 4	Sim	60	120	90,9	2,3	Devido ao menor tempo de revelação
								e menor tempo de corrosão, apresentou
								maior largura.
W	A	140, 4	Sim	60	360	86,3	1,8	Devido ao tempo de corrosão excessivo,
								provocado pelo recozimento, apresentou
								largura estreita.
	В	140, 4	Sim	70	360	86,3	2,0	Devido ao tempo de corrosão excessivo,
								provocado pelo recozimento, apresentou
								largura estreita.
	C	140, 4	Sim	60	-	93,7	0,6	Como não houve a etapa de corrosão, a-
								presentou largura maior que as anteriores.

Tabela 4.2: Resultado da medição de largura dos RTDs da fabricação 2.

ainda menores, percebeu-se que os tempos de corrosão para a espessura depositada também estavam exagerados. Seria então importante redimensionar os tempos para a fotolitografia e a corrosão na próxima fabricação.

Vale salientar que o tempo de corrosão bem superior encontrado na alumina W, pode ser explicado por uma possível saturação do ácido utilizado, como comentado no Capítulo 2.

Medição de Resistividade

Nesta fabricação, realizaram-se as medições de resistividade para as duas lâminas de níquel sobre o substrato de alumina. As medições foram realizadas em diferentes regiões da lâmina, porém afastadas das bordas, e tomou-se uma média dos valores encontrados.

Da mesma forma como foi realizado na fabricação 1, fez-se a medição de resistência para o filme antes de submetê-lo ao recozimento e para o filme após o recozimento. Vale lembrar que o recozimento desta lâmina foi a uma temperatura de 200 °C durante 5 horas. Os resultados obtidos são mostrados nas Tabelas 4.3 e 4.4.

Percebeu-se que, novamente, a resistividade do níquel diminuiu após o recozi-

	Sem recozimento	Com recozimeto
Resistência de folha experimental a 27 °C (Ω)	8,61	4,3
Resistividade do níquel calculada para 27 °C (Ωm)	$1,21 \times 10^{-6}$	$6,04 \times 10^{-7}$

Tabela 4.3: Resistência de folha e resistividade do filme de níquel da lâmina Y (alumina) na fabricação 2.

Tabela 4.4: Resistência de folha e resistividade do filme de níquel da lâmina W (alumina) na fabricação 2.

	Sem recozimento	Com recozimeto
Resistência de folha experimental a 27 °C (Ω)	8,83	5,21
Resistividade do níquel calculada para 27 °C (Ωm)	$1,24 \times 10^{-6}$	$7,31 \times 10^{-7}$

mento. Como será visto na próxima seção, estes resultados obtidos serão extremamente importantes para o projeto da terceira fabricação.

Curva Característica

Após cada fabricação, antes de realizar a caracterização do RTD, realiza-se uma medição preliminar de resistência de cada RTD à temperatura ambiente (25 °C). Essa medição serve para identificar quais dos RTDs fabricados estão funcionando.

Nesta fabricação, a lâmina de vidro X quebrou durante o processo de fabricação. Por outro lado, na a lâmina de vidro Z, dos 6 RTDs fabricados, 5 funcionaram. Para a lâmina de alumina Y, dos 15 RTDs fabricados, 5 funcionaram, enquanto na lâmina de alumina W apenas 2 funcionaram. Vale lembrar que as duas lâminas de alumina foram recozidas por 5 horas após a etapa de metalização.

Nas Figuras 4.28 e 4.29 são mostradas as curvas características (Resistência × Temperatura) dos RTDs fabricados com sucesso na lâmina de alumina Y. Vale salientar que os RTDs B5 e C1 são RTDs maiores, com dobro do comprimento dos demais, daí a resistência nominal obtida com o dobro do valor.

A comparação normalizada entre os RTDs fabricados e o RTD comercial pode ser visto na Figura 4.30. Nesta figura, observa-se que as curvas dos RTDs produzidos nesta segunda fabricação já se encontram mais próximas (entre si), principalmente quando se analisa o gráfico a baixas temperaturas.



Figura 4.28: Curva R \times T para RTDs de menor comprimento da fabricação 2.



Figura 4.29: Curva R \times T para RTDs de maior comprimento da fabricação 2.



Figura 4.30: Curva $(R/R_0) \times T$ para RTDs da fabricação 2.

4.6 Caracterização da Fabricação 3

Projeto dos RTDs

O projeto dos RTDs desta fabricação foi totalmente baseado nos resultados obtidos na segunda fabricação. A idéia era estimar a espessura a ser utilizada nesta terceira fabricação, lembrando que se desejava obter um RTD de níquel com resistência nominal de 1000Ω .

A primeira idéia que surgiu foi estimar a espessura a ser depositada baseandose no valor de resistência dos RTDs obtidos na segunda fabricação. Desta forma, considerando um valor médio estimado de 5000 Ω , para se chegar aos 1000 Ω desejados, seria necessário multiplicar a espessura depositada por 5, obtendo uma espessura de 702 nm. Sabia-se, entretanto que o valor estimado não seria uma boa tentativa, pois, como vimos anteriormente, os RTDs desta segunda fabricação não estavam com a largura desejada. Desta forma, a estimativa realizada seria bastante imprecisa para se obter um RTD com resistência nominal de 1000 Ω e largura de 100 μ m.

Outra possibilidade seria estimar a deposição necessária a partir de um parâmetro obtido na segunda fabricação e que não dependesse da largura dos RTDs: a resistência de folha. Neste caso, a partir de uma média aritmética simples das resistências de folha da segunda fabricação, se calcularia uma resistência de folha de 4,76 Ω . Seria então necessário depositar 4,76 vezes mais níquel, totalizando uma espessura de 668,3 nm.

É importante frisar que, como foi visto anteriormente, a resistividade do metal depositado depende da própria espessura depositada, da temperatura do substrato na fabricação e da taxa de deposição utilizada na fabricação. Como a segunda fabricação foi realizada em várias etapas de metalização, sob condições diferentes, seria extremamente complicado analisar a dependência com a taxa de evaporação e a temperatura do substrato durante a fabricação. Optou-se então por se considerar apenas a relação da resistividade com a espessura.

Desta forma, o cálculo a partir da resistência de folha também não seria preciso, pois era esperado uma queda da resistividade do níquel na nova espessura proposta, que não foi considerada. O mesmo acontecia com o cálculo proposto a partir da resistência, quando aumenta a espessura, a resistividade diminui, então, a resistência medida na terceira fabricação será ainda menor.

Optou-se então, por se depositar uma espessura 4 vezes maior do que na fabricação anterior, ou seja 561,6 nm. Este valor consideraria a dependência da resistividade com a espessura e estaria razoavelmente próximo dos valores dimensionados nos dois métodos anteriormente citados. Além disso, segundo o gráfico prático mostrado na figura do apêndice A, a espessura escolhida deixaria a nova fabricação em uma região onde a dependência da resistividade com a espessura seria menos crítica, facilitando ajustes futuros.

Medição da Largura

Da mesma forma que na fabricação 2, mediram-se os valores de largura do RTD, como visto na Tabela 4.5. Novamente, nas lâminas que não foram submetidas à corrosão, as larguras medidas referem-se às larguras da fotorresina.

Pela tabela, observa-se que os RTDs desta fabricação, mesmo após a corrosão, tiveram larguras bem mais próximas do desejado $(100 \,\mu\text{m})$ do que nas fabricações anteriores. Observa-se também que, com exceção da lâmina Y_A , os resultados obtidos foram todos pertinentes, quando se considerou os tempos de revelação e corrosão (ver comentários nas tabelas).

Um ponto extremamente importante a ser mencionado é que para a lâmina W, o recozimento não foi realizado após a deposição, mas somente depois da corrosão. Provavelmente, este foi um fator que contribuiu consideravelmente para o resultado

Lân	nina	t(nm)	Recoz	$\operatorname{Rev}(s)$	Cor(s)	$w(\mu m)$	$\sigma(\mu m)$	Comentários
Υ	Α	561,3	Sim	60	-	94,3	0,2	Como não houve a etapa de corrosão e o
								tempo de revelação foi menor, deveria ter
								apresentado maior largura
	В	561, 3	Sim	60	2100	-	-	Como nenhum RTD fabricado nesta parte
								da lâmina funcionou, não se mediram as
								larguras.
	C	561, 3	Sim	70	-	95,1	0,7	Como não houve a etapa de corrosão e o
								tempo de revelação foi maior, deveria ter
								apresentado menor largura.
W	Α	561, 3	Não	70	170	94,0	0, 8	Devido aos maiores tempos de revelação e
								corrosão, apresentou menor largura.
	В	561, 3	Não	70	150	97,4	1,1	Devido ao maior tempo de revelação e
								menor tempo de corrosão, apresentou
								largura intermediária.
	C	561,3	Não	60	150	103	$0,\!5$	Devido aos menores tempo de revelação e
								corrosão, apresentou maior largura.

Tabela 4.5: Resultado da medição de largura dos RTDs da fabricação 3.

obtido.

Por fim, observou-se ainda uma diminuição significativa dos desvios padrões, sugerindo que os RTDs apresentavam contornos mais bem definidos (facilitando a medição visual) ou larguras com menor discrepância em relação à fabricação anterior.

Medição de Resistividade

Nesta fabricação, realizaram-se as medições de resistividade para uma lâmina de vidro (Z) e uma de alumina(Y). As medições foram realizadas em diferentes regiões da lâmina, porém afastadas das bordas, e tomou-se uma média dos valores encontrados.

