# ESTUDO DA OBTENÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE MATERIAIS ABSORVEDORES DE RADIAÇÃO ELETROMAGNÉTICA (8,2 - 12,4 GHz) BASEADOS EM FILMES FINOS DE ÓXIDO DE COBRE, COBRE E ALUMÍNIO

Evandro Luís Nohara | evandro.nohara@unitau.com.br | UNITAU

# **RESUMO**

O presente trabalho tem como objetivo estudar filmes finos absorvedores de radiação eletromagnética na faixa de frequências compreendidas entre 8,2 - 12,4 GHz, baseados nos elementos químicos cobre e alumínio, com espessuras entre 30 e 100 nm (em passos de 10 nm), depositados sobre substrato do polímero poli (tereftalato etileno), pela técnica magnetron sputtering. Os resultados obtidos demonstram que filmes de cobre com espessuras entre 30nm a 100nm possuem valores médios da energia absorvida entre 10 % (- 0,50 dB) a 48 % (- 2,85 dB), e para o alumínio entre 2,2% (- 0,10 dB) a 10% (- 0,50 dB). A menor absorção do alumínio em relação ao cobre está relacionada a menor condutividade elétrica do alumínio, o que diminui a energia dissipada pelo processo de despolarização elétrica, provocando uma menor absorção da energia da onda eletromagnética.

Palavras chave: Materiais absorvedores de radiação eletromagnética, filmes finos, magnetron sputtering.

# ABSTRACT

The aim of this work is to study electromagnetic radiation absorbing thin films in the frequency range between 8.2 - 12.4 GHz, based on the copper and aluminum chemical elements, with thicknesses between 30 and 100 nm (in steps of 10 nm). , deposited on poly (ethylene terephthalate) polymer substrate by the magnetron sputtering technique. The results show that copper films with thicknesses between 30nm and 100nm have average values of absorbed energy between 10% (- 0.50 dB) to 48% (- 2.85 dB), and for aluminum between 2.2%. (- 0.10 dB) to 10% (- 0.50 dB). The lower absorption of aluminum compared to copper is related to the lower electrical conductivity of aluminum, which decreases the energy dissipated by the process of electrical depolarization, causing a lower absorption of electromagnetic wave energy.

Keywords: Electromagnetic absorbers, thin films, magnetron sputtering.

#### 1. INTRODUÇÃO

Os materiais absorvedores de radiação eletromagnética (MARE) são uma tecnologia *dual-use*, utilizada no controle dos níveis de radiação eletromagnética na área civil e militar (FUJIEDA, 2005; SAVILLE, 2005), citada em documentos como o *Wassenaar Arrangement (Export Controls for Conventional Arms and Dual-Use Goods and Technologies*) (THE WASSENAAR ARRANGEMENT, 2019) e os americanos *The Militarily Critical Technological List* (MCTL) e *Developing Science and Technologies List* (DSTL). Esses documentos são utilizados como referência no controle de exportação de tecnologias, e qualificam e quantificam os parâmetros de desempenho de determinadas tecnologias que possuem aplicabilidade em plataformas militares aéreas, marítimas e terrestres.

Na área de MARE, o documento *Wassenaar Arrangement* cita que um material com um desempenho de absorção acima de 80% (7,0 dB), resposta entre 200 MHz – 300 GHz, desempenho em banda larga de ± 15% da frequência central e estabilidade térmica em temperaturas acima de 177 °C, é classificado como *dual-use* e *"Very Sensitive"*. Além disso, as tintas de MARE são também consideradas *dual-use* por esse documento. O MCTL americano cita qualitativamente os filmes finos MARE na Seção 18 (Tecnologia de Controle de Assinaturas), o mesmo não é citado no DSTL.

Os filmes finos MARE são constituídos de um substrato polimérico, com espessura da ordem micrométrica, com uma camada metálica em escala nanométrica depositada na sua superfície, em espessuras da ordem da camada pelicular (*skin depth*), o que permite sua interação com a energia da onda eletromagnética, convertendo-a em calor (SOETHE, 2009; COSTA, 2014). Estudos realizado por equipes russas na área de MARE (NOHARA, 2002) mostram que que os filmes finos têm potencial de resposta entre 200 MHz – 600 GHz, com desempenho em banda larga acima de ± 100% da frequência central. A estabilidade térmica é obtida pela escolha criteriosa do substrato polimérico (SOETHE 2004; SOETHE 2008).