Da mesma forma como foi realizado nas fabricações 1 e 2, fez-se a medição de resistência para o filme antes de ser submetido ao recozimento e para o filme após o recozimento. Vale lembrar que o recozimento desta lâmina foi a uma temperatura de $200 \,^{\circ}$ C durante 3h30min. Os resultados obtidos estão compilados nas Tabelas 4.6 e 4.7.

Não se observaram alterações nos valores de resistividade antes e depois do recozimento. Isto pode ter ocorrido como conseqüência da diminuição do tempo de recozimento a que a lâmina foi submetida. Esta diminuição foi necessária para evitar

Tabela 4.6: Resistência de	e folha e resistividade	do filme de	níquel da	a lâmina Y	(alu-
mina) na fabricação 3.					
	Г	Sem recozin	nento I C	om recozir	neto

	Sem recozimento	Com recozimeto
Resistência de folha experimental a 27 °C (Ω)	$0,\!68$	$0,\!68$
Resistividade do níquel calculada para 27 °C (Ωm)	$3,81 \times 10^{-7}$	$3,81 \times 10^{-7}$

Tabela 4.7: Resistência de folha e resistividade do filme de níquel da lâmina Z (vidro) na fabricação 3.

	Sem recozimento	Com recozimeto
Resistência de folha experimental a 27 °C (Ω)	$0,\!41$	$0,\!41$
Resistividade do níquel calculada para 27 °C (Ωm)	$2,29 \times 10^{-7}$	$2,29 \times 10^{-7}$

danos à lâmina quando se observou que estavam ocorrendo alterações na coloração do metal depositado.

O fato de a resistividade ter diminuído com relação à fabricação anterior pode ser explicado pelo aumento da espessura depositada. Vale, entretanto, lembrar que o valor de resistividade medido não é plenamente confiável, uma vez que o aparato experimental utilizado é rudimentar.

Curva Característica

A lâmina de vidro X não apresentou nenhum RTD bem formado, devido à falta de aderência do metal ao vidro não recozido (ver Figura 4.31). Dos 6 RTDs fabricados na lâmina de vidro Z, apenas 2 funcionaram. Esta última foi submetida a recozimento de 200 °C durante 5 *horas*, logo após a metalização.



Figura 4.31: Falta de aderência do Ni sobre vidro.



Figura 4.32: Curva R × T para RTDs de maior comprimento da fabricação 3.

Nenhum dos 5 RTDs fabricados na parte B da lâmina de alumina Y funcionaram. As partes A e C não concluíram a fabricação pois houve dificuldade de corrosão. Em contrapartida, todos os 15 RTDs fabricados na lâmina de alumina W funcionaram. Vale lembrar que o recozimento da primeira lâmina foi de 3*h*30*min* a 200 °C, realizado logo após a metalização. Já o recozimento da última lâmina (W) foi de 8*horas* a 200 °C, realizado após conclusão do processo de fabricação.

Na Figura 4.32 são mostradas as curvas características (Resistência × Temperatura) de alguns RTDs fabricados na lâmina de alumina W.

Pelo gráfico obtido, verificamos que alguns dos RTDs fabricados possuem resistências nominais bem próximas do desejado. O mais interessante é perceber que os valores mais próximos do desejado foram obtidos, em ordem, pelas porções C, B e A da lâmina, onde as larguras medidas foram respectivamente 103 nm; 97, 4 nm e 94 nm. Ou seja, o erro observado se deve, sobretudo, à largura do RTD fabricado.

Na Figura 4.33, temos a comparação normalizada entre os RTDs fabricados e o RTD comercial. Nesta figura, observa-se claramente que os RTDs com inclinação similares estão organizados em dois grupos. A existência de várias curvas com inclinações similares é um excelente resultado, pois indica que, calibrado o valor da resistência nominal, seriam sensores com mesma dependência entre resistência e temperatura, ou seja, mesmos coeficientes de temperatura.



Figura 4.33: Curva $(R/R_0) \times T$ para RTDs da fabricação 3.

Nota-se a existência de dois grupos de curvas no gráfico da Figura 4.33. Vários motivos podem ter causado este afastamento entre os dois grupos, inclusive defeitos na própria fabricação. Novas fabricações terão que ser realizadas para se verificar a continuidade do problema, obtendo-se dados suficientes para uma análise mais detalhada.

Neste gráfico, também se observa maior proximidade entre os RTDs fabricados e o RTD comercial. Portanto, algum dos parâmetros de metalização (aumento da espessura, taxa de deposição, temperatura do substrato ou recozimento) deve ter contribuído para a alteração da resistividade do metal e, consequentemente, estimulou a aproximação das curvas. Vale salientar que o principal fator modificado foi a espessura, de forma que este parâmetro deve ter sido o principal responsável pela aproximação.

4.7 Conclusão

As resistividades dos metais em filmes finos são altamente dependentes da espessura do filme depositado, temperatura do substrato durante a evaporação, taxa de deposição e tempo de recozimento após deposição.

De acordo com as literaturas consultadas (ver Apêndice A), a resistividade do

níquel, em especial, apresenta características bastante distintas quando se compara seu valor para o metal em forma maciça e para o metal em forma de filme fino. No entanto, a dependência da resistividade com a espessura diminui consideravelmente quando estas superam 500 nm. Assim, para as próximas fabricações realizadas, com espessuras na faixa dos 560 nm, a resistividade praticamente não deve alterar com a espessura.

Os resultados aqui obtidos, portanto, são bastante razoáveis. Conseguiu-se projetar RTDs sob condições bem controladas e facilmente reproduzíveis, o que facilitará consideravelmente um ajuste fino dos resultados obtidos.

Desta forma, em uma quarta fabricação, além de se continuar o planejamento experimental proposto no Capítulo 3, será analisada a repetibilidade do processo. Os resultados esperados na quarta fabricação devem ter resistência nominal ainda mais próximas de 1000Ω e mesma inclinação das curvas características encontrada na fabricação três. Isto deverá ocorrer pois os únicos fatores a serem corrigidos são o tempo de revelação e corrosão, afetando apenas na largura dos RTDs, não alterando a resistividade dos mesmos.

Além disso, a realização de uma nova fabricação, com parâmetros bem próximos aos utilizados na terceira, também seria importante para se verificar o motivo da separação das inclinações das curvas características em dois grupos. Caso esta separação se repita, seria interessante verificar quais lâminas estão em cada grupo e qual etapa da fabricação pode estar influenciando nesta alteração das suas características. Esta tarefa de relacionar a lâmina a sua situação no processo será facilitada graças à organização deste trabalho, onde todos os parâmetros das fabricações são detalhadamente registrados.

Por fim, caso sejam obtidos, na quarta fabricação, RTDs totalmente dentro do desejado e esperado pelo planejamento experimental, deverá ser realizada nova fabricação, com o intuito de confirmar a repetibilidade do processo e se calcular os erros relacionados ao mesmo.

Capítulo 5

Implementação de Protótipos de Sensores Inteligentes

5.1 Introdução

Neste capítulo são apresentadas duas configurações para conversão, condicionamento e comunicação de sensores de temperatura do tipo resistivos (RTD). O objetivo é utilizar os protótipos para construir uma especificação para o sensor inteligente. Os protótipos são baseados em dispositivos discretos, para facilitar o entendimento e a integração com o transdutor fabricado.

Inicialmente será vista uma abordagem baseada na conversão das informações de temperatura para um sinal em freqüência, utilizando circuitos osciladores. Será considerado também um circuito integrado bastante recente o *UFDC-1* que realiza a conversão de sinais de temperatura sob a forma de freqüência ou período em sinais digitais facilitando sua conexão em rede. Em seguida, serão analisadas técnicas de conversão de temperatura em sinais digitais utilizando conversores A/D clássicos. Finalmente, será apresentado um circuito proposto para testar o funcionamento dos RTDs fabricados e motivar trabalhos futuros com sensores inteligentes.



Figura 5.1: Exemplo de oscilador de relaxação que pode ser utilizado para transformar a variação da resistência do transdutor em variação de freqüência.

5.2 Conversão de Temperatura

5.2.1 Configuração Utilizando Circuito Oscilador

A configuração utilizando circuito oscilador tem por finalidade gerar uma saída sob a forma de uma onda quadrada cuja freqüência ou período seja proporcional à temperatura medida pelo RTD, facilitando a integração a um sistema microcontrolado [33].

A oscilação do sinal de saída de um circuito oscilador está relacionada aos valores dos componentes do circuito. Desta forma, acoplando-se o RTD ao circuito, e baseando-se no fato dele ter sua resistência alterada de acordo com as mudanças de temperatura do ambiente, será obtido um oscilador cujo comportamento depende da temperatura. Ou seja, a freqüência de saída do circuito oscilador será dependente do valor de temperatura medido pelo RTD.

Para tanto, deve-se utilizar um circuito oscilador baseado em componentes cuidadosamente escolhidos para que as variações na oscilação sejam praticamente devidas a variações da resistência do RTD. Isto implica no uso de componentes com baixos valores de tolerância e coeficiente de temperatura.

São muitas as configurações de circuitos possíveis para converter variações de resistência em um sinal de freqüência, cada uma delas apresentando características particulares com relação ao custo, precisão operacional, facilidade de implementação e área de utilização. Com intuito meramente ilustrativo, segue na Figura 5.1 uma configuração utilizando um oscilador de relaxação para converter a variação da resistência do RTD em variação de freqüência.



Figura 5.2: Diagrama de blocos da configuração utilizando circuito oscilador.

Interface com Sistema Digital

A partir do momento que a informação de temperatura vem em forma de sinais digitais modulados em freqüência, ela pode ser facilmente interpretada por um sistema microcontrolado, como ilustrado na Figura 5.2.

A vantagem desse método é que a precisão na medição de freqüência está diretamente ligada à precisão do sinal de *clock* do microcontrolador.

Fontes de relógio (*clock*) típicas para microcontroladores são: osciladores a cristal, cristais, ressonadores a cristal ou cerâmica, osciladores RC e osciladores RC internos ao microcontrolador.

Os osciladores a cristal são disponíveis com compensação de temperatura e possuem uma precisão melhor que 0,02%, porém possuem alto custo, enquanto os cristais possuem características em torno de 0,1% e custo moderado. Já os ressonadores, tipicamente, apresentam precisão de 0,5% e custo ainda mais baixo. Por fim, os osciladores RC internos dos microcontroladores convencionais podem apresentar variação significativa de 1% a 50%, não sendo portanto recomendados para medições de freqüência de precisão. Desta forma, é possível se desenvolver circuitos osciladores com boa precisão, a custos moderados [33].

A análise do sinal de freqüência, recebido em uma entrada digital do microcontrolador, pode ser realizada por dois métodos: por tempo fixo e por ciclo fixo.

No método por tempo fixo, conta-se o número de pulsos recebidos num intervalo de tempo de medida determinado. O tempo de medida deverá ser estipulado pelo projetista, baseando-se na faixa de freqüência do sinal de entrada, na taxa de medição necessária e na precisão desejada. A resolução da medição será tão maior quanto maior for a janela de tempo escolhida. Por outro lado, maiores resoluções implicam em baixas taxas de medição. Esse compromisso entre resolução e taxa de medição também deve ser considerado no projeto.

No método por ciclo fixo, o microcontrolador mede o tempo decorrido para um número determinado de ciclos. Esse número de ciclos é estabelecido no projeto, dependendo da freqüência de entrada, da taxa de medição necessária, da precisão desejada e da freqüência de *clock* do microcontrolador. Aumentando-se o número de ciclos medidos, aumenta-se o tempo de medição, implicando na diminuição da taxa de medição. Por outro lado, ocorre a diminuição do erro de medição, uma vez que o número de ciclos amostrados é maior. Por sua vez, a freqüência do oscilador do microcontrolador define a velocidade máxima de monitoração de sua entrada digital. Caso esta velocidade seja baixa, podem ocorrer perdas de informação, uma vez que vários ciclos podem ocorrer entre as aquisições do microcontrolador.

Vale salientar, que para aplicações utilizando microcontroladores comuns, é necessário o uso de programação orientada para métodos de conversão, introduzindo erros adicionais ao sistema de medição. Como exemplo, têm-se erros devidos ao tempo de reação à interrupção e erro de deslocamento no tempo da resposta à interrupção. Ambos os erros acontecem em qualquer tipo de forma de onda, inclusive a quadrada. Muitas vezes, esses erros ultrapassam o erro de quantização e se faz necessário o uso de métodos mais sofisticados e técnicas de contagem otimizadas para minimizá-los.

O método de medição de temperatura utilizando sensores em circuitos osciladores, pode ainda ser implementado a partir de chips dedicados na conversão de freqüência para sinais digitais. Um exemplo de chip dedicado para esse tipo de aplicação que trabalha com sensores com saída em freqüência é o UFDC - 1 (*Universal Frequency* to Digital Converter) que será visto em maiores detalhes na próxima seção.

5.2.2 UFDC - 1 (Universal Frequency to Digital Converter)

O UFCD-1 é um conversor multifuncional universal de dois canais, com alta precisão e baseado em novos métodos patenteados de conversão de freqüência. Ele permite a medição de parâmetros freqüência-tempo de sinais sob forma de onda quadrada, convertendo-os em um formato digital [34, 35, 36].

Desenvolvido pela IFSA (International Frequency Sensor Association) e introduzido no mercado por Sersors Web Portal, Inc.(Toronto, Canadá), esse dispositivo cionada anteriormente.

Características Básicas:

- 16 modos de Medição;
- Prover interface para muitos tipos de sensores-transdutores no domínio freqüênciatempo;
- Faixa de freqüência de 0,05 Hz a 7,5 MHz;
- Precisão programável para conversão de freqüência-periodo de 1% a 0,001%;
- Erro relativo de quantização constante em toda faixa de freqüência;
- Permite o uso de osciladores de quartzo de 16 MHz;
- Calibração automática da precisão do cristal de quartzo;
- Possui interface serial a dois fios compatível SPI;
- Possui interface serial a dois fios compatível I2C;
- Possui interface serial bidirecional RS232/RS485;
- Modo de comunicação mestre/escravo para RS232/RS485;
- Alimentação simples 4, 5 5, 5V;
- Consumo inferior a $20 \, mA$ para $5V/16 \, MHz$;
- Faixa de temperatura de operação -40 °C a +85 °C;
- Empacotamento 28 pinos plastic DIP ou 32 pinos TQFP.

Descrição Geral

Na Figura 5.3 pode-se ver o bloco básico do *UFDC-1* onde se distinguem: F1 e F2 que são as entradas para dois sinais distintos de onda quadrada, M0 a M3 utilizados para programar o modo operacional, N0 a N3 que permitem a programação da precisão



Figura 5.3: Bloco básico do UFDC.

e *I2C*, *SPI* e *RS232* que são os terminais de comunicação serial. Quando operando no modo escravo conectado a um microcontrolador ou microcomputador os terminais N0-N3 e M0-M3 não são usados e a programação pode ser feita pelos terminais de comunicação *RS232*.

Por padrão, a velocidade de comunicação inicial entre o *UFDC-1* e um computador é de 2400 *bps* com 8 *bits* de dados, sem bit de paridade e um stop bit.

Um software de terminal no Windows pode ser usado para transmitir e receber dados do *UFDC-1*, onde o comando é digitado na janela de transmissão e o retorno da informação solicitada é apresentado na janela de recepção.

De um modo geral interagindo diretamente com o circuito oscilador, o UFDC-1 converte o sinal sob a forma de onda quadrada (freqüência/período/largura de pulso alto/largura de pulso baixo/relação entre tempos entre outros parâmetros) para sinais digitais. Esta informação digital, por sua vez, pode ser repassada para um microcontrolador através de um dos protocolos já embarcados no chip (SPI, RS-232 e I2C) ou integrada à rede de sensores através de conversores de mídia para redes multiponto de maior alcance (RS-485, CAN, Ethernet, etc.). Em ambos os casos, ficará a cargo do sistema de controle converter o valor digital recebido na grandeza física equivalente.

A precisão de conversão do UFDC-1 é programável por software (modo slave) ou hardware (modo mestre) e deve ser escolhida $10 \times$ ou $5 \times$ melhor que a precisão do transdutor utilizado (sensor + circuito oscilador) a fim de não interferir no resultado da medição.



Figura 5.4: Diagrama de blocos da configuração utilizando conversor A/D.

5.2.3 Configuração Utilizando Conversor A/D

Nesta configuração, o sinal analógico repassado pelo sensor de temperatura sob a forma de tensão analógica é filtrado e amplificado pela eletrônica de condicionamento e, posteriormente, é amostrado e digitalizado por um conversor analógico-digital. Esta informação digital é então repassada para um microcontrolador que será responsável pela conversão do sinal digital na grandeza física equivalente, e pela interface de comunicação do sensor. Um desenho esquemático da configuração utilizando conversor analógico-digital pode ser visto na Figura 5.4. A seguir, para facilitar o maior entendimento do sistema como um todo, será realizado o detalhamento de cada uma das partes destacadas na figura.

5.2.4 Conexões do RTD

Como já foi mencionado, um sensor inteligente integrado é aquele que contém a eletrônica de condicionamento, processamento e comunicação em um mesmo chip e característica inteligente. No entanto, nem sempre é possível manter toda essa eletrônica sob as condições do ambiente de medição.

Dessa forma, muitas vezes, a aquisição do sinal, o processamento e a transmissão do dado são realizados por um microcontrolador que não se encontra no mesmo ambiente de medição do sensor. Para tanto, no caso de RTDs, foram desenvolvidas algumas técnicas de medição que visam diminuir a influência da resistência dos fios utilizados na conexão entre o sensor e o sistema de aquisição. Dentre as principais técnicas, destacam-se: conexão a dois fios, a três fios e a quatro fios, que serão detalhadas a seguir.

A conexão a dois fios é, sem dúvida, a configuração mais simples e barata. Nesse tipo de conexão, a resistência dos fios que ligam o RTD ao conversor influencia nas medidas. Um esquema deste tipo de conexão pode ser visto na Figura 5.5, onde V_{out}



Figura 5.5: Conexão a dois fios.

é a tensão de entrada do circuito de condicionamento.

Esta configuração é regida pelas Equações 5.1 e 5.2. A Equação 5.1 representa o valor real de tensão a ser medido no RTD caso fossem desprezíveis as resistências dos fios de conexão. Já a Equação 5.2, mostra a tensão medida na prática quando a configuração a dois fios é utilizada.

$$V_{RTD} = R_{RTD} \times I_P \tag{5.1}$$

$$V_{OUT} = R_{RTD} \times I_P + R_{FIO1} \times I_P + R_{FIO2} \times I_P \tag{5.2}$$

Nota-se, então, que o valor da tensão recebida é influenciado pelas quedas de tensão nos fios de conexão (1 e 2). Para contornar este problema, seria necessário realizar uma calibração prévia do sistema, com o intuito de compensar essas resistências de fio. Esta calibração teria que ser realizada sempre que os fios de conexão precisassem ser substituídos. Mesmo assim, esses valores de resistência de fio podem ainda sofrer alterações de acordo com a temperatura ambiente, o que dificulta ainda mais a compensação de seus valores.