#### **1.1 OBJETIVO**

Os objetivos do presente trabalho envolvem a obtenção de filmes finos absorvedores de radiação eletromagnética via processo *magnetron* sputtering, baseados em óxido de cobre, cobre e alumínio, nas espessuras entre 30 e 100 nm, em passos de 10 nm, e a caracterização eletromagnética dos filmes finos obtidos, na faixa de frequências compreendidas entre 8,2 – 12,4 GHz.

#### 2. MATERIAIS E MÉTODOS

Para a produção dos filmes finos aborvedores de radiação eletromagnética via processo de deposição assistido a plasma (*Magnetron Sputtering*), é necessária a realização de uma varredura das condições de obtenção do plasma, envolvendo o estudo da pressão no interior da câmara, fluxo de gás, e corrente e tensão aplicados no alvo colocado no *Magnetron Sputtering*. Os filmes de cobre e alumínio foram obtidos com a aplicação de dos valores de corrente e tensão descritos na Tabela 10, nas espessuras de 30 a 100 nm, em passos de 10 nm.

Tabela 1 | Parâmetros de deposição dos filmes finos.

Elemento químico	Corrente (A)	Tensão (V)	Taxa de deposição (nm/s)
Cobre	3,1	480	1,4
Alumínio	3,2	550	1,5

A caracterização eletromagnética dos filmes finos em guia de onda utilizou um *kit* de guias de onda retangular na banda X (8,20 a 12,40 GHz), acoplado a um analisador de redes da marca Agilent, modelo N5230C-RNA-L, na qual, opera em frequências de 300 kHz a 20 GHz. analisador de redes possui 4 portas ativas, das quais foram utilizadas as portas 2 e 4, por esse motivo foram obtidos os parâmetros  $S_{22}$  (reflexão) e  $S_{24}$  (transmissão). Na calibração do analisador de redes, a referência adotada para o parâmetro  $S_{22}$  (reflexão) foi um material 100% refletor, isto é, uma placa metálica, definida em intensidade de sinal igual a 0,0 dB. A referência adotada para o parâmetro  $S_{42}$  (transmissão possível das ondas eletromagnéticas, isto é, o ar atmosférico, definida em intensidade de sinal igual a 0,0 dB (adotado como 100% de transmissão)

### **3. RESULTADOS E DISCUSSÃO**

O gráfico da Figura 41 apresenta as medidas da atenuação da energia da onda eletromagnética refletida (S<sub>22</sub>) para os filmes de óxido de cobre com espessuras de 30, 40 e 50 nm. Os dados do gráfico da Figura 1 indicam que as medidas de refletividade da energia da onda eletromagnética nas espessuras de 30, 40 e 50 nm e o branco estão gerando uma atenuação entre – 30 dB (99,9%) a – 43 dB (99,995%) na faixa de frequências de 8,2 a 12,4 GHz.

Figura 1 | Curvas de atenuação (dB) versus frequência (8,2 - 12,4 GHz) do parâmetro S<sub>22</sub> para os filmes de óxido de cobre com espessuras de 30 nm, 40 nm, 50 nm e o branco.



Todos os filmes apresentam um comportamento de banda larga com perfil ressonante na faixa 8,5 a 9,8 GHz com intensidade máxima de – 43 dB em 9 GHz em média. Foi feito o cálculo no qual foi obtido um valor médio de atenuação para todas as faixas de frequência, o valor médio calculado para 30nm, 40nm, 50nm foram, respectivamente: - 35,992 dB, - 35,985 dB e – 35,950 dB.

Os filmes 30, 40 e 50 nm refletem uma quantidade de energia que é em média entre 99,99% e 99,995% inferior a placa metálica, sendo que o branco reflete menos ainda, uma vez que ele está abaixo do gráfico. A explicação para este comportamento é que os filmes de 30, 40 e 50 nm possuem uma camada de óxido de cobre e este contribui para que a reflexão aumente em relação ao branco, composto somente por polímero.