A conexão a três fios é o tipo de configuração mais utilizado em ambiente industrial, pois apresenta melhor relação custo-benefício. Um esquema desta configuração pode ser visto na Figura 5.6.

Como pode ser observado, para chegar nas equações que regem a configuração (Equações 5.3 e 5.4), é necessário que dois de seus cabos de conexão (1 e 3) sejam de mesmo tamanho. Como normalmente existem pequenas diferenças de comprimento entre estes cabos, pequenos erros de medição podem ocorrer.



Figura 5.6: Conexão a três fios.



Figura 5.7: Conexão a quatro fios.

$$V_{OUT} = 2 \times V_2 - V_1$$

$$V_1 = R_{RTD} \times I_P + R_{FIO1} \times I_P + R_{FIO3} \times I_P$$

$$V_2 = R_{RTD} \times I_P + R_{FIO3} \times I_P$$

$$V_{RTD} = R_{RTD} \times I_P$$

$$V_{OUT} = R_{RTD} \times I_P$$
(5.3)

Pelas equações, observa-se que a tensão de saída para a eletrônica de condicionamento, Vout, é proporcional à resistência do RTD, não dependendo de termos extras. Vale ainda salientar que as Equações 5.3 e 5.4 foram obtidas considerando que a corrente no fio de conexão 2 é nula. Esta consideração é válida, uma vez que tal fio está conectado à entrada não inversora de um amplificador operacional.

A configuração a quatro fios, por sua vez, permite uma medição independente dos tipos e tamanhos dos fios de conexão. A Figura 5.7 é uma ilustração dessa configuração.

Pelos terminais C e D, mede-se a tensão através de um circuito de alta impedância, amplificador de instrumentação, tornando a queda ôhmica dos fios de conexão totalmente desprezível. Desta forma, obtém-se exatamente o valor de tensão à qual o RTD está submetido, como pode ser visto nas Equações 5.5 e 5.6. G é o ganho do amplificador de instrumentação.

$$V_{RTD} = R_{RTD} \times I_P \tag{5.5}$$

$$V_{OUT} = G \times R_{RTD} \times I_P \tag{5.6}$$

Apesar de ser a mais precisa das configurações utilizadas, a configuração a quatro fios é menos difundida do que a configuração a três fios, cuja precisão já satisfaz a maioria das aplicações industriais. Isto ocorre devido ao aumento considerável do custo de instalação e manutenção de um fio extra por sensor utilizado.

Vale ainda salientar que a fonte de corrente utilizada nas três configurações acima deve ser projetada com componentes de alta precisão. Isso evita a influência da mesma nas medições, ou seja, as variações de tensão detectadas no RTD seriam devidas apenas às variações de temperatura.

5.2.5 Circuito de Condicionamento

O circuito de condicionamento é responsável pela filtragem e amplificação do sinal a ser convertido.

A utilização de longos cabos para a interconexão entre os sensor e o sistema de aquisição pode resultar na captação de sinais parasitas em 60 Hz e outras freqüências. Estes sinais são originários da tensão de alimentação da rede elétrica e de outros sistemas elétricos existentes no ambiente e muitas vezes podem ter amplitude da ordem de grandeza ou maior do que sinal medido.

No caso específico de sensores de temperatura, a variação do sinal enviado pelo sensor é muito lenta, uma vez que temperatura é uma grandeza física de variações lentas, assim, o espectro deste sinal encontra-se próximo à origem quando comparado com os sinais parasitas, incluindo os sinais em 60 Hz. Desta forma, para evitar o erro de medição causado pela incorporação destes sinais, utiliza-se um filtro passa-baixa na entrada do circuito de condicionamento. A amplitude do sinal proveniente do RTD, por sua vez, deve ser amplificada para se adequar a faixa de tensão máxima tratada pelo conversor analógico-digital. Desta forma, o conversor estará apto a trabalhar na sua melhor resolução, como será visto mais adiante.

5.2.6 O Conversor Analógico-Digital

O sinal analógico a ser medido de um RTD é a diferença de potencial entre seus terminais. Esse sinal é proporcional às variações de temperatura do ambiente. Para que esse sinal captado seja transmitido para um microcontrolador, que irá se encarregar em transformar o valor de tensão medido em um valor correspondente de temperatura, ele deve ser convertido para o formato digital. Para tanto, neste caso, se utiliza um conversor analógico-digital (A/D) dedicado.

Entre as características básicas de um conversor A/D podemos citar:

Resolução: especifica o numero de níveis de quantização, é determinada pelo numero (n) de bits empregados na conversão e pode ser expressa também da seguinte forma:

- $R = 1/2^n$
- $R = (1/2^n) \times 100\%$

Maior precisão de conversão requer maior numero de bits.

Tensão de Referencia: normalmente entre 0-5V ou 0-10V, deve ser de precisão e especifica a faixa de valores do sinal analógico de entrada a ser convertido, assim como define o nível de quantização em volts ($Q = V_{ref}/2^n$) que corresponde ao valor de 1 LSB(bit menos significativo).

Erro de Linearidade: normalmente inferior a $\pm 1/2 LSB$ ou $\pm 1/4 LSB$ para conversores de boa qualidade.

Velocidade de conversão: que depende do método de conversão utilizado. Sua

escolha é função da velocidade de variação do sinal a ser convertido. Por exemplo um sinal de áudio cuja freqüência máxima de interesse chagasse aos 4kHz necessitaria de um conversor com velocidade de conversão de pelo menos 8000 amostras por segundo para satisfazer ao teorema de *Nyquist*. No caso de sensores de temperatura praticamente qualquer método de conversão empregado pode satisfazer as exigência de velocidade.

Com relação aos métodos usuais de conversão destacam-se:

Conversor tipo Dupla Rampa: alta resolução, excelente imunidade ao ruído e taxa de aquisição baixa, sendo por exemplo bastante utilizado em multímetros digitais.

Conversor por Aproximação Sucessivas: resolução 8 a 12 *bits*, taxa de aquisição média. É a estrutura mais utilizada quando conversores A/D são embutidos em chips microcontroladores sendo, em principio, necessários 8 a 12 pulsos de relógio (*clock*) para completar a conversão.

Conversão Paralela: é de longe a mais rápida porem de mais difícil implementação e mais cara, sendo adequada para conversão de sinais de vídeo.

5.2.7 O Microcontrolador

O último estágio a ser apresentado é o microcontrolador. Esse componente é responsável pela conversão do sinal digital recebido em valor de temperatura e pela ligação do sensor em rede.

Como foi visto no Capítulo 4, cada sensor de temperatura fabricado possui uma equação característica relacionando seu valor de resistência a uma determinada temperatura. Uma vez que a corrente fornecida ao RTD é fixa e conhecida e o valor de tensão sobre seus terminais também é conhecido, via conversor A/D, o microcontrolador pode calcular a resistência do sensor. A partir deste valor de resistência obtido e fazendo uso da equação característica do sensor utilizado, o microcontrolador é capaz



Figura 5.8: Esquemático da montagem do sensor inteligente.

de calcular o valor de temperatura captado pelo sensor.

Baseado no valor de temperatura medido, o microcontrolador pode tomar decisões ou repassar a informação captada à rede de sensores. A comunicação do microcontrolador com a rede de sensores pode ser realizada através de várias interfaces. Comumente, encontram-se microcontroladores com interface I2C, SPI e USART. Entretanto, modelos mais modernos já incorporam outras interfaces de comunicação, mais apropriadas para a comunicação em redes multiponto, como USB, Ethernet e CAN. Pode-se ainda conectar o microcontrolador a dispositivos adaptadores de interface, possibilitando a conexão com redes como RS-485 e Wi-fi.

5.3 A proposta do sensor inteligente

Nesta seção do capítulo será apresentado o circuito proposto para ilustrar o funcionamento dos RTDs fabricados no LDN em ambientes industriais. O circuito projetado foi baseado na configuração utilizando conversores A/D, uma vez que esta é a mais comumente utilizada em ambientes industriais [37].

Segue na Figura 5.8 o desenho esquemático de todos os blocos que constituirão a montagem: fonte de corrente, conexão a três fios, circuito de condicionamento, conversor analógico-digital e processador. A descrição do circuito e componentes utilizados em todos estes blocos será vista a seguir.

Existem diversas formas de construir uma fonte de corrente constante. Neste trabalho, utilizou-se a configuração mostrada na Figura 5.9.



Figura 5.9: Configuração para fonte de corrente.

Aplica-se uma tensão de referência de alta precisão ao resistor R4. Escolhendo-se os resistores de precisão R3 e R4 de mesmo valor e sabendo que a entrada nãoinversora de um amplificador (A1) é de alta impedância, os dois resistores estarão submetidos à mesma queda de tensão.

Utilizando o princípio da superposição, observa-se que a tensão de entrada não inversora do amplificador operacional A1 é dada pela Equação 5.7. Sabendo que o ganho da montagem não inversora é dado pela Equação 5.8, e considerando que os resistores de precisão R1 e R2 possuem o mesmo valor, a saída do amplificador A1 é dada pela Equação 5.9.

$$V_{ENT_{A1}}^{+} = \frac{V_{REF}}{2} + \frac{V_{SAIDA_{A2}}}{2}$$
(5.7)

$$G = 1 + \frac{R_2}{R_1} \tag{5.8}$$

$$V_{SAIDA_{A1}} = V_{REF} + V_{SAIDA_{A2}} \tag{5.9}$$

O amplificador operacional A2, por sua vez, é utilizado como *buffer*, de forma que a tensão de saída é igual à tensão de entrada ($V_{ENTA2} = V_{SAIDAA2}$). Este amplificador operacional é utilizado como uma realimentação do circuito, com o intuito de regular a tensão de saída $V_{SAIDAA1}$ para manter a corrente I constante.

A corrente gerada pela fonte de corrente pode, então, ser calculada pela equação 5.10. Pela equação, observa-se claramente a dependência do valor da corrente gerada com a resistência de referência. Assim, para obter exatidão no valor da corrente gerada



Figura 5.10: Montagem da conexão a três fios.

é necessário utilizar, além de uma tensão de referência de precisão, uma resistência R_{REF} também precisa.

$$I = \frac{V_{SAIDA_{A1}} - V_{ENTA2}}{R_{REF}}$$
$$I = \frac{V_{REF}}{R_{REF}}$$
(5.10)

Além disso, para garantir a precisão da fonte de corrente mesmo com pequenas variações de temperatura, é preciso se utilizar amplificadores operacionais com características apropriadas de baixo valor de tensão de *off-set* e baixa deriva térmica.

A configuração de conexão do RTD a três fios foi a escolhida para a montagem proposta neste trabalho. O circuito a ser utilizado para esta etapa é mostrado na Figura 5.10.

Os valores dos resistores R5 e R6 devem ser escolhidos relativamente altos de modo a não alterar acorrente de polarização do RTD. Como mostrado na secção 5.3.4, escolhendo-se os resistores R5 e R6 de alta precisão e mesmo valor e os fios de conexão 1 e 3 de mesmo comprimento, o amplificador operacional A3 compensa as resistências de fio. Portanto, a tensão de entrada do circuito de condicionamento corresponde ao valor da queda de tensão do RTD.

O circuito de condicionamento é responsável pela filtragem e amplificação do sinal recebido. Como a temperatura é uma grandeza física de variações lentas, o filtro projetado foi um filtro passa-baixa de segunda ordem. O circuito proposto para esta


Figura 5.11: Circuito de condicionamento proposto.



Figura 5.12: Conexões do PIC.

etapa é mostrado na Figura 5.11. Vale ainda salientar que os resistores R9 e R10 são responsáveis pelo ganho da montagem amplificadora.

O microcontrolador proposto para a montagem do circuito foi o *PIC 16F88* [38]. Esse microcontrolador possui um conversor A/D de 10 bits incorporado internamente, resultando num total de 1024 pontos ou níveis de quantização.

A interface do usuário escolhida foi um display de cristal líquido de 2 linhas por 16 colunas. As conexões do PIC com o estágio sensor/condicionador e com o *display* são mostradas na Figura 5.12.

O fluxograma sugerido para a programação do PIC está apresentado na Figura B.10.

Todas essas etapas deverão ser implementadas cuidadosamente, e o programa de gerenciamento do microcontrolador PIC adequadamente desenvolvido para minimizar os erros de conversão.

Será ainda necessário desenvolver uma tabela relacionando o valor de tensão medido no RTD e a temperatura real. Esta tabela deverá ser gravada na memória não



Figura 5.13: Fluxograma da programação do PIC.

volátil do PIC a fim de permitir uma rápida conversão do valor digital adquirido para um valor correspondente de temperatura em graus Celsius.

5.4 Conclusão

O estudo das principais características dos sensores inteligentes e das principais normas existentes para os mesmos, no Capítulo 1, foi de grande importância para se iniciar a incorporação dos RTDs fabricados em sensores de temperatura inteligentes.

A análise das duas principais configurações de interface com o sensor certamente influenciará diversos trabalhos práticos envolvendo conversores A/D e dispositivos como o UFDC-1. A partir dos resultados obtidos e de novas idéias incorporadas, será possível se iniciar o desenvolvimento do circuito a ser utilizado no sensor inteligentes, inicialmente em FPGA e posteriormente em SOI.

O circuito proposto, por sua vez, poderá ser rapidamente implementado e utilizado para comparar as temperaturas medidas pelos RTDs fabricados e os RTDs comerciais sob certas condições. Este circuito também poderá ser facilmente adaptado para um sistema de aquisição automático baseado em um computador ou um Controlador Lógico Programável (CLP) industrial. Este sistema de aquisição possibilitaria a coleta automática de dados, observando possíveis variações na medição do RTDs com o tempo.

Desta forma, este capítulo marca o início de uma nova fase deste trabalho, mostrando todos os seus benefícios e dificuldades.

Capítulo 6

Conclusões

A realização de trabalhos práticos na área de fabricação em microeletrônica é sempre muito complexa. Este trabalho marca o início das fabricações de RTD planares no Laboratório de Dispositivos e Nanoestruras (LDN) da Universidade Federal de Pernambuco (UFPE), em particular, o processo de deposição de metais refratários, e como não podia deixar de ser, foi realizado sob intenso trabalho e dedicação.

Conhecer bem as principais técnicas de fabricação utilizadas, estudar detalhes de funcionamento da técnica escolhida e dos principais equipamentos envolvidos, desenvolver novos processos para otimização da fabricação e analisar detalhadamente os resultados obtidos são apenas algumas das barreiras a serem vencidas em trabalhos desta natureza. Este trabalho contemplou todos os itens supracitados e mais, preocupou-se fortemente em facilitar as atividades futuras, detalhando minuciosamente todos os processos envolvidos nas fabricações realizadas.

Muitas foram as dificuldades encontradas em cada uma das etapas realizadas.

Durante as fabricações, foram realizados incansáveis testes procurando desenvolver um método realmente eficaz e confiável de metalização, fotolitografia e corrosão. Várias lâminas foram utilizadas até se encontrar a solução ideal para a corrosão das mesmas. Vários dias também foram investidos testando-se os métodos e recipientes utilizados na evaporação dos metais. Isto sem contar em todas as limpezas da evaporadora e das lâminas, nas preparações de vácuo e nas buscas por auxílio em bibliografias.

Na etapa de caracterização física, buscou-se medir a largura e a espessura dos sensores fabricados a partir de um perfilômetro, mas mesmo com grande insistência e utilizando-se de métodos estatísticos, não se obtiveram resultados satisfatórios. Novos métodos tiveram de ser analisados, até se utilizar a verificação visual, baseada em microscópio eletrônico de varredura. Durante a caracterização elétrica, a falta de confiança nos equipamentos e procedimentos utilizados, implicaram na repetição exaustiva das medições e na utilização de procedimentos estatísticos.

Todos estes esforços foram, entretanto, devidamente compensados com os diversos resultados positivos obtidos.

Durante este trabalho definiram-se as soluções a serem utilizadas nas etapas de revelação e corrosão da fabricação de RTD. Criaram-se procedimentos descrevendo, passo-a-passo, como utilizar os principais equipamentos envolvidos na fabricação. Escolheram-se os suportes mais adequados para a evaporação de níquel. Obtiveram-se gráficos e tabelas que, certamente, facilitarão enormemente a realizações de trabalhos futuros.

Estudou-se e aplicou-se um planejamento experimental apropriado para o tipo de fabricação realizado, definindo-se os principais parâmetros a serem analisados e as informações a serem colhidas com o método.

Desenvolveu-se um sistema automatizado de aquisição de temperatura e resistência, possibilitando a captura das curvas características dos RTDs e facilitando a comparação dos sensores fabricados entre si e com sensores comerciais.

Obtiveram-se resultados de fabricação e caracterização de RTDs bastante satisfatórios, mostrando que já se consegue obter sensores com as resistências nominais projetadas e com comportamento de variação da resistência com a temperatura linear e bem definido.

Finalmente, iniciou-se o estudo da incorporação dos RTDs fabricados em sensores inteligentes, verificando dois dos principais métodos de condicionamento do sinal analógico fornecido pelo sensor de temperatura. Foi proposto ainda um protótipo de sensor não-integrado, que seria utilizado para mostrar o funcionamento prático dos RTDs desenvolvidos e estimular a continuidade do trabalho.

Desta forma, pode-se concluir que o trabalho conseguiu atingir a principal meta a que se propunha: fabricar RTDs planares utilizando a infra-estrutura disponível no LDN. Mais do que isso, o trabalho conseguiu aproximar ainda mais da realidade do grande projeto de que faz parte: desenvolver sensores inteligentes em SOI para aplicação em poços de petróleo.

ATIVIDADES FUTURAS

A primeira e principal atividade a ser desenvolvida consiste em consolidar os processos utilizados na fabricação de RTDs através da finalização do planejamento experimental proposto. A partir daí, serão obtidos os principais parâmetros necessários para otimizar o processo, melhorando-o ainda mais.

A realização de uma quarta fabricação com as condições propostas pelo planejamento experimental permitirá ainda que se verifique a repetibilidade do processo e das características dos RTDs fabricados, além da reincidência da concentração das curvas características em dois grupos.

Uma vez otimizado e controlado o processo, seria interessante partir para novos testes visando alterar a resistividade dos RTDs fabricado e consequentemente a inclinação da curva característica. Esta modificação não é essencial para a fabricação de sensores inteligentes, mas poderia ocasionar em RTDs fabricados com maior sensibilidade e com comportamento mais próximo dos RTDs comerciais, facilitando futura comercialização de sensores não-inteligentes.

Também seria interessante repetir alguns testes e medições utilizando processos mais confiáveis. As medições de largura, espessura e resistividade dos RTDs deveria ser realizada por métodos mais adequados, confirmando os dados obtidos ou gerando dados mais precisos e confiáveis sobre as características dos sensores. Desta forma, seria possível analisar de forma adequada possíveis irregularidades ou disparidades observadas no comportamento dos RTDs fabricados.