O gráfico da Figura 2 apresenta as medidas da atenuação da energia da onda eletromagnética refletida (S<sub>22</sub>), para os filmes de óxido de cobre com espessuras de 60 nm, 70 nm, 80 nm de espessura e o branco. Em comparação aos filmes de 30 nm, 40 nm, 50 nm e o branco do gráfico da Figura 1, os mesmos apresentam um comportamento eletromagnético de banda larga com perfil ressonante na faixa 8,5 a 9,8 GHz com intensidade máxima de – 43 dB em 9 GHz, assim como ocorreu nos filmes de 30, 40 e 50 nm. O valor médio de atenuação destes filmes foram de - 35,992 dB, - 35,985 dB e – 35,950 dB, respectivamente, enquanto os de 60, 70 e 80nm possuem valores médios de – 36,061, - 36,237 e – 35,681 dB, evidenciando a proximidade dos valores de médios de atenuação.

4

Figura 2 | Curvas de atenuação (dB) versus frequência (8,2 - 12,4 GHz) do parâmetro S22 para os filmes de óxido de cobre com espessuras de 60 nm, 70 nm, 80 nm e o branco.



O gráfico da Figura 3 apresenta as medidas da atenuação da energia da onda eletromagnética refletida ( $S_{22}$ ), com filme fino baseado em óxido de cobre, com 90 nm, 100 nm e o branco. Em comparação aos filmes de 30 nm, 40 nm, 50 nm e o branco (Figura 1) e aos filmes de 60 nm, 70 nm, 80 nm e o branco (Figura 2), apresenta uma mesma faixa de atenuação entre - 30 e - 45 dB. Apresenta também um comportamento banda larga com perfil ressonante na faixa de 8,3 e 9,9 GHz com intensidade máxima de - 43 dB em 9 GHz, assim como ocorreu com as outras espessuras. Os valores médios de atenuação - 35, 181 dB e - 36,032 dB para as espessuras de 80 e 90 nm estão muito próximos dos filmes de 30, 40 e 50 nm (- 35,992 dB, - 35,985 dB e - 35,950 dB, respectivamente) e dos filmes de 60, 70 e 80 nm (- 36,061, - 36,237 e - 35,681 dB, respectivamente).

**Figura 3 |** Curvas de atenuação (dB) versus frequência (8,2 - 12,4 GHz) do parâmetro S<sub>22</sub> para os filmes de óxido de cobre com espessuras de 90 nm, 100 nm e o branco.



Todos os valores médios das atenuações calculadas entre 8,2 a 12,4 GHz do branco e dos filmes com espessuras entre 30 - 100 nm (Figuras 1 - 3) estão apresentados no gráfico da Figura 4. Pode-se observar que o branco possui o menor valor de atenuação (- 38,09 dB), e os filmes entre 30 a 100 nm possuem valores próximos, em média em torno de - 36 dB. A diferença entre o valor de atenuação do branco e dos filmes de óxido de cobre, se deve ao maior caráter refletor do conjunto substrato polimérico (branco) com o filme de óxido de cobre depositado na sua superfície. De forma geral, como a energia refletida por todos os filmes e o substrato é considerada é muito baixa, isto é, 99,9 % inferior em relação a referência (placa metálica 100% refletora – 0,0 dB).

Figura 4 | Valor médio das atenuações entre 8,2 a 12,4 GHz do parâmetro S<sub>22</sub> para os filmes de óxido de cobre com espessuras entre 30 - 100 nm e o branco.



Os dados do gráfico da Figura 5 indicam que as medidas de transmissão ( $S_{42}$ ) da energia da onda eletromagnética nas espessuras de 30, 40 e 50nm e o branco geram uma atenuação muito próxima de zero na faixa de frequências de 8,2 a 12,4 GHz. O valor médio calculado para 30nm, 40nm, 50nm foram, respectivamente: - 0,019 dB, - 0,006 dB e - 0,018 dB, indicando que os filmes transmitem uma quantidade de energia que é em média inferior que o ar, referência para o parâmetro  $S_{42}$ , e o branco transmite do modo análogo a espessura de 30 nm, uma vez que o seu valor médio de atenuação é de - 0,019 dB.