Outro ponto importante diz respeito a analisar o funcionamento dos RTDs com o encapsulamento projetado (ver Apêndice C) e com o circuito de sensor inteligente não-integrado proposto. Mesmo ciente de que tal encapsulamento provavelmente não será utilizado com o sensor inteligente a ser desenvolvido, sua incorporação permite a realização de testes com RTD em campo, possibilitando analisar na prática todas as características verificadas durante a caracterização do mesmo. O circuito proposto, por sua vez, permitirá a comparação das temperaturas medidas pelos RTDs fabricados e os RTDs comerciais sob certas condições, e, facilitará a adaptação dos mesmos a equipamentos industriais típicos como Controladores Lógico Programáveis (CLPs).

Além disso, os bons resultados obtidos na fabricação de RTDs planares no LDN, estimulam uma série de novas atividades, das quais podemos destacar: a fabricação de sensores de vazão, o desenvolvimento de sensores inteligentes e a produção de circuitos integrados SOI.

A medição da vazão de fluidos pode ser realizada utilizando sensores de pressão em diversos arranjos, desde que os mesmos estejam calibrados para a temperatura de operação. No caso da aplicação em poços de petróleo, é comum se verificar variações de temperatura sob o sensor de pressão ao longo do tempo. Portanto, faz-se necessário utilizar um sensor de temperatura para ser montado próximo ao sensor de pressão, com o intuito de monitorar a temperatura sob o mesmo e assim, recalibrá-lo. Desta forma, utilizando-se dos sensores de temperatura desenvolvidos neste trabalho, podese partir para o próximo passo que seria a fabricação de sensores de pressão.

Paralelamente ao desenvolvimento de sensores de vazão, a finalização deste trabalho estimula a implementação de sensores de temperatura inteligentes. Cada vez mais, a praticidade e o barateamento dos custos de implantação de redes de sensores inteligentes vêm aumentando consideravelmente a demanda dos mesmos. A incorporação da inteligência e do sistema de comunicação no sensor possibilita sua comunicação com todo o sistema, uma vez que o protocolo de comunicação está embarcado no próprio chip. Desta forma, pode-se conectar os sensores em barramento, diminuindo consideravelmente a quantidade de cabeamento utilizada, e por conseqüência, baixando os custos. A fabricação de sensores de temperatura inteligentes serviria como mais um passo na direção do que realmente se almeja: desenvolver sensores inteligentes em SOI para aplicação em poços de petróleo.

Obtido o sensor de temperatura inteligente e dominada a fabricação de sensores de vazão, seria relativamente fácil integrá-los gerando um conglomerado de sensores inteligentes.

A última etapa para se alcançar o objetivo seria pesquisar o comportamento de dispositivos SOI e analisar todas as adaptações necessárias para se transformar em SOI os sensores inteligentes desenvolvidos em silício. Desta forma, seria obtido um conjunto de sensores (temperatura, pressão e vazão) integrados num chip SOI, capaz de suportar altas temperaturas e de se comunicar digitalmente numa rede de sensores.

Apêndice A

Resistividade de filmes finos

Este apêndice tem por finalidade retratar a dependência da resistividade de filmes finos de níquel e cobre com a espessura, a taxa de deposição, a temperatura do substrato e o recozimento. Esta análise foi realizada por *B. C Johnson* em seu artigo *"Electrical resistivity of copper and nickel thin-film interconnections"* e dele foram retiradas todas as informações contidas neste apêndice [39].

A.1 Detalhes do Experimento

Os filmes policristalinos de cobre e níquel utilizados neste trabalho foram produzidos por evaporação térmica sob vácuo ininterrupto de $10^{-4} Pa$. A espessura do filme, a temperatura do substrato e as taxas de deposição foram variadas entre $0,125-1,25 \mu m$, 298 - 573 K e 2,0-14 nm/s respectivamente. A geometria, espessura e uniformidade do filme fino foram analisados por perfilômetro, microscópio ótico e microscópio eletrônico de varredura.

As amostras foram preparadas através de uma máscara de molibdênio num substrato com 99,6% de alumina pura, dotado de uma rugosidade de 75 nmAA. Após a deposição, as amostras foram submetidas a um recozimento numa atmosfera purificada de argônio tendo uma pressão parcial de oxigênio inferior a $10^{-14} Pa$.

A medição de resistência, por sua vez, foi realizada através do método das quatro pontas, apresentando um erro relativo de + ou - 0,1%.



Figura A.1: A resistividade de filmes de cobre e níquel como função da espessura do filme, mantendo a temperatura do substrato constante (373K) e a taxa de deposição entre 5 - 10nm/s para o cobre e 12 - 14nm/s para o níquel.

A.2 Resultados Experimentais

A resistividade de vários filmes foram medidas como função da espessura, taxa de deposição, temperatura do substrato e condições de recozimento. Na Figura A.1 é apresentado um gráfico da resistividade de um filme de níquel e cobre à temperatura ambiente, como uma função da espessura do filme.

Assim como em todos os gráficos apresentados adiante, cada ponto mostrado representa uma média dos valores obtidos em pelo menos cinco filmes diferentes. As barras de erro de cada ponto são os limites 2σ . Para esta análise, a temperatura do substrato de alumina foi mantida a 373 K e foram utilizadas taxas de 5 - 10 nm/s para o cobre e 12 - 14 nm/s para o níquel. Observa-se claramente que a resistividade de ambos decresce rapidamente até se manter relativamente constante em espessuras superiores a 400 nm.

A dependência da espessura observada para filmes de níquel com espessuras inferiores a 400 nm é geralmente causada por dois fatores. Primeiro, o scattering do defeito é maior em filmes finos por que o tamanho do grão aumenta e a concentração de buracos como uma função da espessura durante a deposição do filme. Segundo a rugosidade da superfície do substrato de alumina compõe uma fração significativa da espessura dos filmes mais finos, o que efetivamente reduz sua área transversal.

Por sua vez, a dependência da resistividade do cobre e níquel com a temperatura do substrato de alumina é dada pela Figura A.2, para filmes com 1000 nm de espessura.



Figura A.2: A resistividade de um filme de cobre e níquel com espessura de 1000nm como função da temperatura do substrato. As taxas de deposição foram mantidas em 5-10nm/s e 12-14nm/s para o cobre e o níquel respectivamente.

O gráfico mostra que a influência da temperatura do substrato foi maior no níquel do que no cobre. Para o níquel, a resistividade decresce 40% com o aumento de temperatura de 298 K a 573 K. Por outro lado, no caso do cobre uma resistividade mínima foi encontrada a 373 K.

Os efeitos da temperatura do substrato sobre a resistividade do níquel podem ser atribuídos, em grande parte, à redução dos efeitos de *scattering* nas bordas dos grãos. A queda da resistividade por um fator de cinco com relação ao crescimento dos grãos pode ser confirmado por uma análise TEM (*Transmission Electron Microscopy*).

A relação entre resistividade e taxa de deposição é mostrada na figura A.3, para filmes com 1000 nm de espessura depositado em um substrato de alumina na temperatura de 373 K. Na faixa de 2,0-14,0 nm/s a resistividade do níquel caiu com o aumento da taxa de deposição, enquanto a resistividade do cobre permaneceu quase constante.

A dependência da resistividade com a taxa de deposição pode ser explicada pelas variações na concentração de impurezas. Tais impurezas são originadas principalmente pela câmara de vácuo e por materiais evaporantes.

A partir das Figuras A.1, A.2, A.3, fica evidente que a resistividade dos filmes de cobre e níquel é sensível à espessura e às condições de deposição. Entretanto, valores de resistividade mínima podem ser obtidos reproduzindo um conjunto de parâmetros, isto é, espessura de 1000 nm, temperatura de 373 K e taxas de 5 - 10 nm/s para o



Figura A.3: A resistividade de um filme de cobre e níquel com 1000 nm de espessura como função da taxa de deposição em um substrato de temperatura constante (373 K).

cobre e 12 - 14 nm/s para o níquel. Um total de 40 filmes de cobre e 42 filmes de níquel foram depositados sob tais condições exibindo resistividades de 1,97 $\mu\Omega$ cm (+ ou - 11%) e 12,2 $\mu\Omega$ cm (+ ou - 14%) respectivamente.

O coeficiente de temperatura da resistividade dos filmes otimizados foi medido durante o recozimento pós-deposição.

Os efeitos combinados de temperatura e tempo de recozimento produziram resultados contrastantes. Para os filmes de cobre otimizados, as medições de resistividade a temperatura ambiente realizadas antes e após o recozimento a 723 K durante 10 horas não exibiram alterações significativas. Entretanto, uma diminuição de cerca de 1 $\mu\Omega$ cm na resistividade dos filmes de níquel otimizados foi observada após o recozimento realizado sob as mesmas condições.

Apêndice B

Automação da Caracterização dos RTDs

Este apêndice tem por finalidade detalhar as configurações e protocolos utilizados para a automação da montagem da estação de testes desenvolvida neste trabalho para facilitar a caracterização dos RTDs produzidos.

Equipamentos disponíveis:

Para a automação desenvolvida foram utilizados os seguintes instrumentos:

- Multímetro Digital Minipa ET- 2600 com entrada para termopar e saída para comunicação serial RS-232;
- Impedancímetro SR720 com saída serial RS-232;
- Computador com 2 portas seriais RS-232;
- Chapa quente com regulação manual de temperatura.

Foi necessário ainda desenvolver um programa em Visual Basic 6.0 capaz de se comunicar via RS - 232 com o multímetro e o impedancímetro, além de coletar e organizar os dados recebidos.

Segue, neste apêndice uma descrição mais detalhada sobre os protocolos de comunicação utilizados e o programa desenvolvido para o funcionamento do sistema.



Figura B.1: Multímetro digital Minipa ET - 2600.

B5	B4	B3	B2	B1	B0	Descrição	
0	0	1	1	1	1	Start Code	
0	0	0	0	0	0	Stop Code	
1	0	0	0	0	0	Valor = 0	
1	0	0	0	0	1	Valor = 1	
1	0	0	0	1	0	Valor = 2	
1	0	0	0	1	1	Valor = 3	
1	0	0	1	0	0	Valor = 4	
1	0	0	1	0	1	Valor = 5	
1	0	0	1	1	0	Valor = 6	
1	0	0	1	1	1	Valor = 7	
1	0	1	0	0	0	Valor = 8	
1	0	1	0	0	1	Valor = 9	
1	0	1	0	1	1	Valor = 0L	

Figura B.2: Definição dos bits de dados utilizados pelo multímetro.

B.1 Protocolo Multímetro

Como já foi dito, o multímetro digital Minipa ET-2600, visto na Figura B.1, utiliza o protocolo RS-232 para comunicação. A comunicação é unidirecional, do multímetro para o computador, sendo utilizada unicamente para repassar as configurações e os dados colhidos pelo multímetro. Desta forma, a escolha da medição de temperatura e a habilitação da saída RS-232 deve ser realizada manualmente pelo operador.

Os parâmetros RS - 232 utilizados pelo multímetro são fixos: Taxa = 2400 bps; Bits de dados = 6; Paridade = Nenhuma; Bits de parada = 1 bit. A definição dos 6 bits de dados utilizados segue na tabela da Figura B.2.

Pela tabela da Figura B.2, observamos que o protocolo utilizado possui um dicionário com apenas 13 palavras, que representam o *start code*, o *stop code*, os números de 0 a 9 e a simbologia de infinito. Observa-se ainda que os bits 4 e 5 são utilizados apenas para diferenciar as palavras de controle (*start* e *stop*) das palavras de dado. Ou seja, na prática o valor de cada palavra é dada pelo nibble formado pelos bits 0 a 3. De agora em diante, para facilitar o entendimento, cada palavra da comunicação será representada apenas pelo *nibble* que compõem seus dados.



Figura B.3: Protocolo de comunicação do multímetro.



Figura B.4: Tabela de códigos para configuração do multímetro.

A comunicação é cíclica, ou seja, a cada 0,5 s o multímetro repassa nova comunicação ao computador. Cada comunicação é formada por 21 *nibbles*, cujos significados estão resumidos na tabela da Figura B.3.

Ou seja, o *nibble* da quinta palavra recebida, por exemplo, indicará o número correspondentes ao primeiro dígito da grandeza medida. As configurações do multímetro, por sua vez, são repassadas através de codificações seguindo a tabela da Figura B.4.

Pela codificação, por exemplo, se o *nibble* 2 recebido fosse 1 (0001), o *nibble* 3 fosse 1 (0001) e o bit 0 do *nibble* 17 fosse 0 (XXX0), a função selecionada para a leitura do multímetro seria DC V.

Na prática, considerando que o multímetro estava configurado para medir tem-



Figura B.5: Impedancímetro SR720 da Stanford Research.

peratura, de toda os *nibbles* fornecidos pelo multímetro, apenas os *nibbles* de 5 a 9 eram importantes para a automação realizada. Cada uma destes *nibbles* representava um caractere do valor de temperatura medido.

B.2 Protocolo Impedancímetro

O impedancímetro utilizado para esta automação foi o SR720 da Stanford Research (ver Figura B.5).

Segue abaixo algumas características deste equipamento:

- Pode ser remotamente programado via RS-232 ou GPIB (IEEE-488);
- Todas as funções do painel (exceto a alimentação geral, *power*) podem ser controladas;
- É um instrumento medidor de impedância para diversas freqüências (100 Hz, 120 Hz, 1 KHz, 10 KHz e 100 KHz), capaz de medir resistência, capacitância e indutância, numa faixa com mais de 13 ordens de grandeza e com exatidão de 0,05%.

Antes de se iniciar o estudo do protocolo de comunicação utilizado por tal equipamento é necessário configurar sua comunicação RS-232 fisicamente. Para tanto são utilizadas 6 chaves localizadas em seu painel traseiro, como visto na Figura B.6.

A configuração destas chaves devem ser realizada de acordo com os códigos mostrados nas tabelas da Figura B.7, definindo a taxa de transmissão, a utilização ou não da paridade, o tipo de paridade utilizada e o número de bits de dados.



Figura B.6: Painel traseiro do impedancímetro.

1	bit 0	bit 1	bit 2	Таха
	0	0	0	300
	1	0	0	600
	0	1	0	1200
	1	1	0	2400
	0	0	1	4800
	1	0	1	9600
	0	1	1	19200

Figura B.7: Códigos de configuração da comunicação do impedancímetro.

Nesta aplicação, utilizou-se taxa de transmissão de 9600 bits por segundo, sem paridade e com 8 bits de dados.

Uma vez escolhido 8 bits de dados para a comunicação, a codificação dos dados segue a tabela ASCII (American Standard Code for Information Interchange), como visto nas tabelas da Figura B.8.

Com relação à comunicação propriamente dita, deve-se respeitar uma série de premissas do fabricante:

- O comando enviado para o impedancímetro, consiste de um mnemônico de 4 caracteres, de argumentos, quando necessários, e um comando de terminação;
- O comando de terminação pode ser um <CR> ou <LF>, nenhum comando é processado até seu recebimento;
- Um comando pode requerer 1 ou mais parâmetros. Os parâmetros são separados por vírgula(,);
- Múltiplos comandos podem ser enviados em uma única linha de comando e são separados por ponto e vírgula(;);
- Um comando de terminação <CR><LF> é enviado junto com a resposta recebida do impedancímetro;
- Quando se deseja saber alguma configuração do impedancímetro, deve-se enviar os caracteres seguidos de "?";

					Caracter	Decima	Hexadecimal	Binário
					:	:	:	:
Caracter	Decimal	Hexadecimal	Binário	Comentário	0	48	30	0011 0000
NUL	0	0	0000 0000	Canaster Mulo	1	49	31	0011 0001
SOH	1	1	0000 0001	cabeçalho de	2	50	32	0011 0010
STX	2	2	0000 0010	Começo de texto	3	51	33	0011 0011
ETX	3	3	0000 0011	Fim de texto	4	52	34	0011 0100
EOT	4	4	0000 0100	Fim de transmissão	5	53	35	0011 0101
ENQ	5	5	0000 0101	Interroga	6	54	36	0011 0110
ACK	6	6	0000 0110	Confirmação	7	55	37	0011 0111
BEL	7	7	0000 0111	Sinal sonoro	8	56	38	0011 1000
BS	8	8	0000 0100	¥abbaiana saracter	9	57	39	0011 1001
HT	9	9	0000 1001	Horizontal	:	58	3A	0011 1010
LF	10	0A	0000 1010	Próxima linha	;	59	3B	0011 1011
VT	11	0B	0000 1011	Tabulação Vertical	<	60	3C	0011 1100
FF	12	0C	0000 1100	Próxima Página	=	61	3D	0011 1101
CR	13	0D	0000 1101	Início da Linha	>	62	3E	0011 1110
SO	14	0E	0000 1110	Shift-out	?	63	3F	0011 1111
SI	15	0F	0000 1111	Shift-in	@	64	40	0100 0000
DLE	16	10	0001 0000	Dotatrionek descape	Α	65	41	0100 0001
D1	17	11	0001 0001	disata sitevae	В	66	42	0100 0010
D2	18	12	0001 0010	dispositeve	С	67	43	0100 0011
D3	19	13	0001 0011	dispositivo	:	:	:	

Figura B.8: Códigos utilizados pelo impedancímetro.

Comando			Significado		
FREQ? <cr></cr>	Pergunta a freqüencia de teste configurada				
RATE? <cr></cr>	Pergunta a taxa de medição				
XMAJ? <cr></cr>	Pergunta o valor que está sendo medido				
FREQ i <cr></cr>	Se	(i = 0)	Configura a freqüência de teste para 100Hz		
		(i = 1)	Configura a freqüência de teste para 120Hz		
		(i = 2)	Configura a freqüência de teste para 1kHz		
		(i = 3)	Configura a freqüência de teste para 10kHz		
		(i = 4)	Configura a freqüência de teste para 100kHz		
RATE i <cr></cr>	Se	(i = 0)	Configura a taxa para FAST		
		(i = 1)	Configura a taxa para MEDIUM		
		(i = 2)	Configura a taxa para SLOW		

Figura B.9: Parâmetros de configuração do Impedancímetro.

• Quando se deseja modificar algum parâmetro de alguma função do impedancímetro, basta escrever o comando de 4 caracteres seguido do parâmetro que representa a configuração desejada.

Ou seja, diferentemente do multímetro cuja comunicação era cíclica e unidirecional, a comunicação com o impedancímetro era bidirecional e realizada sobre consulta. Ou seja, a partir do computador era possível configurar todos os parâmetros do equipamento e solicitar o envio do valor medido para o parâmetro escolhido.

Para facilitar o entendimento, criou-se uma tabela (Figura B.9) com alguns exemplos de parâmetros que poderiam ser utilizados para configurar o impedâncímetro ou solicitar o valor medido pelo mesmo.