Todos os filmes apresentam um comportamento banda larga na faixa de frequências de 8,2 a 12,4 GHz, demonstrando um padrão referente a um meio altamente transmissor de energia. A explicação para este comportamento é que os filmes de 30, 40 e 50 nm possuem uma camada de óxido de cobre e este óxido metálico na forma de filme fino possui um padrão de transmissão próxima a do ar.

**Figura 5 |** Curvas de atenuação (dB) versus frequência (8,2 - 12,4 GHz) do parâmetro S42 para os filmes de óxido de cobre com espessuras de 30 nm, 40 nm, 50 nm e o branco.



O gráfico da Figura 6 apresenta as medidas de transmissão (S<sub>42</sub>) da energia da onda eletromagnética, com filme fino baseado em óxido de cobre, com 60 nm, 70 nm, 80 nm de espessura e o branco. Em comparação aos filmes de 30 nm, 40 nm, 50 nm e o branco do gráfico da Figura 5, os mesmos apresentam um comportamento eletromagnético muito semelhante, ou seja, estão gerando uma atenuação muito próxima de zero na faixa de frequências de 8,2 a 12,4 GHz. O valor médio de atenuação destes filmes foram de - 0,009 dB, - 0,015 dB e -0,010 dB, respectivamente, enquanto os de 30, 40 e 50 nm possuem valores médios de - 0,019 dB, - 0,006 dB e - 0,018 dB, evidenciando a proximidade dos valores de médios de atenuação. Todos os filmes apresentam um comportamento banda larga na faixa de frequências trabalhadas, demonstrando um padrão de meio altamente transmissor de energia.

Figura 6 | Curvas de atenuação (dB) versus frequência (8,2 - 12,4 GHz) do parâmetro S42 para os filmes de óxido de cobre com espessuras de 60 nm, 70 nm, 80 nm e o branco.



O gráfico da Figura 7 apresenta as medidas de transmissão (S<sub>42</sub>) da energia da onda eletromagnética, com filme fino baseado em óxido de cobre, com 90 nm, 100 nm e o branco. Em comparação aos filmes de 30 nm, 40 nm, 50 nm e o branco (Figura 5) e aos filmes de 60 nm, 70 nm, 80 nm e o branco (Figura 6), os mesmos apresentam um comportamento eletromagnético semelhante, isto é, uma atenuação muito próxima de zero na faixa de frequências de 8,2 a 12,4 GHz. Os valores médios de atenuação - 0,018 dB e - 0,013 dB para as espessuras de 90 e 100 nm estão muito próximos dos filmes de 30, 40 e 50 nm (0,019 dB, 0,006 dB, 0,018 dB, respectivamente) e dos filmes de 60, 70 e 80 nm (0,009 dB, 0,015 dB, 0,010 dB, respectivamente). Todos os filmes apresentam um comportamento banda larga na faixa de frequências trabalhadas, demonstrando um padrão de meio altamente transmissor de energia.

**Figura 7** |Curvas de atenuação (dB) versus frequência (8,2 - 12,4 GHz) do parâmetro S22 para os filmes de óxido de cobre com espessuras de 90 nm, 100 nm e o branco.



Todos os valores médios das atenuações calculadas entre 8,2 a 12,4 GHz do branco e dos filmes com espessuras entre 30 - 100 nm (Figuras 5 - 7) estão apresentados no gráfico da Figura 8. Pode-se observar que todos os valores médios ficam entre - 0,005 a - 0,02 dB, ou seja, a energia transmitida é muito alta, os filmes finos transmitem energia em um nível muito próximo do ar (referência em 0,00 dB).

Figura 8 | Valor médio das atenuações entre 8,2 a 12,4 GHz do parâmetro S42 para os filmes de óxido de cobre com espessuras entre 30 - 100 nm e o branco.