Por exemplo, caso houvesse interesse em medir uma determinada grandeza uti-



Figura B.10: Fluxograma da programação desenvolvida.

lizando uma freqüência de teste de $10 \, kHz$, a seguinte seqüência deveria ser executada:

- Configura a freqüência de teste para $10 \, kHz$: FREQ3;
- Envia Terminador: <CR>;
- Pergunta o valor que está sendo medido: XMAJ?;
- Envia Terminador: <CR>;
- Aguarda resposta.

Vale ressaltar que cada caractere da resposta fornecida pelo impedancímetro iria corresponder a uma palavra em RS-232 recebida pelo computador e que a codificação estaria em ASCII, facilitando consideravelmente seu entendimento.

B.3 Programação em Visual Basic

Considerando as restrições dos protocolos comentadas anteriormente e utilizando-se de um computador com 2 portas seriais RS-232 criou-se o fluxograma mostrado na Figura B.10 para representar o funcionamento do sistema.

É interessante observar no fluxograma que a coleta das informações é realizada de acordo com a comunicação com o multímetro. Como esta comunicação é unidirecional, o programa aguarda o recebimento da temperatura colhida pelo multímetro e só então solicita o valor de resistência medido pelo impedancímetro. Como a taxa de transmissão da comunicação com o impedancímetro é 4 vezes superior e a variação da grandeza medida (temperatura) é lenta, o atraso no processo não gera erros na medida realizada.

Outro ponto interessante é que não é necessário esperar o recebimento de toda a comunicação do multímetro para iniciar a solicitação ao impedancímetro. Ao invés disso, a solicitação é realizada após o recebimento do nono nibble, quando o computador já recebeu toda a informação que necessitava do multímetro.

Apêndice C

Estação de testes e Encapsulamento projetados

Este apêndice tem por finalidade explicitar as dimensões e detalhes mecânicos da estação de teste e dos encapsulamentos de RTDs desenvolvidos neste trabalho.

C.1 Estação de Teste

Esta estação de teste foi desenvolvida para facilitar a integração da chapa quente e das ponteiras utilizadas na caracterização de RTDs e nas medições de resistividades realizadas com o método das quatro pontas (ver Figura C.1).



Figura C.1: Estação de testes.



Figura C.2: Encapsulamento tipo A com fenda estreita para inserção do RTD.

C.2 Encapsulamentos

C.2.1 Encapsulamento tipo A

Este encapsulamento foi desenvolvido para se proteger o RTD planar fabricado. A fenda central seria utilizada para encaixar o RTD utilizando o mínimo de pasta térmica possível (ver Figura C.2).





C.2.2 Encapsulamento tipo B

Este encapsulamento foi desenvolvido para se testar a condução de temperatura quando o RTD estiver submetido a uma grande quantidade de pasta térmica, daí o tamanho exagerado da fenda central (ver Figura C.3).

Bibliografia

- Alexandre Balbinot, Valner João Brusamarello, Instrumentação e Fundamentos de Medidas, Volume 1, LTC, Rio de Janeiro, 2006.
- [2] Edval J. P. Santos, comunicação particular, 2007
- [3] T. Ricolfi, J. Scholz, Thermal Sensors, Volume 4, Editora VCH, New York, 1990.
- [4] J. P. Holman, Experimental Methods for Engineers, 5th edition, McGrawHill, New York, 1989.
- [5] J. W. Dally, Instrumentation for Engineering Measurements, 2nd edition, Wiley, New York, 1993.
- [6] Daniel Thomazini, Pedro Albuquerque, Sensores Industriais Fundamentos e Aplicações, 1a edição, Editora Érica, São Paulo, 2005.
- [7] Francisco Adval de Lira, Metrologia na Indústria, 1a edição, Editora Érica, São Paulo, 2001.
- [8] Egídio Alberto Bega, Gerard, Gerard Delmée, Pedro Cohn, Roberval Bulgarelli, Ricardo Koch, Vitor Finkel, Instrumentação Industrial, Editora Interciência, Rio de Janeiro, 2003.
- [9] Application Note, AN107, Practical Thermocouple Temperature Measurements, Dataforth Corporation.
- [10] Arivelto Bustamante Fialho, Instrumentação Industrial, , 1a edição, Editora Érica, São Paulo, 2002.
- [11] NTC Thermistors, Panasonic, 2006

- [12] Mark Cejer, Keithley Instruments, Resistive Temperature Detectors: An Alternative to Thermocouples for Precise, Repeatable Temperature Mesurements, Cleveland.
- [13] J. Burns, "Resistive thermometers", secção 32.2, in "Measurement, Instrumentation, and Sensors Handbook", Editado por J. G. Webster, CRC Press, 1999.
- [14] Bonnie Baker, Temperature Sensing Technologies, Microchip, USA, 1998.
- [15] National Instruments, Measuring Temperature with an RTD or Thermistor, 2003.
- [16] Dr. A.D. Kurtz, A. Kane, S. Goodman, Leo Geras, Miniature Combination Pressure/Temperature Sensors with Redundant Capability, Leonia, 2004.
- [17] Sergey Y. Yurish, IEEE 1451 Standard and Frequency Output Sensors: How to obtain a Broad-Based Industry Adoption, Lviv, 2005.
- [18] National Institute of Standards and Technology, IEEE 1451 Website http://ieee1451.nist.gov/
- [19] TC-9, Committee on Sensor Technology of the IEEE Instrumentation and Measurement Society, 1451.1-1999- IEEE Standard for a Smart Transducer Interface for Sensors andActuators-Network Capable Application Processor (NCAP) Information Model, E-ISBN: 0-7381-1768-4, ISBN: 0-7381-1767-6, INSPEC Accession Number: 6857898, New York, NY, USA, 2000.
- [20] TC-9, Committee on Sensor Technology of the IEEE Instrumentation and Measurement Society, 1451.2-1997 IEEE standard for a smart transducer interface for sensors and actuators transducer to microprocessor communication protocols and Transducer Electronic Data Sheet (TEDS) formats, E-ISBN: 0-7381-1386-7, ISBN: 1-55937-963-4, INSPEC Accession Number: 6095279, New York, NY, USA, 1998.
- [21] Sensors Plug&Play The New Standard for Automated Sensor Measurements, National Instruments, 2006.

- [22] TC-9, Committee on Sensor Technology of the IEEE Instrumentation and Measurement Society, 1451.3-2003 IEEE Standard for a Smart Transducer Interface for Sensors and Actuators-Digital Communication and Transducer Electronic Data Sheet (TEDS) Formats for Distributed Multidrop Systems, E-ISBN: 0-7381-3823-1, ISBN: 0-7381-3823-1, New York, NY, USA, 2004.
- [23] TC-9, Committee on Sensor Technology of the IEEE Instrumentation and Measurement Society, 1451.4-2004 IEEE Standard for A Smart Transducer Interface for Sensors and Actuators Mixed-Mode Communication Protocols and Transducer Electronic Data Sheet (TEDS) Formats, E-ISBN: 0-7381-4008-2, ISBN: 0-7381-4008-2, New York, NY, USA, 2004.
- TC-9, Committee on Sensor Technology of the IEEE Instrumentation and Measurement Society, 1451.5-2007 IEEE Standard for a Smart Transducer Interface for Sensors and Actuators Wireless Communication Protocols and Transducer Electronic Data Sheet (TEDS) Formats, E-ISBN: 978-0-7381-5600-2, ISBN: 978-0-7381-5599-9, Digital Object Identifier: 10.1109/IEEESTD.2007.4346346, New York, NY, USA, 2007.
- [25] P. Ciureanu and S. Middelhoek, Thin Film Resistive Sensors, McGill University, Montrel, Canadá, 1992.
- [26] S. Middelhoek, S. A. Audet, Silicon Sensors, Academic Press, London, 1989.
- [27] Peter J. Tatsch, Deposição de filmes finos, Capítulo 11, V Oficina de Microeletrônica, Unicamp.
- [28] IBM, Sputter deposition for semiconductor manufacturing, Journal of Research and Development, 1999.
- [29] Edval J. P. Santos, Deposição por pulverização, Notas de Aula.
- [30] Douglas Montgomery, George Runger, Estatística Aplicada e Probabilidade para Engenheiros, 2^a Edição, Editora LTC, Rio de Janeiro, 2003.
- [31] Gerald Z. Yin, Don W. Jillie, Orthogonal Design for Process Optimization and Its Application in Plasma Etching, Santa Califórnia, 1987.

- [32] W. R. Runyan, Semiconductor Measurements and Instrumentation Texas Instruments, McGraw-Hill, USA, 1975.
- [33] Ezana Haile and Jim Lepkowski, Oscillator Circuits for RTD Temperature Sensors, Microchip, USA, 2004.
- [34] Intenational Frequency Sensor Association (IFSA), Universal Frequency-to-Digital Converter (UFDC-1), Specification and Application Note, 2004.
- [35] Sergey Y. Yurish, Nikolay V. Kirianaki, Ramon Pallàs-Areny, Universal Frequency to Digital Converter for Quasi-Digital and Smart Sensors: Specifications and Applications, Lviv, 2005.
- [36] Sergey Y. Yurish, Data Acquisition Systems for Quasi-Digital Temperature Sensors Based on Universal-to-Digital Converter, Lviv, 2005.
- [37] Bonnie Baker, Precision Temperature Sensing with RTD Circuits, Microchip, USA, 2003.
- [38] Microchip , Data Sheet PIC16F87/88, Microchip Technology Inc, 2003.
- [39] B. C Johnson, Electrical resistivity of copper and nickel thin-film interconnections, 1989.