Os dados do gráfico da Figura 9 indicam que as medidas de absorção da energia da onda eletromagnética nas espessuras de 30, 40 e 50nm e o branco geram uma atenuação próxima de zero e – 2 dB (36,9%) na faixa de frequências de 8,2 a 12,4 GHz. O valor médio de atenuação calculado para 30 nm, 40 nm, 50 nm foram, respectivamente: - 0,556 dB, - 0,218 dB e – 0,509 dB, indicando que os filmes absorvem uma quantidade de energia baixa e a sua atenuação fica entre 4,9% e 12,2% da energia incidente. Todos os filmes apresentam um comportamento banda larga com comportamento ressonante na faixa de frequências 8,2 a 10,4 GHz com intensidade máxima próxima de – 1,3 dB (25,87%) em 9,2 GHz.

Figura 9 | Curvas de atenuação (dB) versus frequência (8,2 - 12,4 GHz) do parâmetro energia absorvida para os filmes de óxido de cobre com espessuras de 30nm, 40nm, 50nm e o branco.



O gráfico da Figura 10 apresenta as medidas de absorção da energia da onda eletromagnética, com filme fino baseado em óxido de cobre, com 60 nm, 70 nm, 80 nm de espessura e o branco. Em comparação aos filmes de 30 nm, 40 nm, 50 nm e o branco do gráfico da Figura 49, apresentam uma mesma faixa de atenuação entre zero e – 2 dB.

O valor médio de atenuação destes filmes foram de – 0,293 dB, - 0,432 dB e - 0, 322 dB, respectivamente, enquanto os de 30, 40 e 50 nm possuem valores médios de – 0,556 dB, - 0, 218 dB e – 0,509 dB. A diferença percentual nos filmes de 30, 40 e 50 nm ficou em 7,2% e nos filmes de 60, 70 e 80 nm em 2,95%. Apresenta também um comportamento banda larga com comportamento ressonante na faixa de 8,2 e 10,4 GHz com intensidade máxima de – 1,3 dB em 9,2 GHz, semelhante as espessuras de 30, 40 e 50 nm.

**Figura 10 | Curvas de atenuação (dB) versus frequência (8,2 - 12,4 GHz) do parâmetro energia** absorvida para os filmes de óxido de cobre com espessuras de 60 nm, 70 nm, 80 nm e o branco.



O gráfico da Figura 11 apresenta as medidas de absorção da energia da onda eletromagnética, com filme fino baseado em cobre, com 90 nm, 100 nm e o branco. Em comparação aos filmes de 30 nm, 40 nm, 50 nm e o branco (Figura 49) e aos filmes de 60 nm, 70nm, 80nm e o branco (Figura 50), apresenta uma mesma faixa de atenuação entre zero e – 2dB.

Os valores médios de atenuação - 0,530 dB e – 0,415 dB para as espessuras de 90 e 100 nm estão muito próximos dos filmes de 30, 40 e 50 nm (- 0,556 dB, - 0,218 dB, - 0,509 dB, respectivamente) e dos filmes de 60, 70 e 80 nm (- 0,293 dB, - 0,432 dB, - 0,322 dB, respectivamente). Nos primeiros grupos de filmes (30, 40 e 50 nm) a diferença percentual ficou em torno de 7,2%, nos filmes de 60, 70 e 80 nm em torno de 2,95% e nas últimas espessuras de 90 e 100 nm a diferença percentual ficou em torno de 7,12%. Apresenta também um comportamento banda larga com comportamento ressonante na faixa de 8,2 e 10,3 GHz com intensidade máxima de – 1,3 dB em 9,4 GHz.

Figura 11 | Curvas de atenuação (dB) versus frequência (8,2 - 12,4 GHz) do parâmetro energia absorvida para os filmes de óxido de cobre com espessuras de 90 nm, 100 nm e o branco.



Em relação a energia absorvida (Ea), a atenuação média calculada entre 8,2 a 12,4 GHz das espessuras entre 30 a 100 nm (Figuras 9 - 11) é apresentada no gráfico da Figura 12. Como observado anteriormente, os valores de energia absorvida para os filmes de óxido de cobre estão entre - 0,2 dB a - 0,6 dB, isto é, de 4% a 12%, respectivamente. Esse valor obtido de energia absorvida mostra que filmes de óxido de cobre com espessuras entre 30 nm a 100 nm não possuem caráter de absorção da energia da onda eletromagnética, na faixa de frequências entre 8,2 a 12,4 GHz.

Figura 12 | Valor médio da energia absorvida entre 8,2 a 12,4 GHz para os filmes de óxido de cobre com espessuras entre 30 - 100 nm.



O resultado dos valores médios da energia absorvida, para a faixa de frequências entre 8,2 a 12,4 GHz do elemento químico cobre é apresentado no gráfico da Figura 13. Pode ser observado que a energia absorvida varia entre 10% a 48%, com comportamento de aumento da energia absorvida com o aumento da espessura, e diminuição da absorção para valores superiores de espessura (> 90nm). Esse comportamento foi observado em trabalhos anteriores para filmes de cobre (COSTA, 2014).

Figura 13 | Valor médio da energia absorvida entre 8,2 a 12,4 GHz para os filmes de cobre com espessuras entre 30 - 100 nm.



O gráfico da Figura 14 apresenta os valores médios de energia absorvida para a faixa de frequências entre 8,2 a 12,4 GHz, para os filmes de alumínio, com espessuras entre 30 a 100 nm, em passos de 10 nm.

Figura 14 | Valor médio da energia absorvida entre 8,2 a 12,4 GHz para os filmes de alumínio com espessuras entre 30 - 100 nm.



De maneira similar ao cobre, a tendência da energia absorvida em função da espessura segue um aumento até 90 nm, e diminui para acima de 90 nm. Entretanto, a energia absorvida do alumínio é inferior ao cobre, entre 0,1 a 0,5 dB. Este fato está relacionado ao menor valor de condutividade elétrica do alumínio em relação ao cobre. Quanto menor for a condutividade elétrica de um material, menor será a energia dissipada pelo processo de despolarização elétrica, e consequentemente, menor a energia absorvida.

13

## REFERÊNCIAS

BHAT, K. S.; DATTA, S. K.; SURESH, C. Electrical and microwave characterization of kanthalthin films: temperature and size effect, Thin Solid Films 332 (1998) 220 224.

COSTA, D. S. Estudo da Influência da Taxa de Deposição de Filmes Ultrafinos de Cu<sub>2</sub>O Visando Aplicação como Absorvedores de Micro-ondas (8,2 a 12,4 GHz). Dissertação de Mestrado, UNIFESP, São José dos Campos, 2014.

FUJIEDA, T., et al. Electromagnetic Wave Absorption material and an associated device. US Patent No 0035896, 2005.

NOHARA, E. L. Estágio de doutorado-sanduíche no Moscow Power Engineering Institute. Financiamento FAPESP (Processo 98/15839-4). Instituto Tecnológico de Aeronáutica. 12/2001-06/2002.

SAVILLE, P., HUBER, T., MAKEIFF,D., Fabrication of Organic Radar Absorbing Materials - A report on the TIF Project, Defence R&D Canadá – Atlantic, 2005.

SOETHE, V. L. Deposição de filmes metálicos sobre poli (tereftalato de etileno) via tríodo magnetron sputtering: influência da corrente e da voltagem nas propriedades dos filmes. Dissertação de Mestrado, UDESC, Santa Catarina, 2004.

SOETHE, V. L.; NOHARA, E. L.; FONTANAL, C.; REZENDE, M. C. **"Influência da espessura de filmes finos de alumínio na atenuação da energia da onda eletromagnética na faixa de microondas (8 – 12GHz)"**, Revista Brasileira de Aplicações de Vácuo, v. 27, n. 2, 63-67, 2008.

SOETHE, V.L., Filmes finos absorvedores de microondas obtidos pelo processo de deposição física em fase vapor. Tese de doutorado. Instituto Tecnológico de Aeronáutica. 2009.

THE WASSENAAR ARRANGEMENT. Wassenaar Arrangement on Export Controls for Conventional Arms and Dual-Use Goods and Technologies. 2019. Disponível em: <a href="https://www.wassenaar.org/">https://www.wassenaar.org/</a>. Acesso em: 12 jan. 2019.